

## TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION .....	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LA LITTÉRATURE SUR LES ALLIAGES À MÉMOIRE DE FORME ET LEURS MÉTHODES DE MISE EN FORME .....	3
1.1 Transformations martensitiques thermoélastiques.....	3
1.2 Mécanismes de transformation et de déformation.....	4
1.3 Propriétés fonctionnelles de l'alliage.....	6
1.3.1 Effet mémoire de forme simple sens .....	6
1.3.2 Génération de contrainte.....	7
1.3.3 Effet mémoire de forme double sens .....	8
1.4 Déformation à froid plus traitement thermique de l'alliage Ti-Ni.....	10
1.4.1 Taux de déformation.....	12
1.4.2 Température de traitement thermique.....	12
1.4.3 Influence de l'état de phase lors de la déformation .....	14
1.4.4 Structure de l'alliage après déformation à froid .....	16
1.4.5 Influence des paramètres de mise en forme sur les propriétés fonctionnelles .....	19
1.5 Mise en forme à tiède des matériaux métalliques.....	24
1.5.1 Texture de l'alliage laminé .....	25
1.5.2 Lien entre la texture et les propriétés fonctionnelles des alliages à mémoire de forme .....	25
1.5.3 Diminution de l'endommagement des alliages à mémoire de forme .....	26
1.6 Problématique et objectifs du projet .....	26
CHAPITRE 2 MÉTHODOLOGIE, TECHNIQUE DE FABRICATION ET CHOIX DES MÉTHODES DE CARACTÉRISATION.....	29
2.1 Choix du matériau.....	29
2.2 Paramètres de mise en forme .....	30
2.2.1 Taux de déformation.....	30
2.2.2 Température de déformation.....	31
2.3 Fabrication des échantillons.....	33
2.3.1 Technologie de fabrication .....	34
2.3.2 Séquences de laminage.....	36
2.4 Méthodes de caractérisation thermique et mécanique .....	38
2.4.1 Calorimétrie différentielle à balayage.....	38
2.4.2 Essais de traction à la rupture .....	40
2.5 Méthodes de mesure des propriétés fonctionnelles .....	43
2.5.1 Mémoire de forme à contrainte nulle.....	43
2.5.2 Génération de contrainte.....	45

CHAPITRE 3	ESSAIS DE CALORIMÉTRIE DIFFÉRENTIELLE À BALAYAGE ET ESSAIS DE TRACTION ISOTHERMES À LA RUPTURE .....	49
3.1	Essais de calorimétrie différentielle à balayage.....	49
3.1.1	Résultats.....	49
3.1.2	Analyse .....	51
3.1.3	Conclusions.....	51
3.2	Essais de traction à la rupture .....	52
3.2.1	Résultats.....	52
3.2.2	Analyse .....	53
3.2.3	Conclusions.....	54
CHAPITRE 4	ESSAIS DE MÉMOIRE DE FORME À CONTRAINTE NULLE .....	55
4.1	Résultats.....	55
4.2	Analyse .....	58
4.3	Conclusions.....	61
CHAPITRE 5	ESSAIS DE GÉNÉRATION DE CONTRAINTE .....	63
5.1	Résultats.....	63
5.2	Analyse .....	66
5.3	Conclusions.....	68
CHAPITRE 6	SYNTHÈSE ET DISCUSSION.....	69
6.1	Synthèse des résultats .....	69
6.1.1	Essais de déformation récupérable.....	69
6.1.2	Essais de génération de contrainte .....	72
6.2	Effets du laminage à tiède.....	75
6.3	Effets du recuit intermédiaire.....	76
6.4	Effets de la combinaison de laminage à tiède plus recuit intermédiaire.....	78
CONCLUSION	.....	81
RECOMMANDATIONS	.....	84
ANNEXE I	MANUFACTURING OF NANOSTRUCTURED TI-NI SMA BY MEANS OF COLD/WARM ROLLING AND ANNEALING THERMAL TREATMENT .....	85
LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....		108

## LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 1.1	Classement de différentes méthodes permettant l'obtention de la structure nanocristalline Tiré de Demers (2009) .....10
Tableau 2.1	Comparaison des propriétés de quelques types d'alliages à mémoire de forme Adapté de Demers (2004).....29
Tableau 2.2	Description des six méthodes de productions étudiées.....37
Tableau 3.1	Données issues des essais de traction à la rupture .....52
Tableau 4.1	Effet mémoire de forme au premier cycle ( $\epsilon_1$ ), nombre de cycles à la rupture ( $N_f$ ) et taux de dégradation de la récupération de forme ( $\Delta\epsilon_r$ ) .....58
Tableau 5.1	Contrainte générée au premier cycle ( $\sigma_1$ ), nombre de cycles à la rupture ( $N_f$ ) et taux de dégradation de la contrainte générée ( $\Delta\sigma_r$ ) pour les six régimes de laminage étudiés .....66
Tableau 6.1	Contrainte générée au premier cycle ( $\sigma_1$ ), taux de dégradation de la contrainte générée ( $\Delta\sigma_r$ ) et nombre de cycles à la rupture ( $N_f$ ) pour l'échantillon laminé à froid $e=1.2(CR)$ et les échantillons laminés partiellement à tiède $e=1(CR)+0.2(WR)$ et $e=0.3(CR)+0.9(WR)$ .....75
Tableau 6.2	Contrainte générée au premier cycle ( $\sigma_1$ ), taux de dégradation de la contrainte générée ( $\Delta\sigma_r$ ) et nombre de cycles à la rupture ( $N_f$ ) pour l'échantillon laminé à froid $e=1.2(CR)$ et les échantillons recuits avant la dernière passe à froid $e=1(CR)+IA+0.2(CR)$ .....77
Tableau 6.3	Contrainte générée au premier cycle ( $\sigma_1$ ), taux de dégradation de la contrainte générée ( $\Delta\sigma_r$ ) et nombre de cycles à la rupture ( $N_f$ ) pour l'échantillon laminé à froid $e=1.2(CR)$ et les échantillons fabriqués par laminage à tiède plus recuit intermédiaire $e=1(CR)+IA+0.2(CR)$ .....78



## LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 1.1	État de phase d'un matériau présentant une transformation martensitique Adaptée de Brailovski (2003) .....4
Figure 1.2	Représentation schématique de la transformation martensitique à l'échelle atomique Adaptée de Brailovski (2003).....5
Figure 1.3	Représentation schématique du chemin thermomécanique nécessaire à l'observation de l'effet mémoire de forme simple sens Adaptée de Brailovski (2003) .....6
Figure 1.4	a) Représentation schématique du mécanisme de génération de contrainte sous chauffage et b) courbe contrainte-déformation .....7
Figure 1.5	Diagramme contrainte-déformation-température représentant l'effet mémoire de forme double sens (N-L-N) Tirée de Brailovski (2003) .....9
Figure 1.6	Représentation schématique du procédé de laminage.....11
Figure 1.7	Illustration de la formation d'une structure polygonisée par réarrangement des dislocations Tirée de Verlinden (2007) .....13
Figure 1.8	Microstructure d'un alliage Ti-50.2 at%Ni initialement mixte (amorphe - nanocristalline) déformée par laminage à froid ( $e=1.2$ ) en fonction de la température de traitement thermique (a) 300°C, (b) 400°C, (c) 500°C et (d) 600°C pendant 1h Tirée de Nakayama, Tsuchiya et Umemoto (2001).....13
Figure 1.9	Volume de matériau amorphe en fonction de la déformation réelle en laminage et en compression pour les deux types de matériaux. Déformation à température ambiante Tirée de Ewert et al. (1997).....15
Figure 1.10	Fraction volumique de matériau amorphe en fonction de la température de mise en forme après une déformation réelle de $e=1$ en compression.....16
Figure 1.11	Taille de grain en fonction du taux de déformation et de la température de déformation pour un alliage à mémoire de forme Ti-Ni .....17
Figure 1.12	Taille de grain en fonction de la température de recuit et du taux de travail à froid Adaptée de Schey (2000).....18
Figure 1.13	Microstructures et diffractogrammes de l'alliage Ti-Ni mis en forme par laminage à froid puis traité thermiquement Tirée de Demers (2009) .....19

Figure 1.14	Contrainte générée et déformation récupérable pour différents traitements thermomécaniques, Ti-50.0at.% Ni Tirée de Brailovski et al. (2006) .....	20
Figure 1.15	Résultats d'essais de fatigue en déformation récupérable pour l'alliage Ti-50.26at%Ni, à l'état trempé et laminé ( $e=0.25 - 2$ ) et PDA 400°C, 1h .....	21
Figure 1.16	Contrainte générée en fonction du nombre de cycles pour un alliage Ti-50.26at%Ni, à l'état trempé et laminé ( $e=0.25 - 2$ ) et PDA 400°C, 1h .....	22
Figure 1.17	Analyse d'endommagement au microscope optique pour un alliage Ti-50.26at%Ni, laminé à $e=1.5$ et $e=2$ avec deux niveaux de tension différents ( $\sigma_T = 0.1$ et $0.5\sigma_y$ ) Tirée de Demers (2004) .....	23
Figure 2.1	Résultats des essais DSC pour les deux taux de déformation et trois températures de laminage. a) $e=0.7$ et b) $e=1.5$ .....	32
Figure 2.2	a) Représentation schématique du laminoir et b) détail du système de chauffage par effet Joule .....	34
Figure 2.3	Représentation du dispositif permettant de conserver l'alignement entre le capteur infrarouge et le fil .....	35
Figure 2.4	Représentation schématique des différentes séquences de laminage a) sans recuit intermédiaire et b) avec recuit intermédiaire. WR (Warm Rolling) désigne le laminage à tiède, CR(Cold Rolling) désigne le laminage à froid et PDA (Post Deformation Annealing) désigne le recuit post déformation .....	36
Figure 2.5	Appareil de calorimétrie différentielle à balayage .....	38
Figure 2.6	Courbe typique d'un essai DSC sur un alliage à mémoire de forme Ti-Ni Adapté de Demers (2004) .....	39
Figure 2.7	Courbe typique représentant un essai de traction à la rupture sur un spécimen d'AMF à l'état martensitique .....	41
Figure 2.8	Courbe contrainte-déformation typique d'un essai de déformation récupérable libre .....	44
Figure 2.9	Représentation schématique du banc d'essai de génération de contrainte .....	45
Figure 2.10	Courbe contrainte-déformation typique d'un essai de génération de contrainte .....	46

Figure 3.1	Résultats des essais DSC obtenus pour l'alliage Ti-50.26at.%Ni après six régimes de laminage différents, Taux de chauffage : 50°C/min.....	49
Figure 3.2	Courbes contrainte-déformation issues des essais de traction à la rupture. a) $e=1.2(\text{CR})$ , b) $e=1(\text{CR})+0.2(\text{WR})$ , c) $e=0.3(\text{CR})+0.9(\text{WR})$ , d) $e=1(\text{CR})+0.2(\text{CR})$ , e) $e=1(\text{CR})+(\text{IA})+0.2(\text{WR})$ et f) $e=1(\text{WR})+(\text{IA})+0.2(\text{WR})$ .....	51
Figure 4.1	Exemples de courbes brutes issues de l'essai de récupération de forme libre. a) $e=1.2(\text{CR})$ , b) $e=1(\text{CR})+0.2(\text{WR})$ , c) $e=0.3(\text{CR})+0.9(\text{WR})$ , d) $e=1(\text{CR})+0.2(\text{CR})$ , e) $e=1(\text{CR})+(\text{IA})+0.2(\text{WR})$ et f) $e=1(\text{WR})+(\text{IA})+0.2(\text{WR})$ .....	56
Figure 4.2	Évolution de la déformation initiale ( $\epsilon_i$ ), permanente ( $\epsilon_p$ ) et de l'effet mémoire de forme double sens ( $\epsilon_{\text{TW}}$ ) en fonction du nombre de cycles pour les six traitements thermomécaniques. a) $e=1.2(\text{CR})$ , b) $e=1(\text{CR})+0.2(\text{WR})$ , c) $e=0.3(\text{CR})+0.9(\text{WR})$ , d) $e=1(\text{CR})+0.2(\text{CR})$ , e) $e=1(\text{CR})+(\text{IA})+0.2(\text{WR})$ et f) $e=1(\text{WR})+(\text{IA})+0.2(\text{WR})$ .....	57
Figure 5.1	Essai de génération de contrainte : contrainte en fonction de la température pour un spécimen de chaque type d'échantillon. a) $e=1.2(\text{CR})$ , b) $e=1(\text{CR})+0.2(\text{WR})$ , c) $e=0.3(\text{CR})+0.9(\text{WR})$ , d) $e=1(\text{CR})+0.2(\text{CR})$ , e) $e=1(\text{CR})+(\text{IA})+0.2(\text{WR})$ et f) $e=1(\text{WR})+(\text{IA})+0.2(\text{WR})$ .....	64
Figure 5.2	Évolution de la contrainte générée en fonction du nombre de cycles pour les six régimes de laminage. a) $e=1.2(\text{CR})$ , b) $e=1(\text{CR})+0.2(\text{WR})$ , c) $e=0.3(\text{CR})+0.9(\text{WR})$ , d) $e=1(\text{CR})+0.2(\text{CR})$ , e) $e=1(\text{CR})+(\text{IA})+0.2(\text{WR})$ et f) $e=1(\text{WR})+(\text{IA})+0.2(\text{WR})$ .....	65
Figure 6.1	Déformation récupérable au premier cycle pour chaque méthode de mise en forme.....	70
Figure 6.2	Contrainte générée et déformation récupérable pour différents traitements thermomécaniques, Ti-50.0 at % Ni.....	71
Figure 6.3	Nombre de cycles à la rupture, $N_f$ et dégradation au 500 ème cycle pour l'essai de déformation récupérable et pour les six méthodes de mise en forme.....	72
Figure 6.4	Contrainte générée au premier cycle pour chaque méthode de mise en forme.....	73
Figure 6.5	Nombre de cycles à la rupture, $N_f$ et dégradation au 500 ème cycle pour l'essai de génération de contrainte et pour les six méthodes de mise en forme.....	74

## XVIII

Figure 6.6	Exemple de contrainte générée en fonction du nombre de cycles pour trois types d'échantillons, $e=1.2(\text{CR})$ , $e=1(\text{CR})+0.2(\text{WR})$ et $e=0.3(\text{CR})+0.9(\text{WR})$ tous initialement déformés à 9%.....	75
Figure 6.7	Contrainte générée en fonction du nombre de cycles pour $e=1.2(\text{CR})$ et $e=1(\text{CR})+\text{IA}+e=0.2(\text{CR})$ , tous deux initialement déformés à 9%.....	77
Figure 6.8	Courbes contrainte-déformation des essais de génération de contrainte. a) $e=1.2(\text{CR})$ déformé initialement à 6% et b), $e=1(\text{WR})+\text{IA}+0.2(\text{WR})$ , déformé initialement à 9%. .....	78
Figure 6.9	Contrainte générée en fonction du nombre de cycles pour $e=1.2(\text{CR})$ , initialement déformé à 6% et $e=1(\text{WR})+\text{IA}+0.2(\text{WR})$ , initialement déformé à 9% .....	79
Figure 6.10	Contrainte générée en fonction du nombre de cycles pour $e=1.2(\text{CR})$ , initialement déformé à 6% .....	79



## LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

AMF	Alliage à mémoire de forme
PDA, °C	Traitement thermique post déformation ( <i>post-deformation annealing</i> )
CV, %	Coefficient de variation
TWSME	L'effet mémoire de forme double sens ( <i>two way shape memory effect</i> )
Ti-50.26at.%Ni	Alliage à mémoire de forme Ti-Ni contenant 50.26% atomique de nickel
DSC	Calorimétrie différentielle à balayage



## LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

$A_s$ , °C	Température de début de la transformation martensitique inverse sous contrainte nulle, degrés Celcius
$A_f$ , °C	Température de fin de la transformation martensitique inverse sous contrainte nulle, degrés Celcius
$M_s$ , °C	Température de début de la transformation martensitique directe sous contrainte nulle, degrés Celcius
$M_f$ , °C	Température de fin de la transformation martensitique directe sous contrainte nulle, degrés Celcius
$T_{def}$ , °C	Température de déformation, degrés Celcius
$T_f$ , K	Température de fusion, degrés Kelvin
$\epsilon$ , %	Déformation conventionnelle [ $\Delta l/l$ ], pourcent
$e$	Déformation réelle [ $\ln(l/l_0)$ ]
$\epsilon_i$ , %	Déformation initiale, pourcent
$\epsilon_p$ , %	Déformation permanente, pourcent
$\epsilon_{pl}$ , %	Déformation du plateau de contrainte, pourcent
$\epsilon_r$ , %	Déformation récupérable, pourcent
$\epsilon_{rupt}$ , %	Déformation à la rupture, pourcent
$\sigma_{cr}$ , MPa	Contrainte critique de la réorientation de la martensite ou de la transformation de phase, mégapascal
$\sigma_{UTS}$ , MPa	Limite à la rupture, mégapascal
$\sigma_r$ , MPa	Contrainte générée au chauffage, mégapascal



## INTRODUCTION

Les alliages à mémoire de forme (AMF) constituent une classe de matériaux métalliques ayant la propriété de reprendre leur forme initiale après d'importantes déformations. Le mécanisme à l'origine de ce comportement est appelé « transformation martensitique » par analogie aux aciers. Cette appellation fait référence à une transformation de phase à l'état solide provoquée par un changement de température, par un chargement mécanique ou par une combinaison des deux.

Cette transformation martensitique donne lieu à différents types de comportements dont l'effet mémoire de forme et la superélasticité. Ces propriétés fonctionnelles sont impliquées dans la réalisation d'actionneurs compacts (effet mémoire de forme) et de dispositifs biomédicaux (superélasticité). Comme pour tous les métaux, les propriétés fonctionnelles de ce type d'alliage sont grandement dépendantes de la microstructure de l'alliage, elle-même étant déterminée par la méthode de mise en forme employée. En particulier, il a été démontré que l'obtention d'une structure nanocristalline permet d'améliorer de façon importante les propriétés fonctionnelles des AMF. Parmi les méthodes d'obtention d'une telle structure, le laminage à froid sévère suivi d'un traitement thermique est particulièrement adapté, entre autres grâce à sa facilité de mise en œuvre et à la géométrie du produit fini. Cette technique trouve cependant ses limites au niveau de la vie en fatigue des échantillons ainsi produits. Celle-ci est en effet fortement réduite par l'endommagement mécanique induit lors du traitement thermomécanique permettant l'obtention de la structure nanométrique.

Afin de pallier à ce problème, la technologie de laminage à tiède a été développée dans le cadre de ce projet. L'alliage à mémoire de forme Ti-50.26at.%Ni, choisi pour ses excellentes propriétés, a été soumis à des combinaisons de laminage à froid, à tiède et recuit post-déformation. Les échantillons produits ont été caractérisés par calorimétrie différentielle à balayage, tests de traction isotherme, essais de déformation récupérable libre et essais de génération de contrainte.

Six différents régimes de laminage ont été testés, tous visant une déformation logarithmique finale de  $e=1.2$ , cette valeur étant établie sur la base de résultats précédemment obtenus. Ces échantillons peuvent être séparés en deux catégories, dépendamment de la technique de mise en forme employée. La première est constituée de combinaison de laminage à froid et à tiède suivie d'un recuit post-déformation. Cette catégorie devrait permettre de mettre en évidence une diminution de l'endommagement des échantillons lors du laminage à tiède. La deuxième catégorie comprend les régimes de laminage incluant un recuit intermédiaire qui devrait permettre d'accentuer la texture des échantillons ainsi produits.

Ce rapport présente dans un premier temps une revue de littérature décrivant les fondements des AMF, leurs propriétés ainsi que les différents traitements thermomécaniques permettant l'obtention de la nanostructure. L'emphase est ensuite mise sur le laminage à tiède avec ses effets sur les métaux conventionnels et l'application de cette technique à la mise en forme des AMF. La technologie de mise en forme employée pour le laminage à tiède est ensuite décrite, suivie de la description des séquences de mise en forme étudiées lors de ce projet. Enfin, les résultats de la caractérisation des échantillons ainsi produits sont présentés et suivis d'une discussion ainsi que des recommandations concernant la suite de ce projet.

## CHAPITRE 1

### REVUE DE LA LITTÉRATURE SUR LES ALLIAGES À MÉMOIRE DE FORME ET LEURS MÉTHODES DE MISE EN FORME

Le terme « alliages à mémoire de forme » ou AMF désigne une classe de matériau présentant des propriétés particulières dites de mémoire de forme. Dans cette section, les phénomènes microstructuraux et physiques à l'origine de ces propriétés seront présentés. Suivra ensuite une description des propriétés fonctionnelles des AMF ainsi qu'une présentation des méthodes de mises en forme utilisées sur les alliages à mémoire de forme Ti-Ni.

#### 1.1 Transformations martensitiques thermoélastiques

La transformation martensitique est à l'origine du comportement particulier des AMF et consiste en un changement de phase accompagnant un changement de température ou une contrainte mécanique. Ce phénomène permet à un spécimen préalablement déformé de retrouver, sous chauffage, sa forme initiale. Par analogie aux aciers, la phase basse température est appelée « martensite » tandis que la phase haute température est appelée « austénite ». Grâce au caractère réversible de cette transformation, cette famille d'alliage présente des propriétés de mémoire de forme et de superélasticité étonnantes. L'équation de Clausius-Clayperon permet de relier la température de transformation de phase en fonction de la contrainte appliquée sur le matériau (Brailovski, 2003).

$$\frac{d\sigma}{dT} = \frac{\Delta S}{V_0 \times \Delta \epsilon} \quad (1.1)$$

Avec  $\sigma$  la contrainte mécanique,  $T$  la température,  $\Delta S$  la variation d'entropie,  $V_0$  le volume de contrôle du cristal et  $\Delta \epsilon$  la variation de la déformation. Cette équation permet le tracé de la Figure 1.1 qui présente l'évolution des températures de transformation en fonction de la contrainte appliquée.

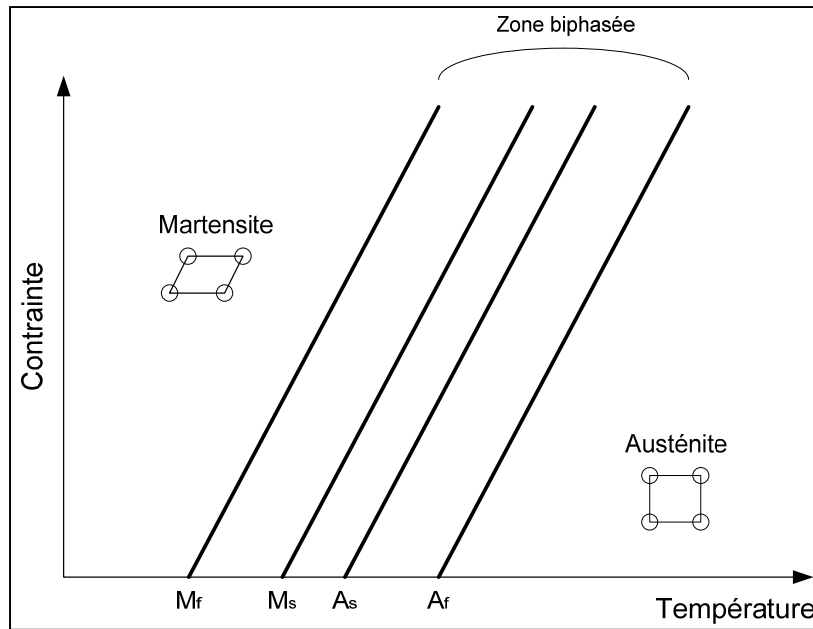


Figure 1.1 État de phase d'un matériau présentant une transformation martensitique  
Adaptée de Brailovski (2003)

Cette figure permet de définir les termes  $M_s$  et  $M_f$  qui sont respectivement les températures de début et fin de transformation martensitique au refroidissement (transformation directe) sous contrainte nulle. De même,  $A_s$  et  $A_f$  sont les températures de début et de fin de transformation au chauffage (transformation inverse) dans les mêmes conditions de contrainte nulle. On remarque alors qu'à une température inférieure à  $M_f$ , le matériau est composé à 100 % de martensite alors que pour des températures supérieures à  $A_f$ , on retrouve uniquement de l'austénite. Entre les deux, le matériau est alors biphasé avec les proportions de chaque phase dépendant de la température et de la contrainte.

## 1.2 Mécanismes de transformation et de déformation

Par définition, la transformation martensitique est dite displacive, ce qui signifie que lors du changement de phase, les mouvements des atomes sont très faibles, de l'ordre d'un dixième de distance interatomique. Le passage d'une phase à l'autre se fait alors par cisaillement du réseau cristallin sous l'influence de la température ou de la contrainte. Cette transformation est donc responsable d'une déformation homogène du réseau qui cependant ne se retrouve



pas toujours à l'échelle macroscopique. En effet, lors de la transformation directe, de l'austénite vers la martensite, la déformation du réseau est compensée par la formation de macles, ce qui se traduit par une absence de déformation à l'échelle macroscopique. Ces macles vont en effet permettre à la nouvelle phase de s'accommoder de l'espace disponible pour créer des plaquettes de martensite orientées de façon totalement aléatoire. On parle alors de martensite autoaccommodante. Lors du retour en phase austénitique, sous chauffage, les macles disparaissent. La Figure 1.2 permet d'illustrer schématiquement les différentes transformations à l'échelle atomique.

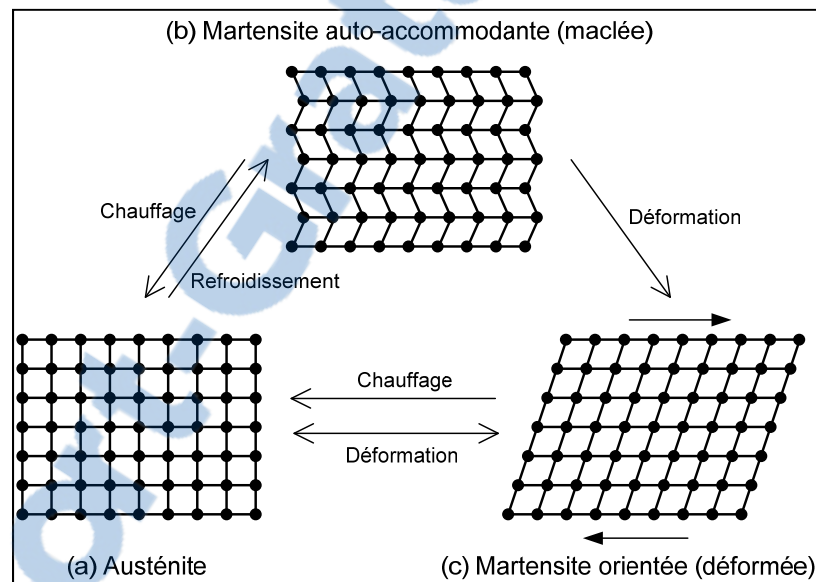


Figure 1.2 Représentation schématique de la transformation martensitique à l'échelle atomique  
Adaptée de Brailovski (2003)

Partant d'un état complètement austénitique (Figure 1.2, a), un refroidissement sous contrainte nulle engendre l'apparition de martensite autoaccommodante ou maclée, ce qui n'entraîne pas de déformation à l'échelle macroscopique (Figure 1.2, a → b). Cette transformation est totalement réversible puisqu'un chauffage de la martensite maclée va entraîner l'apparition à nouveau de la phase austénitique (Figure 1.2, b → a). Partant de la martensite autoaccommodante, une déformation macroscopique de cette phase va se traduire par une orientation préférentielle des aiguilles de martensite selon la direction de la

contrainte (Figure 1.2, b  $\rightarrow$  c). Il est alors question de martensite orientée. Un chauffage de cette martensite orientée à une température supérieure à  $A_f$  va entraîner un retour en phase austénitique provoquant le retour du matériau à sa forme initiale (Figure 1.2, c  $\rightarrow$  a). Une déformation de l'austénite (Figure 1.2, a  $\rightarrow$  c) entraînera quant à elle la formation de martensite orientée. Cette description des mécanismes de transformation et de déformation permet donc d'introduire l'effet mémoire de forme qui intervient lors d'un chauffage de la martensite orientée.

### 1.3 Propriétés fonctionnelles de l'alliage

#### 1.3.1 Effet mémoire de forme simple sens

La Figure 1.3 représente le chargement thermomécanique permettant l'observation de l'effet mémoire de forme simple sens.

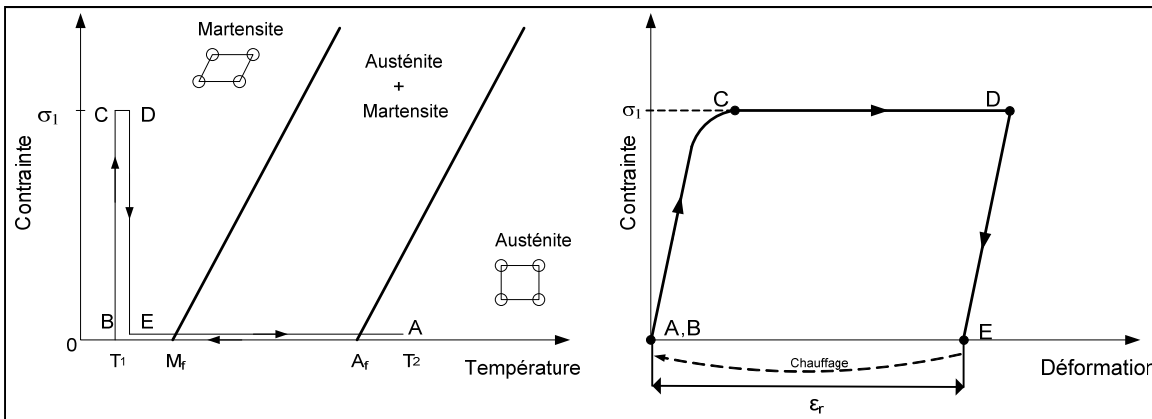


Figure 1.3 Représentation schématique du chemin thermomécanique nécessaire à l'observation de l'effet mémoire de forme simple sens  
Adaptée de Brailovski (2003)

Comme dit précédemment, un refroidissement de  $T_2$  (état austénitique) à  $T_1$  (état martensitique) sous contrainte nulle (A-B) permet d'obtenir une structure composée de martensite autoaccommodante présentant des variantes orientées de façon aléatoire. Le chargement jusqu'à  $\sigma_1$  (B-C-D) permet l'orientation des plaquettes de martensite selon la direction du chargement. Au relâchement de la contrainte, l'orientation de la martensite se

traduit par une déformation résiduelle macroscopique du matériau (D-E). Le chauffage de  $T_1$  à  $T_2$  provoque alors une récupération de la déformation résiduelle induite précédemment par austénitisation puis formation de martensite auto accommodante (E-A, B).

L'effet mémoire de forme représente donc la génération d'un déplacement sous contrainte nulle. Dans la section suivante, le comportement d'un échantillon présentant ce même effet tout en étant encastré sera décrit.

### 1.3.2 Génération de contrainte

La génération de contrainte intervient lors du chauffage d'un échantillon prédéformé et encastré comme illustré en Figure 1.4.

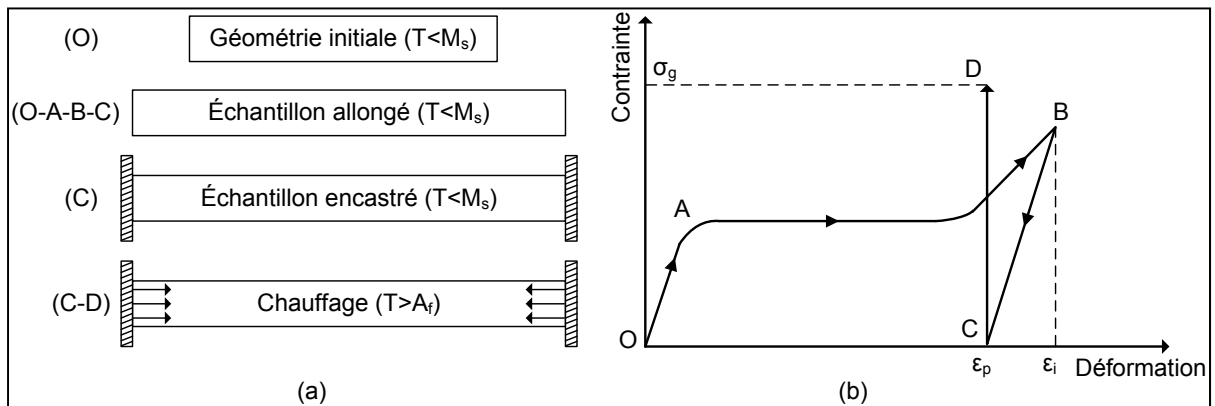


Figure 1.4 a) Représentation schématique du mécanisme de génération de contrainte sous chauffage et b) courbe contrainte-déformation

Afin d'obtenir la génération de force au chauffage, l'échantillon doit être déformé jusqu'à une valeur donnée sous la température de fin de transformation martensitique  $M_f$  (O-A-B). La contrainte est ensuite relâchée pour permettre le retour élastique du matériau (B-C). À ce stade, l'échantillon présente une déformation résiduelle provenant de l'orientation de la martensite selon la contrainte appliquée précédemment. Le spécimen est ensuite encastré (D) et chauffé à une température supérieure à  $A_f$  pour provoquer une transformation martensitique complète (C-D). Le retour de forme est alors empêché par l'encastrement et



l'échantillon génère de la force. Au refroidissement, l'échantillon retrouve alors son état de martensite orientée et la contrainte chute pour atteindre une valeur nulle.

### 1.3.3 Effet mémoire de forme double sens

L'effet mémoire de forme double sens (TWSME) consiste en un changement de forme sous changement de température. La différence avec l'effet mémoire de forme simple sens réside dans le fait qu'aucune pré-déformation de la martensite n'est nécessaire. L'alliage possède dans ce cas une forme à chaud et une forme à froid. Pour obtenir un tel comportement, il convient de faire subir à l'alliage un traitement d'éducation qui va consister en un cyclage thermomécanique. Dans le cadre de ce projet, cet effet sera observé lors d'essais de fatigue, le cyclage faisant office de traitement d'éducation.

La Figure 1.5 permet d'illustrer de façon schématique divers comportements dont l'effet mémoire de forme double sens représenté par le chemin N-L-N. Le changement de forme se fait alors sans contrainte appliquée, uniquement sous changement de température. Comme indiqué précédemment, l'effet mémoire de forme double sens apparaît après un certain temps d'éducation qui consiste généralement en une déformation de la martensite et en un retour en phase austénitique. Lors du traitement d'éducation, des champs de contraintes résiduelles, causés par la formation de dislocations, apparaissent de façon permanente dans le matériau. Ces champs de contraintes vont favoriser la création et la croissance d'une orientation préférentielle de la martensite ce qui va entraîner le changement de forme lors de la transformation austénite-martensite. La direction du TWSME est déterminée par l'orientation des champs de contraintes. Ceux-ci vont en effet « pousser » sur la martensite lors de sa formation et provoquer le changement de forme.

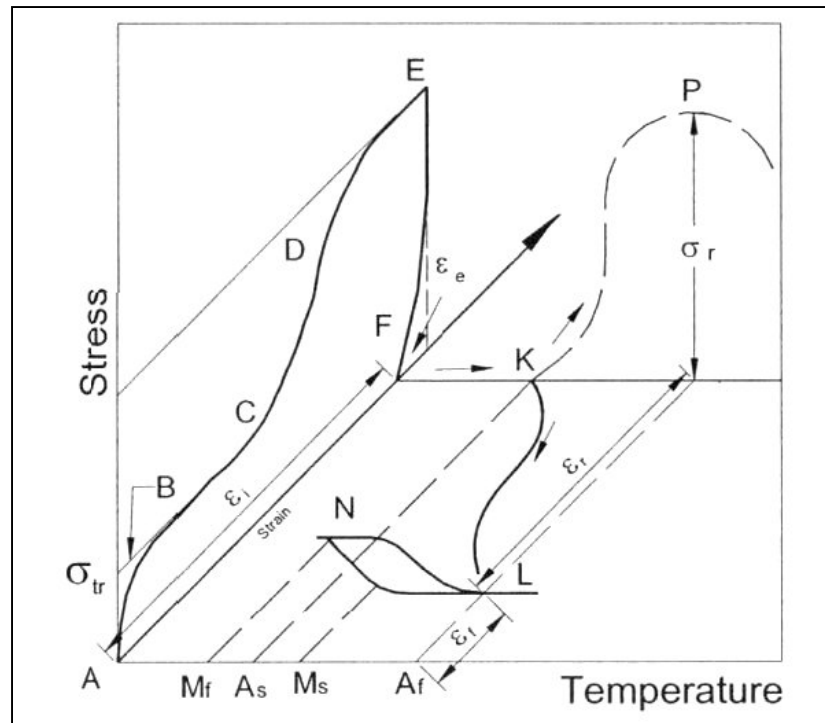


Figure 1.5 Diagramme contrainte-déformation-température représentant l'effet mémoire de forme double sens (N-L-N)  
Tirée de Brailovski (2003)

L'intérêt de cet effet réside essentiellement dans le fait que pour générer un déplacement à partir de l'effet mémoire de forme simple sens, une pré-déformation et donc un élément de rappel est nécessaire afin de réarmer le dispositif. Dans le cas du TWSME, le changement de forme est spontané, l'élément de rappel inutile et le système est grandement simplifié. Par contre, les efforts générés lors du refroidissement sont beaucoup plus faibles : 20% de ceux générés lors du chauffage.

Dans le cadre de ce projet, l'observation de l'effet mémoire de forme double sens va constituer un indice sur l'état métallurgique du matériau à la sortie du laminoir. Il a en effet été démontré que pour des échantillons fortement écrouis, l'observation du TWSME était presque impossible lors d'un cyclage. Le fort taux d'écrouissage empêche en effet la formation de la sous-structure de dislocations responsable de l'orientation de la martensite. Au contraire, pour des spécimens présentant une densité de dislocation réduite, la sous-structure est facilement formée et le TWSME est observable (Demers et al., 2009b).

#### 1.4 Déformation à froid plus traitement thermique de l'alliage Ti-Ni

Les propriétés des alliages à mémoires de forme Ti-Ni dépendent fortement de la microstructure et donc du traitement thermomécanique subi par le matériau. En particulier, l'obtention d'une structure nanocristalline à partir d'un échantillon partiellement amorphisé permet d'augmenter considérablement les propriétés mécaniques et fonctionnelles de l'alliage (Brailovski et al., 2006). Plusieurs méthodes permettent l'obtention d'une structure nanocristalline au sein d'un alliage Ti-Ni. Le Tableau 1.1 résume les différentes techniques permettant l'obtention d'une telle structure.

Tableau 1.1 Classement de différentes méthodes permettant l'obtention de la structure nanocristalline  
Tiré de Demers (2009)

	Classes de procédés	Principales méthodes
(a)	Déformation plastique sévère suivie d'une nanocristallisation contrôlée à partir de l'état amorphe	Déformation par torsion à haute pression (HPT) Extrusion dans les canaux déviés (ECAP) Extrusion hydrostatique (HE) Compression et forgeage uniaxe répétitif (CCDC) Laminage à froid répétitif (CR) Déformation sous presse cannelée (CGP) Ondulation répétitive (RCS) Flexion cyclique en continu Grenaillage
(b)	Technologie de couches minces	Déposition en phase gazeuse : i) Métallisation sous vide par pulvérisation cathodique ii) Formage par pulvérisation Électrodéposition
(c)	Solidification rapide ( $t \sim 10^6$ °C/sec.)	Production de ruban sur roue tournante Production de poudre par atomisation ou électroérosion

Ces techniques sont classées en trois catégories qui sont la déformation plastique sévère plus cristallisation à partir de l'état amorphe, les techniques de déposition de couches minces et la solidification rapide. Les techniques les plus utilisées pour les alliages Ti-Ni sont l'extrusion dans les canaux déviés, la torsion haute pression et le laminage à froid multipasse. Dans le cadre de ce projet, le laminage à froid sera présenté plus en détail afin de bien comprendre les mécanismes menant à l'obtention d'une structure nanocristalline.

Le laminage est un procédé de mise en forme pouvant avoir lieu à froid, à chaud ou à tiède. Il concerne les produits longs ou plats. De façon générale, il s'agit de faire passer une pièce métallique entre deux rouleaux tournants en sens inverse de façon à ce que le matériau subisse une déformation plastique et que son épaisseur soit réduite. La Figure 1.6 représente schématiquement une passe de laminage.

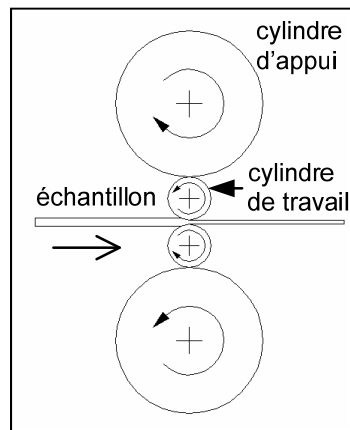


Figure 1.6 Représentation schématique du procédé de laminage

Cette figure montre la diminution d'épaisseur que subit le matériau. Il apparaît également que pour des raisons de conservation du débit de matière, le matériau subit une elongation et une augmentation de la largeur. Généralement, les dimensions désirées ne peuvent pas être atteintes en une seule passe et le produit doit être laminé plusieurs fois avant d'atteindre sa forme finale.

### 1.4.1 Taux de déformation

Parmi les paramètres de laminage importants, on citera en premier lieu le taux de déformation. Celui-ci définit en effet les mécanismes se produisant au sein de la microstructure lors de la déformation et influe donc grandement les propriétés du matériau laminé. On parle généralement de déformation logarithmique :

$$e = \ln \frac{h_1}{h_2} \quad (1.2)$$

avec  $e$ , la déformation logarithmique et  $h_1$  et  $h_2$ , l'épaisseur de l'échantillon avant et après laminage (Figure 1.6). Dans le cas de l'alliage à mémoire de forme Ti-Ni, un laminage sévère permet l'obtention d'une structure partiellement amorphe. D'après Ewert et al. (Ewert et al., 1997), la fraction volumique du matériau amorphe augmente linéairement avec l'augmentation du taux de travail à froid. Pour ce type de matériau, le taux de laminage maximum sans rupture est de  $e = 2$  (Demers, 2009).

### 1.4.2 Température de traitement thermique

Le laminage à froid est suivi d'un traitement thermique post déformation (PDA). Ce recuit permet la polygonisation ou la nanocrystallisation de l'alliage, dépendamment du taux de travail à froid précédent. Dans le cas de taux de déformation ne dépassant pas  $e = 1$ , le PDA permet un réarrangement des dislocations et l'obtention d'un matériau dit « polygonisé ». Ce phénomène est illustré en Figure 1.7.



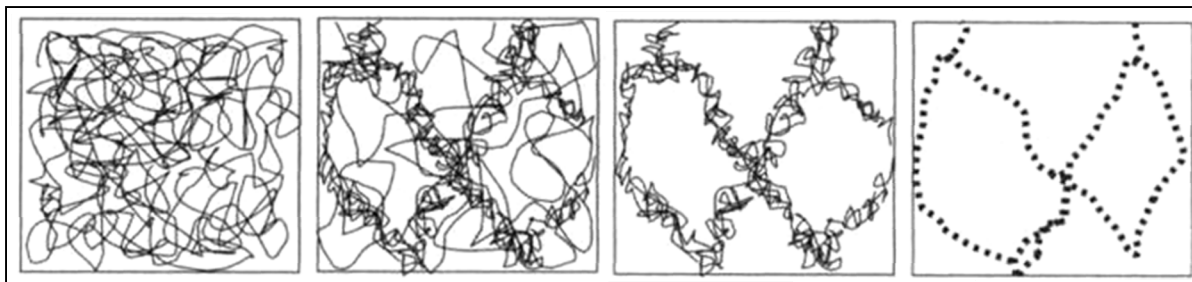


Figure 1.7 Illustration de la formation d'une structure polygonisée par réarrangement des dislocations  
Tirée de Verlinden (2007)

Le matériau sortant du laminoir après une déformation à froid est fortement écroui. Il présente donc une forte densité de dislocation. Sur la Figure 1.7, cet état est représenté schématiquement à gauche ou les lignes enchevêtrées représentent les dislocations désordonnées. Lors du recuit, l'énergie apportée sous forme thermique permet un déplacement et un réarrangement des dislocations comme illustré en Figure 1.7 à droite.

Dans le cas d'échantillon laminé sévèrement et donc partiellement amorphe, le PDA permet la formation de grains nanométrique au sein d'une matrice partiellement amorphe. L'influence de la température de traitement thermique sur la microstructure est illustrée par la Figure 1.8.

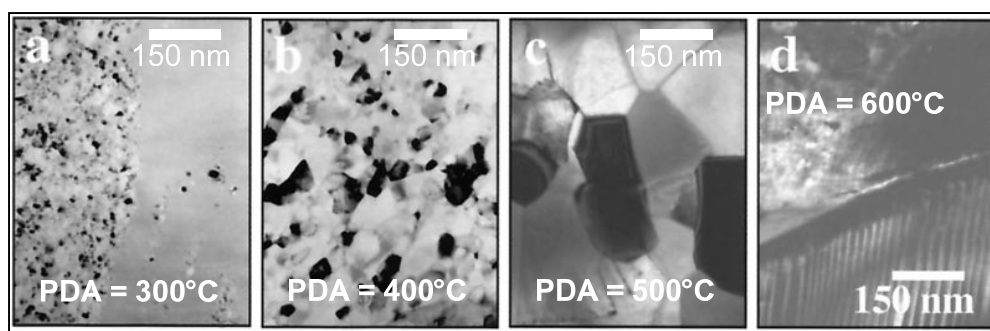


Figure 1.8 Microstructure d'un alliage Ti-50.2 at%Ni initialement mixte (amorphe - nanocristalline) déformée par laminage à froid ( $e=1.2$ ) en fonction de la température de traitement thermique (a) 300°C, (b) 400°C, (c) 500°C et (d) 600°C pendant 1h  
Tirée de Nakayama, Tsuchiya et Umemoto (2001)

Pour des températures de recuit faibles, la quantité d'énergie apportée au matériau n'est pas assez importante pour provoquer la croissance des grains. La structure obtenue est donc très fine et reste généralement partiellement amorphe (Figure 1.8, a). En augmentant la température de recuit, la cristallisation du matériau est favorisée et les tailles de grains observées sont de plus en plus grandes (Figure 1.8, b,c,d). Il apparaît donc que l'augmentation de la température de traitement thermique entraîne une augmentation de la taille de grain et influe donc fortement les propriétés de l'alliage.

### 1.4.3 Influence de l'état de phase lors de la déformation

Dans le cas de la mise en forme à froid des alliages à mémoire de forme Ti-Ni à l'état martensitique (température de déformation inférieure à  $M_f$ ), la déformation sévère permet l'obtention d'une structure partiellement amorphe. Après traitement thermique post-déformation, cette structure cristallise pour devenir nanométrique, ce qui confère au matériau de très bonnes propriétés fonctionnelles. Pour une certaine composition d'alliage, les températures de transformation sont modifiées et le matériau se retrouve à l'état austénitique lors de sa mise en forme. J.C Ewert et al. ont étudié l'influence de l'état de phase lors de la déformation sur la structure obtenue pour deux alliages à mémoire de forme Ti-Ni. La Figure 1.9 présente la fraction de matière amorphe pour les deux alliages et différentes déformations réelles faites à température ambiante. L'échantillon désigné par NiTi-I est un alliage équiatomique présentant un état martensitique à la température ambiante. L'alliage TiNi-II est composé de 49,2% de Ti et est austénitique à 20°C. Pour une déformation d'environ  $\epsilon=1.2$ , la fraction de matériau amorphe s'élève à plus de 20% pour l'alliage déformé à l'état martensitique (NiTi-I) et chute à 13% dans le cas de la déformation à l'état austénitique (NiTi-II), soit une baisse de 35% de l'amorphisation.

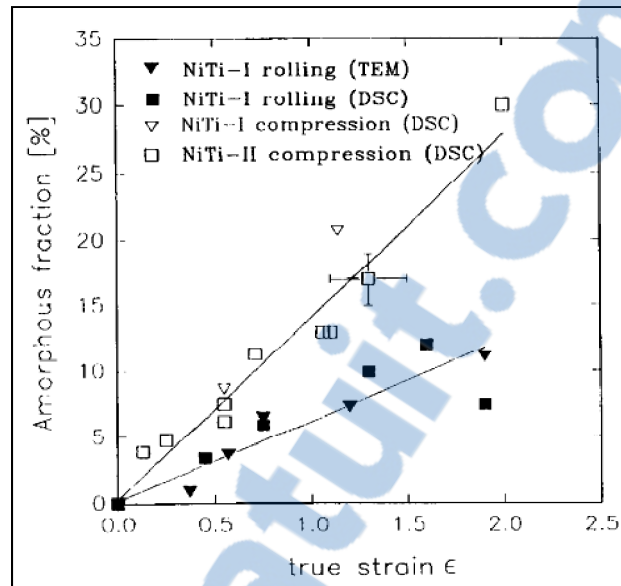


Figure 1.9 Volume de matériau amorphe en fonction de la déformation réelle en laminage et en compression pour les deux types de matériaux. Déformation à température ambiante Tirée de Ewert et al. (1997)

La Figure 1.10 présente la fraction volumique de matériau amorphe après une déformation réelle de  $e=1$  en compression pour les deux matériaux et différentes températures de déformation. La Figure 1.10 montre que l'élévation de la température diminue fortement la fraction de matériau amorphe obtenue après mise en forme. En particulier, les auteurs ont noté une suppression de l'amorphisation à partir de  $180^{\circ}\text{C}$  pour NiTi-II et  $250^{\circ}\text{C}$  pour NiTi-I.

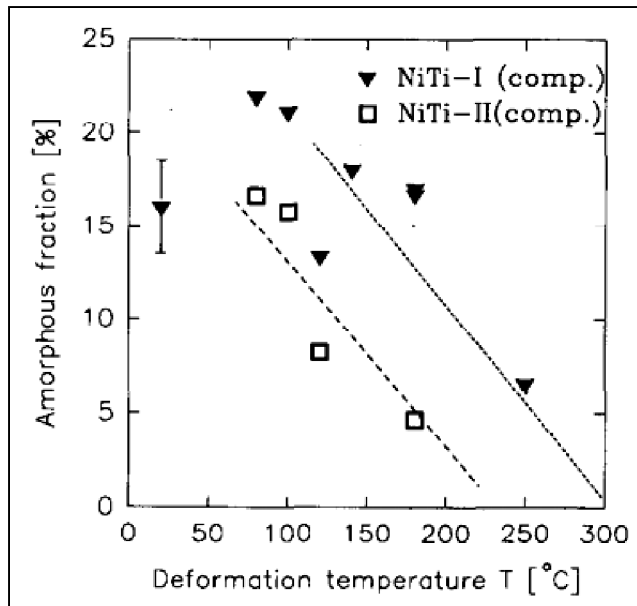


Figure 1.10 Fraction volumique de matériau amorphe en fonction de la température de mise en forme après une déformation réelle de  $e=1$  en compression  
Tirée de Ewert et al. (1997)

Dans le même ordre d'idée, Prokoshkin S. et al. (Prokoshkin et al., 2005) ont étudié la structure obtenue après torsion à haute pression de quatre alliages Ti-Ni de compositions différentes présentant des états de phases différents à température de la pièce. Il a été montré que le taux d'amorphisation dépend des positions relatives de la température de déformation  $T_{def}$  et de la température de fin de déformation martensitique  $M_f$ . Si  $T_{def}$  est inférieure à  $M_f$ , l'amorphisation est favorisée. Plus  $M_f$  diminue, plus la fraction de matériau amorphe après mise en forme diminue. D'après les mêmes auteurs, la grande concentration de joints de grains couplée à de nombreux défauts dans le réseau cristallographique serait à l'origine de l'amorphisation plus facile de la martensite par comparaison avec l'austénite.

#### 1.4.4 Structure de l'alliage après déformation à froid

La Figure 1.11 représente la taille de grain en fonction du taux et de la température de déformation ainsi que de la méthode de mise en forme. Cette figure montre premièrement que le laminage à froid permet l'obtention d'un matériau amorphe à partir d'une déformation logarithmique de  $e=1$ . Ensuite, comme dit précédemment, il apparaît que le début de

l'amorphisation se situe à des taux de déformation plus grands pour des températures de déformation supérieures à l'ambiante. Il est donc raisonnable de penser que le laminage à tiède produira des échantillons présentant un taux d'amorphisation diminué par rapport au laminage à froid.

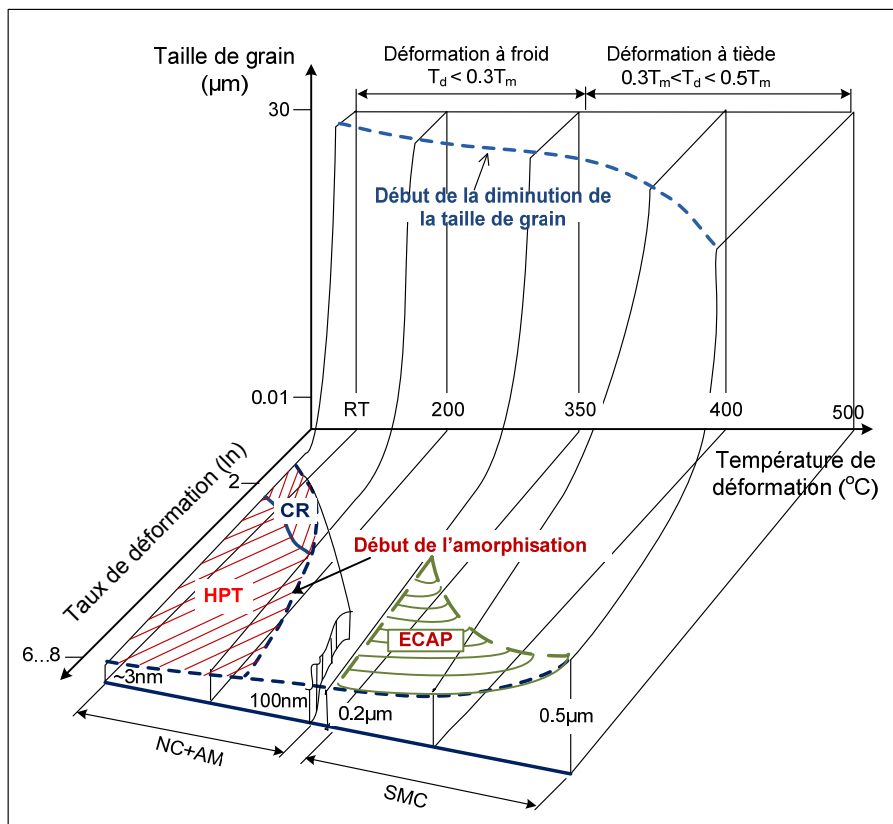


Figure 1.11 Taille de grain en fonction du taux de déformation et de la température de déformation pour un alliage à mémoire de forme Ti-Ni  
Adaptée de Brailovski et al. (2010)

L'effet du traitement thermique post-déformation dépend du taux de travail à froid préalablement subi par le matériau comme montré en Figure 1.12. Ainsi, la structure finale du matériau est déterminée par une combinaison de laminage à froid plus traitement thermique. La Figure 1.12 présente l'évolution de la taille de grain d'un métal en fonction du taux de travail à froid et de la température de recuit. Il apparaît que les tailles de grains minimums sont obtenues pour d'importants taux de déformation et de basses températures de recuit.



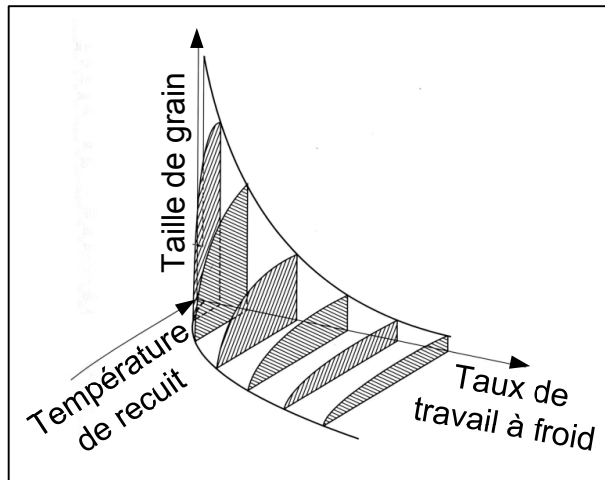


Figure 1.12 Taille de grain en fonction de la température de recuit et du taux de travail à froid  
Adaptée de Schey (2000))

Comme dit précédemment, l'alliage est laminé dans le but d'obtenir une structure nanocristalline. L'obtention de cette structure se donc fait en deux étapes. Premièrement, le laminage sévère,  $e > 1$ , permet l'obtention d'une structure partiellement amorphe. Un recuit post-déformation donne ensuite naissance à une structure nanocristalline stable et homogène. La Figure 1.13 permet de voir l'impact qu'ont ces deux paramètres sur la structure finale de l'échantillon. La structure nanocristalline est obtenue pour des déformations plastiques importantes ( $e = 1$ ) suivies d'un traitement thermique compris entre 300 et 400 °C. Pour des taux de laminage moins importants, la structure obtenue est composée de sous-grains, le matériau obtenu est dit polygonisé. Pour des températures de recuit plus élevées, la taille de grain devient trop importante. Il n'est alors plus question de structure nanocristalline, mais de structure submicrocristalline, avec des tailles de grains avoisinant le micromètre.

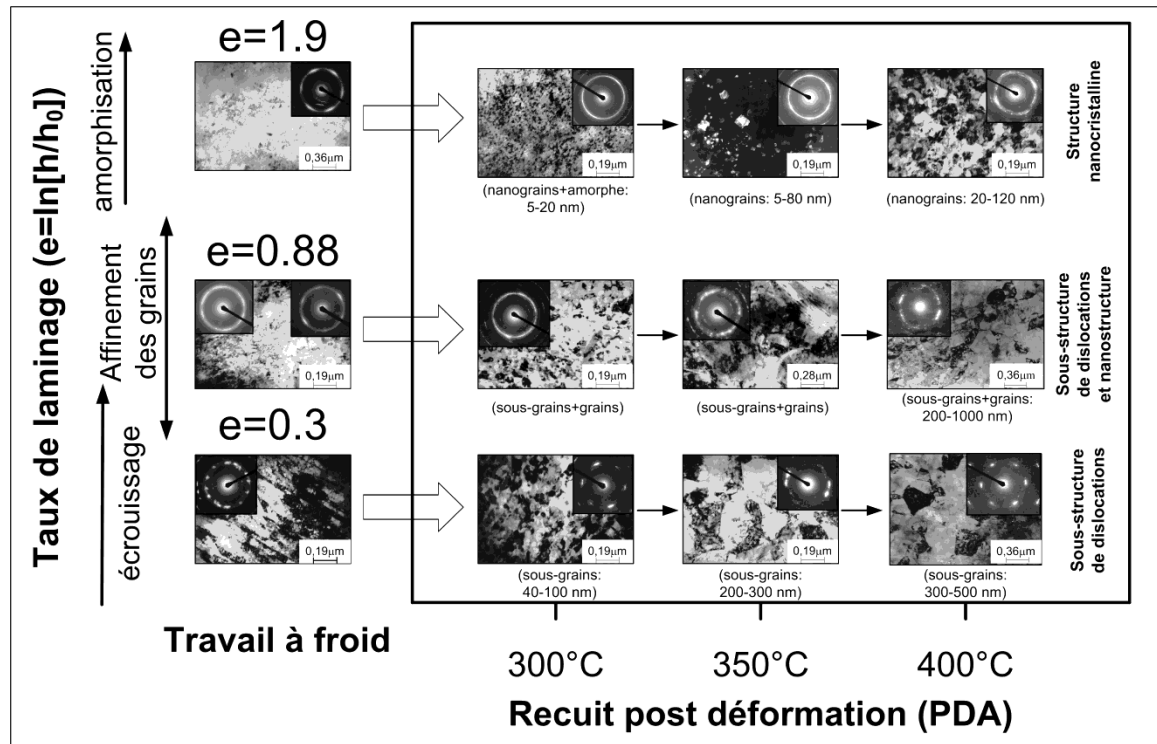


Figure 1.13 Microstructures et diffractogrammes de l'alliage Ti-Ni mis en forme par laminage à froid puis traité thermiquement  
Tirée de Demers (2009)

#### 1.4.5 Influence des paramètres de mise en forme sur les propriétés fonctionnelles

Les paramètres de mise en forme des alliages à mémoire de forme influencent de façon importante leurs propriétés fonctionnelles. Dans cette section, l'effet de ces paramètres sur la contrainte générée, la déformation récupérable ainsi que le comportement en fatigue sera présenté.

La Figure 1.14 présente l'évolution de la contrainte générée ainsi que de la déformation récupérable pour différents traitements thermomécaniques. Au niveau de la déformation récupérable, une certaine température de traitement thermique semble faire apparaître un maximum, cette température se situant entre 300°C et 400°C. Plus précisément, cette propriété trouve son maximum pour un taux de laminage de  $e = 1.9$  suivi d'un PDA à 400°C pendant une heure. Considérant la contrainte générée, l'augmentation du taux de laminage

engendre l'augmentation de la contrainte mesurée. De même que précédemment, un PDA à 400°C pendant une heure semble constituer le traitement thermique optimal pour l'obtention de bonnes propriétés fonctionnelles.

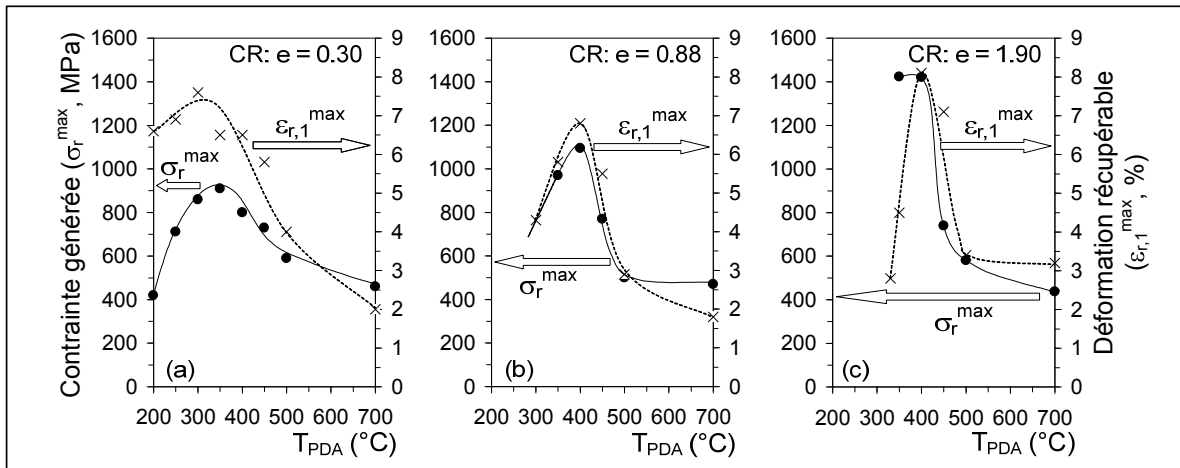


Figure 1.14 Contrainte générée et déformation récupérable pour différents traitements thermomécaniques, Ti-50.0 at % Ni  
Tirée de Brailovski et al. (2006)

Les paramètres de mise en forme influent également sur le comportement en fatigue du matériau. La Figure 1.15 présente les résultats de cyclage en fatigue d'un alliage Ti-50.26at%Ni par la méthode de déformation récupérable libre (effet mémoire de forme présenté en 1.3.1). L'augmentation du taux de laminage entraîne une forte augmentation de la déformation récupérable au prix d'une durée de vie réduite. Les forts taux de laminage et donc la structure nanocristalline de l'alliage semblent également améliorer la stabilité des propriétés.



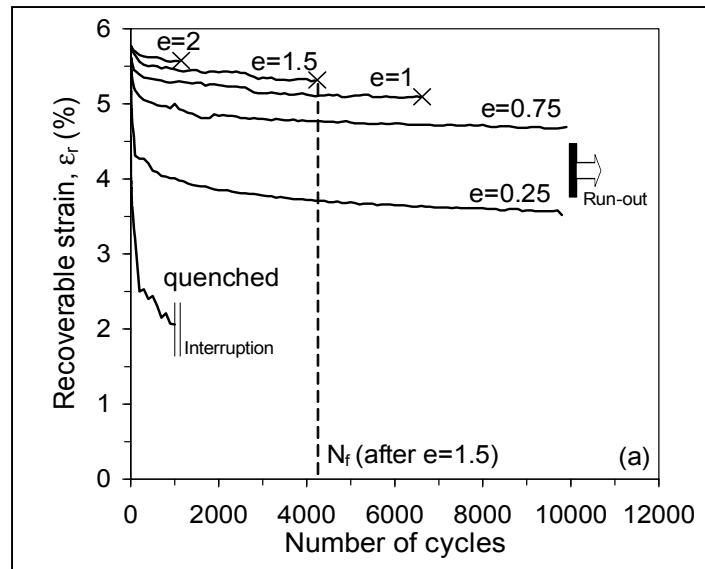


Figure 1.15 Résultats d'essais de fatigue en déformation récupérable pour l'alliage Ti-50.26at%Ni, à l'état trempé et laminé ( $e=0.25 - 2$ ) et PDA 400°C, 1h  
Tirée de Demers (2009)

Au niveau de la contrainte générée, le même type de comportement est observable en Figure 1.16. La contrainte générée est représentée en fonction du nombre de cycle pour plusieurs taux de déformation et plusieurs températures de chauffage. Cette température est celle utilisée pour engendrer la transformation de phase provoquant la génération de contrainte. Il apparaît que de plus hautes températures entraînent une transformation plus complètes et donc une contrainte générée plus élevée. Également, l'augmentation du taux de laminage entraîne une augmentation de la contrainte générée mais une diminution du nombre de cycles à la rupture.

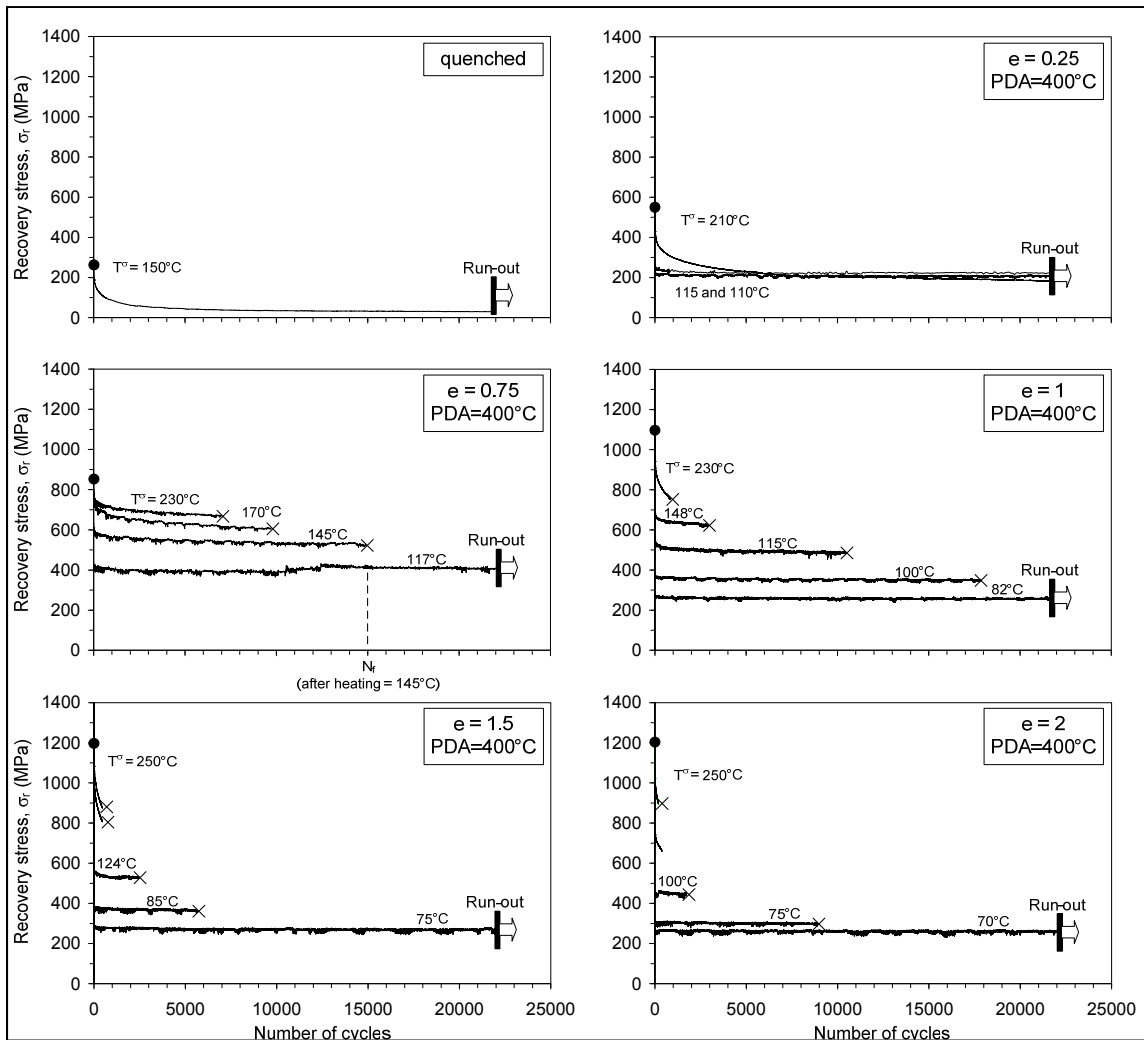


Figure 1.16 Contrainte générée en fonction du nombre de cycles pour un alliage Ti-50.26at%Ni, à l'état trempé et laminé ( $e=0.25 - 2$ ) et PDA 400°C, 1h  
Tirée de Demers et al. (2009b)

Cette diminution significative de la durée de vie en fatigue peut être attribuable à l'endommagement des échantillons produits par laminage sévère. La Figure 1.17 montre l'influence du taux de laminage et de la force de tension appliquée sur le fil lors de la mise en forme sur l'état d'endommagement du matériau. L'augmentation de ces deux paramètres a pour effet d'augmenter la densité de défaut à la surface des échantillons, ce qui peut expliquer la diminution de la vie en fatigue d'un tel matériau.

Également, la structure nanocristalline diminue la ténacité du nickel pur ce qui autorise une grande vitesse de propagation des fissures (Kumar, Van Swygenhoven et Suresh, 2003). Si cette observation s'applique aux alliages Ti-Ni, ceci aurait pour effet de diminuer encore la durée de vie du matériau. Une baisse du facteur critique d'intensité de contrainte est également mentionnée par les mêmes auteurs.

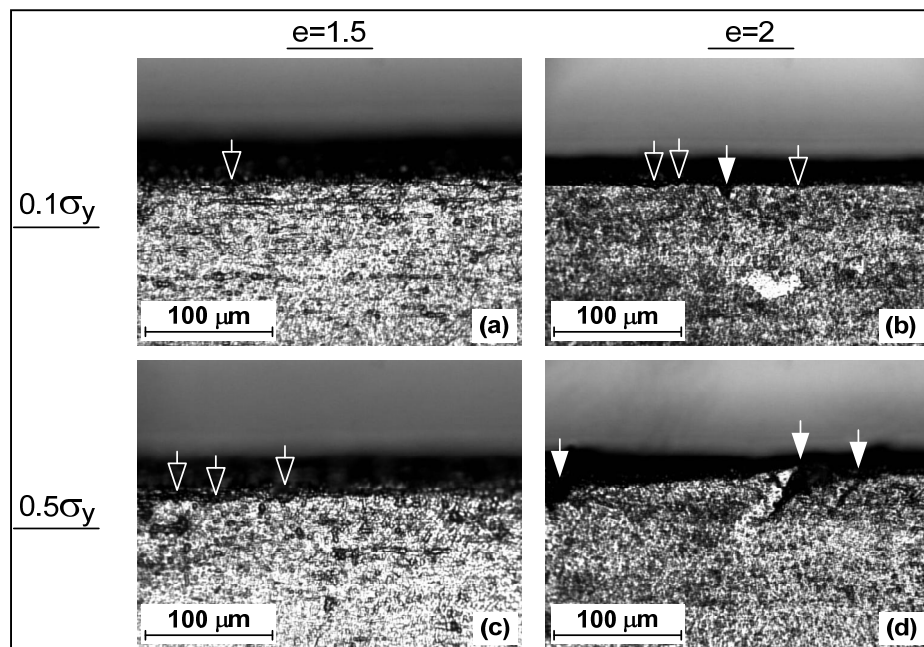


Figure 1.17 Analyse d'endommagement au microscope optique pour un alliage Ti-50.26at%Ni, laminé à  $e=1.5$  et  $e=2$  avec deux niveaux de tension différents ( $\sigma_T = 0.1$  et  $0.5\sigma_y$ )  
Tirée de Demers (2004)

Cette section permet de comprendre que l'obtention d'une structure nanocristalline permet l'amélioration des propriétés fonctionnelles de l'alliage en termes de déformation récupérable et contrainte générée. La méthode de laminage à froid plus traitement thermique trouve cependant ses limites dans l'endommagement des échantillons, réduisant ainsi fortement la durée de vie des échantillons ainsi produits. Dans le cadre de ce projet, le laminage à tiède est proposé comme nouvelle technique de mise en forme permettant l'obtention d'un alliage alliant longue vie en fatigue et excellentes propriétés fonctionnelles.

### 1.5 Mise en forme à tiède des matériaux métalliques

Les traitements thermomécaniques à tiède correspondent à la transition entre la déformation à froid ( $T < 0,3 \cdot T_f$ ) et à chaud ( $T > 0,5 \cdot T_f$ ),  $T_f$  (K) représentant la température de fusion du matériau. À ces températures, on observe une combinaison des mécanismes de déformation à chaud et à froid, respectivement l'écrouissage (création de dislocations) et la restauration (suppression de dislocations). L'utilisation de cette technique présenterait, à priori, plusieurs avantages comme une formabilité plus importante par rapport à la mise en forme à froid et un gain d'énergie thermique par rapport à la mise en forme à chaud. Également, cette technique permet d'obtenir une bonne formabilité tout en conservant un taux d'écrouissage relativement élevé. Au-delà de ces phénomènes s'appliquant à tous les métaux, certains comportements sont propres aux alliages à mémoire de forme. Dans la section suivante, les mécanismes mis en jeu lors de la déformation sévère du matériau à l'état austénitique seront présentés. Également, les structures obtenues après mise en forme seront décrites.

Les résultats présentés précédemment montrent que la déformation à tiède de l'alliage Ti-50.26at.%Ni devrait déboucher sur une amorphisation réduite par rapport au laminage à froid. En effet, avec sa température de fin de transformation aux alentours de 50°C, le laminage à tiède va résulter en une déformation de l'austénite avec les conséquences présentées précédemment. Cela devrait également entraîner, après recuit post-déformation, la formation d'une nanostructure moins développée et donc des propriétés fonctionnelles moins intéressantes. Toutefois, cette baisse des propriétés fonctionnelles pourrait être compensée par deux choses soit a) la texture de l'alliage et b) la diminution de l'endommagement mécanique des échantillons produits. La combinaison de ces deux phénomènes devrait résulter en une augmentation générale de la durée de vie en fatigue.

### 1.5.1 Texture de l'alliage laminé

Un autre aspect important du laminage à tiède concerne la texture du produit obtenu. La technique de laminage à tiède est utilisée sur plusieurs types de matériau pour développer une anisotropie prononcée au niveau des propriétés mécaniques. La texture d'un acier bas carbone laminé à tiède a été étudiée par (Hao et al., 2006) et il ressort que cette méthode permet bien une texturation du métal. Également, Ray et Haldar (Ray et Haldar, 2002) ont laminé à tiède des aciers très bas carbone et «IF». Il est ressorti que l'acier très bas carbone, qui ne présente généralement pas de texture prononcée après laminage a été rendu fortement anisotrope par le laminage à tiède. Cette anisotropie est cependant diminuée par le recuit. Au contraire, l'acier IF acquiert une forte texture pendant le laminage qui est encore accentuée par le recuit. Dans le cas des alliages de titane, cette technique est également utilisée pour développer une forte anisotropie au sein de matériau (Sander et Raabe, 2008).

Au niveau des alliages à mémoire de forme, H.Li et al. (Li et al., 2008) ont utilisé la technique de laminage à tiède pour développer la texture d'un alliage à mémoire de forme Fe-28Mn-6Si-5Cr avec succès. L'impact du développement de cette texture sur l'effet mémoire de forme n'a cependant pas été vérifié.

Ces quelques exemples montrent que la technique de laminage à tiède est utilisée pour le développement de textures au sein de divers matériaux métalliques. La prochaine étape sera de définir l'effet que peut avoir la texture sur les propriétés fonctionnelles d'un alliage à mémoire de forme.

### 1.5.2 Lien entre la texture et les propriétés fonctionnelles des alliages à mémoire de forme

D'après Shu Y. C. et Bhattacharya K., (Shu et Bhattacharya, 1998), la texture joue un rôle primordial dans les propriétés fonctionnelles d'un alliage à mémoire de forme. Il a été montré que le laminage à froid plus traitement thermique entraînait la formation d'une anisotropie au sein de l'alliage Ti-Ni, les propriétés en mémoire de forme étant meilleures dans la direction

de laminage. Cette texture serait grandement favorable à la mémoire de forme dans le cas des alliages à base de titane, contrairement au Cu-Zn-Al. D'après D.Homma (Homma, Uemura et Nakazawa, 2008), la texture d'un alliage à mémoire de forme Ti-Ni-Cu permet l'observation d'un important effet mémoire de forme double sens, cette texture favorisant l'orientation spontanée de la martensite.

### **1.5.3 Diminution de l'endommagement des alliages à mémoire de forme**

Il est connu que l'apport d'énergie thermique lors de la mise en forme des matériaux métalliques facilite le mouvement des dislocations et donc, facilite leur déformation. Dans le cadre de ce projet, l'augmentation de la température lors du laminage à pour but d'augmenter la ductilité de l'alliage et donc, pour des déformations sévères, de diminuer l'endommagement.

## **1.6 Problématique et objectifs du projet**

Plusieurs points clés de cette revue de littérature peuvent être identifiés. Premièrement, il apparaît que les traitements thermomécaniques influencent de façon considérable les propriétés fonctionnelles des alliages à mémoire de forme Ti-Ni. Dans ce sens, il a été démontré que la méthode de laminage à froid sévère plus traitement thermique permettait l'obtention d'une structure nanocristalline conférant au matériau des propriétés exceptionnelles, tant en génération de contrainte qu'en mémoire de forme (Brailovski et al., 2006). Il est également accepté que cette structure nanocristalline favorise grandement la stabilité des propriétés, principalement grâce au fort taux d'écrouissage du matériau.

Le point faible de cette méthode de production réside dans la tenue en fatigue des échantillons (Demers et al., 2009b). À cause du nombre de joints de grains triples élevé et de l'endommagement des échantillons lors du laminage sévère, le nombre de cycles à la rupture devient très limité. Afin de réduire l'endommagement subi par le matériau lors de la mise en forme, le laminage à tiède est proposé. L'élévation de la température lors de la mise en forme permet au matériau d'avoir une ductilité plus élevée et donc, de réduire la densité de défauts.

Contrairement au laminage à chaud, la déformation à tiède permet de conserver le phénomène d'amorphisation nécessaire à l'obtention de la structure nanocristalline. De plus, cette méthode de mise en forme pourrait potentiellement améliorer les propriétés fonctionnelles de l'alliage par la création d'une forte texture de laminage.

Les objectifs de ce projet peuvent se diviser en deux parties distinctes :

-Il s'agit tout d'abord de développer la technologie de laminage à tiède. La méthode de mise en forme devra être facile à mettre en œuvre et répétable.

-Ensuite, les échantillons ainsi produits seront systématiquement caractérisés au niveau de leurs propriétés mécaniques, thermiques (essais de traction et DSC) et propriétés fonctionnelles (mémoire de forme et génération de contrainte). L'analyse des résultats de caractérisation permettra de confirmer ou d'affirmer les hypothèses formulées précédemment.





## CHAPITRE 2

### MÉTHODOLOGIE, TECHNIQUE DE FABRICATION ET CHOIX DES MÉTHODES DE CARACTÉRISATION

#### 2.1 Choix du matériau

Ce projet porte sur le laminage à tiède de l'alliage à mémoire de forme Ti-50.26at.%Ni. Le choix du matériau est justifié par ses excellentes propriétés fonctionnelles en comparaison aux autres alliages à mémoire de forme communément utilisés. Le Tableau 2.1 fait une comparaison des propriétés de quelques familles d'AMF. Les alliages Ti-Ni se distinguent des autres par leur grande contrainte générée et déformation récupérable. Leur résistance à la fatigue est également supérieure à celle des autres matériaux. L'alliage provenant de SAES Getters est livré sous forme de fil de 1 mm de diamètre et présente un taux de déformation à froid de 30 %. Afin de s'affranchir des effets des étapes de mise en forme précédant la livraison, un recuit d'homogénéisation à 700°C pendant 1 h est réalisé avant d'entreprendre la mise en forme de ce matériau.

Tableau 2.1 Comparaison des propriétés de quelques types d'alliages à mémoire de forme  
Adapté de Demers (2004)

Propriétés		Cu-Zn-Al	Cu-Al-Ni	Ti-Ni
Hystérésis (°C)	$A_f-M_s$	10-25	15-20	20-40
Déformation récupérable maximale (%)	$\epsilon_r^{\max}$	4-6	4-5	6-8
Contrainte critique (MPa)	$\sigma_{cr}^M$	75-80	130	50-150
	$\sigma_{cr}^A$	150-300	150-300	150-600
Résistance mécanique (MPa)	$\sigma_{UTS}$	600-800	500-800	800-1800
Contrainte générée (Mpa)	$\sigma_{gen}$	550-650	300-400	300-1500
Résistance fatigue		↓	↓	↑

## **2.2 Paramètres de mise en forme**

Afin d'identifier les effets du laminage à tiède sur les propriétés du matériau, différents traitements thermomécaniques seront testés. Ceux-ci peuvent être divisés en 3 catégories. Le laminage à froid suivi d'un traitement thermique post-déformation constituera la méthode de référence. La deuxième catégorie consiste en un laminage à tiède partiel ou complet suivi d'un traitement thermique. Enfin, des combinaisons de laminage à froid, à tiède et recuit intermédiaire seront étudiées.

### **2.2.1 Taux de déformation**

Pour tous les procédés de fabrication, la déformation réelle visée est de  $e = 1.2$ . Selon les travaux précédents, ce taux de déformation suivi d'un PDA permet l'obtention d'une structure constituée de nanograins et de sous-grains entraînant d'excellentes propriétés fonctionnelles (Brailovski et al., 2006). Ce taux de déformation permet également d'obtenir des échantillons présentant un taux d'endommagement limité.

### 2.2.2 Température de déformation

Le laminage à froid désigne une mise en forme à la température de la pièce. Les seules sources de chaleur sont les frottements des rouleaux contre le matériau ainsi que de l'énergie de déformation. Lors du laminage à tiède, le fil de Ti-Ni est chauffé jusqu'à l'entrée des rouleaux. Les traitements thermomécaniques à tiède sont généralement définis comme des mises en forme effectuées à des températures comprises entre  $0.25 \cdot T_f$  et  $0.5 \cdot T_f$  ou  $T_f$  (K) représente la température de fusion du matériau considéré (Schey, 2000). Pour un alliage Ti-Ni présentant un point de fusion de  $1250^\circ\text{C}$ , cela correspondrait à des températures comprises entre  $200^\circ\text{C}$  et  $500^\circ\text{C}$ . Afin de définir la température de laminage de façon plus précise, des tests préliminaires ont été effectués. Des échantillons ont été laminés à trois températures différentes ( $20^\circ\text{C}$ ,  $150^\circ\text{C}$  et  $350^\circ\text{C}$ ) avec deux taux de laminage finaux ( $\epsilon=0.7$  et  $\epsilon=1.5$ ). Des essais DSC ont été faits dans le but d'obtenir des informations sur la microstructure du matériau après laminage. Les résultats de ces essais sont présentés en Figure 2.1.

Comme indiqué précédemment, les AMF Ti-Ni passent d'un état martensitique à un état austénitique sous chauffage et inversement au refroidissement. À de plus hautes températures, une recristallisation intervient pour les matériaux partiellement amorphes (cf 1.4.4). Lors d'un essai DSC, la transformation de la martensite en austénite se manifeste par un pic endothermique tandis que la transformation de l'austénite en martensite ainsi que la cristallisation de la phase amorphe se traduisent par deux pics exothermiques.

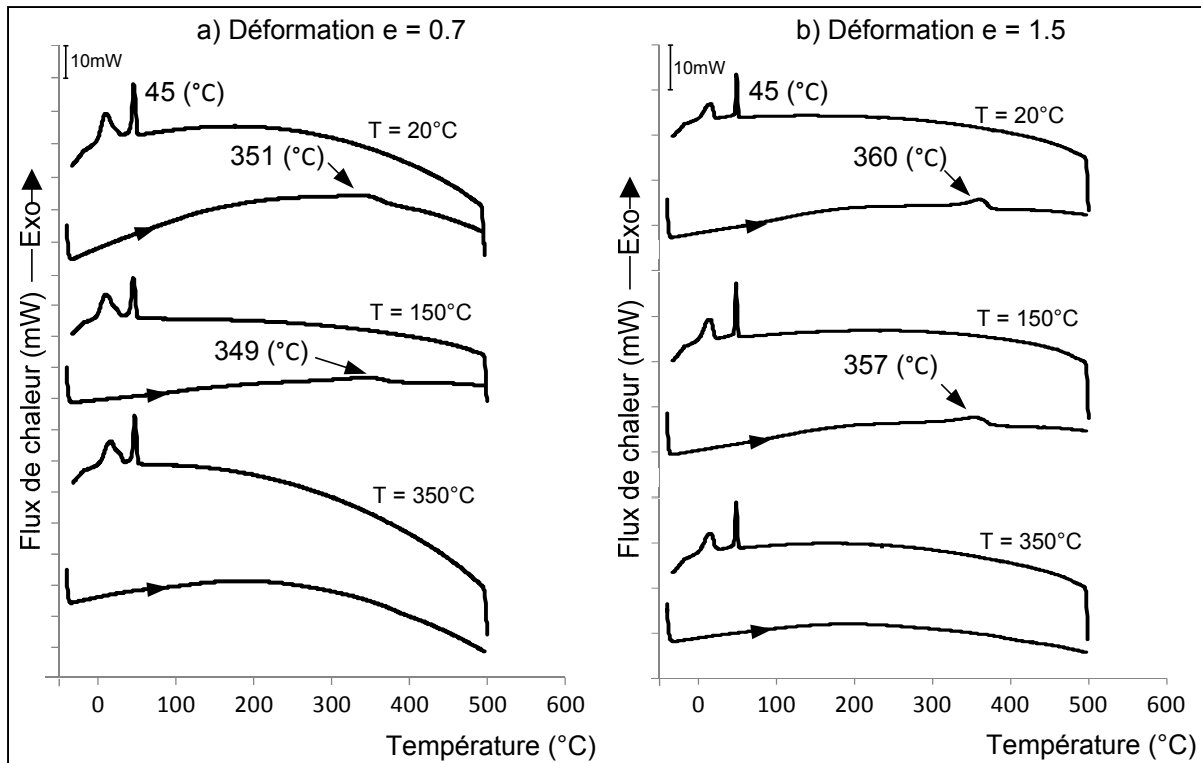


Figure 2.1 Résultats des essais DSC pour les deux taux de déformation et trois températures de laminage. a)  $e=0.7$  et b)  $e=1.5$

Deux types de pics apparaissent sur ces graphes. Le double pic exothermique apparaissant à  $45^\circ\text{C}$  au refroidissement pour chaque échantillon correspond à la transformation de l'austénite en martensite. Le fait qu'au chauffage, aucun pic n'indique la transformation de la martensite en austénite signifie que l'échantillon est trop écroui pour que la transformation s'opère. Le balayage en température de l'essai DSC agissant comme un traitement thermique, permet de débloquer la transformation, d'où l'observation du pic indiquant la transformation directe au refroidissement.

Pour les températures de déformation de  $20^\circ\text{C}$  et  $150^\circ\text{C}$ , le pic exothermique au chauffage à  $350^\circ\text{C}$  indique une recristallisation du matériau à partir de l'état amorphe. Ce pic disparaît pour les échantillons laminés à  $350^\circ\text{C}$ , ce qui indique que pour ces températures, le matériau n'est pas suffisamment amorphisé pour que la recristallisation intervienne. Étant donné que cette recristallisation est nécessaire pour l'obtention d'un matériau nanocristallin, une température de laminage de  $350^\circ\text{C}$  semble trop élevée. La température de laminage de  $150^\circ\text{C}$  sera donc

retenue pour le laminage à tiède dans ce projet. De plus, il a été présenté dans la revue de littérature que des températures de déformation situées trop haut par rapport à la température de transformation empêchaient l'amorphisation du matériau. Considérant ceci, le laminage à 150°C semble réunir toutes les conditions nécessaires à l'obtention d'échantillons présentant un endommagement limité, dotés d'une structure nanocristalline et possiblement d'une forte texture de laminage.

### **2.3 Fabrication des échantillons**

Cette section présente dans un premier temps la technologie développée dans le cadre de ce projet permettant le laminage à tiède. Par la suite, les séquences de passes de laminage et traitements thermiques seront exposées.

### 2.3.1 Technologie de fabrication

Afin d'élever la température du matériau lors du laminage, la méthode de chauffage par effet Joule a été retenue. La Figure 2.2 présente le laminoir utilisé ainsi que le dispositif de chauffage.

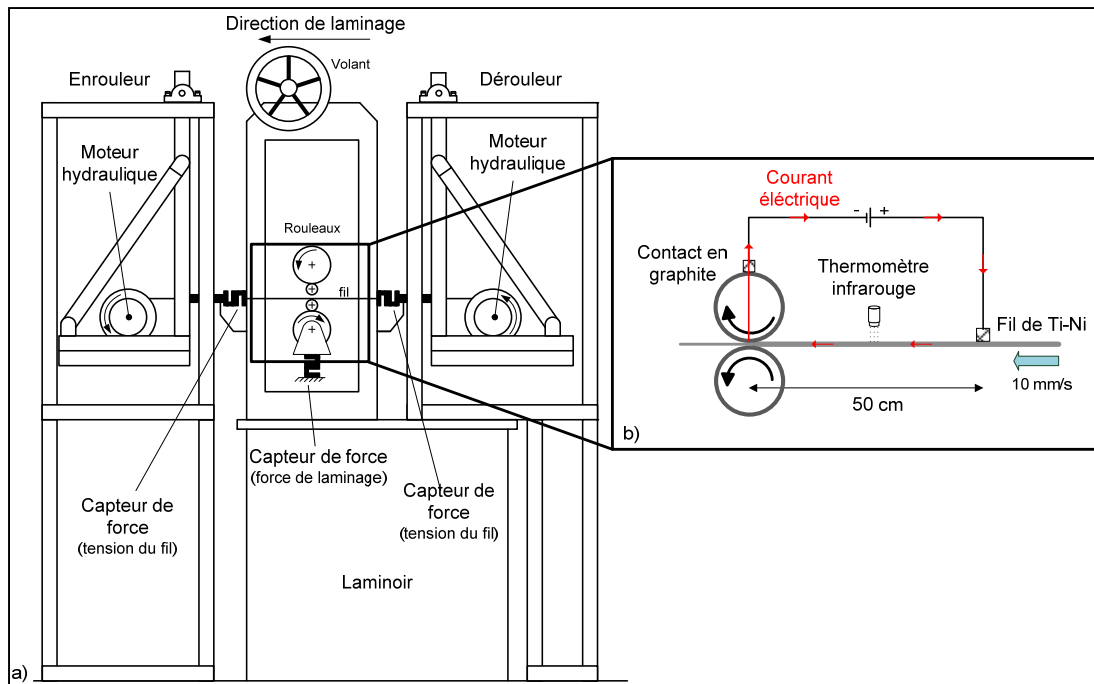


Figure 2.2 a) Représentation schématique du laminoir et  
b) détail du système de chauffage par effet Joule

L'effet Joule se manifeste par l'élévation de la température d'un corps conducteur lorsque celui-ci est traversé par un courant électrique. La puissance dissipée sous forme de chaleur est égale à :

$$P = RI^2 \quad (2.1)$$

Avec  $P$  la puissance en Watts,  $R$  la résistance électrique du corps en Ohms et  $I$  l'intensité du courant électrique en Ampère. La résistivité de l'alliage Ti-Ni étant élevée par rapport aux métaux conventionnels, cette méthode de chauffage devient facile à mettre en œuvre puisque l'application de densités de courant modérées, de l'ordre de  $1A/mm^2$ , permettra d'atteindre

les températures de déformation désirées. Le courant de chauffage est généré par une source de courant de type «DLM 40-15 Series » pouvant débiter jusqu'à 15 A à 40 V. Ce courant passe par le fil ainsi que les rouleaux entre les deux contacts en graphites (cf : Figure 2.2). Cela permet de chauffer le matériau jusque dans la zone de déformation. Afin de s'assurer qu'il n'y a pas de fuite de courant dans la structure du laminoir, la source de courant s'éteint si le courant émis est différent du courant reçu à la borne négative. La température du fil avant laminage est mesurée par une sonde de température Optris CT 20/1 munie d'une lentille à champ proche. Elle permet de mesurer la température d'une cible de 0,6 mm à 10 mm de distance par infrarouge. Le thermomètre suit le fil grâce à un support monté sur glissière. Le dispositif est représenté en Figure 2.3.

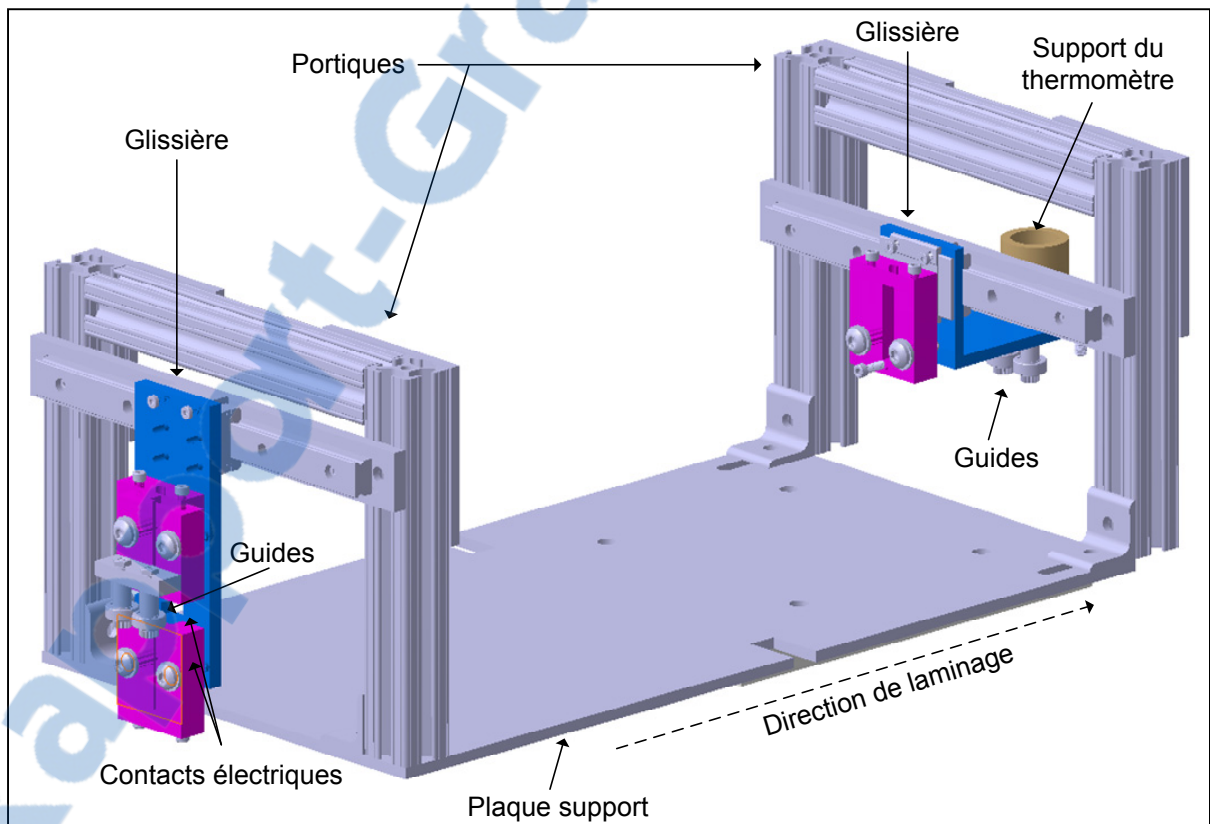


Figure 2.3 Représentation du dispositif permettant de conserver l'alignement entre le capteur infrarouge et le fil

Le fil se déplaçant lors du laminage, celui-ci entraîne le thermomètre grâce aux guides placés sous le support du thermomètre. Avec ce montage, le fil est constamment aligné avec le capteur de température, assurant ainsi une mesure de température fiable et constante.

Les deux moteurs hydrauliques permettent de réguler la tension du fil lors du laminage. Cette tension sera conservée à une valeur représentant 10 % de la limite d'écoulement du matériau, cette valeur représentant les conditions de mise en forme optimales définies par (Demers et al., 2009a). Lors de la production d'échantillons, une interface développée sous l'environnement Labview permet de suivre en temps réel différents paramètres comme la force de laminage, la tension et la température du fil. L'enregistrement de ces paramètres permet de s'assurer des conditions dans lesquelles les échantillons ont été produits.

### 2.3.2 Séquences de laminage

Six différentes séquences de laminage ont été définies afin d'identifier les effets du laminage à tiède et du recuit intermédiaire sur la microstructure et les propriétés des échantillons produits. Ces méthodes de productions sont résumées par la Figure 2.4 et le Tableau 2.2.

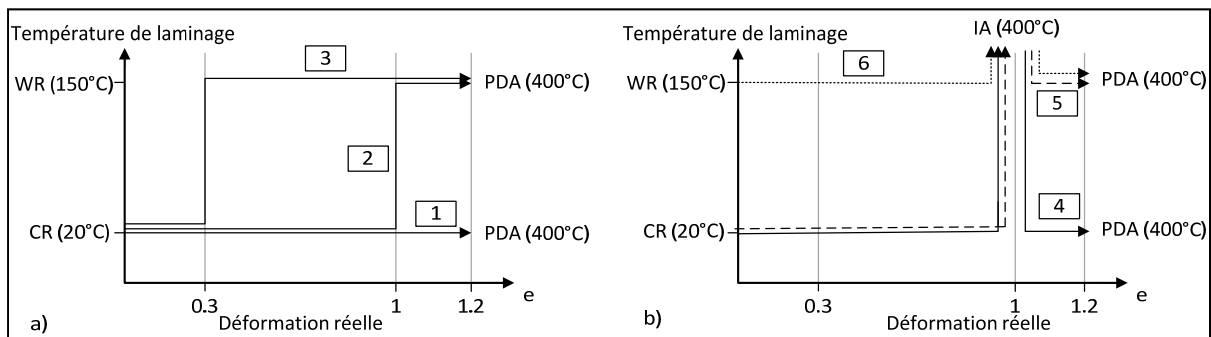


Figure 2.4 Représentation schématique des différentes séquences de laminage  
a) sans recuit intermédiaire et b) avec recuit intermédiaire. WR (Warm Rolling) désigne le laminage à tiède, CR(Cold Rolling) désigne le laminage à froid et PDA (Post Deformation Annealing) désigne le recuit post déformation



Tableau 2.2 Description des six méthodes de productions étudiées

Routes	Identification	Étape 1	Étape 2	Étape 3	Étape 4
1	$e=1.2(\text{CR})$	$e=1.2(\text{CR})$	PDA 400°C	-	-
2	$e=1(\text{CR})+0.2(\text{WR})$	$e=1(\text{CR})$	$e=0.2(\text{WR})$	PDA 400°C	-
3	$e=0.3(\text{CR})+0.9(\text{WR})$	$e=0.3(\text{CR})$	$e=0.9(\text{WR})$	PDA 400°C	-
4	$e=1(\text{CR})+(\text{IA})+e=0.2(\text{CR})$	$e=1(\text{CR})$	IA 400°C	$e=0.2(\text{CR})$	PDA 400°C
5	$e=1(\text{CR})+(\text{IA})+e=0.2(\text{WR})$	$e=1(\text{CR})$	IA 400°C	$e=0.2(\text{WR})$	PDA 400°C
6	$e=1(\text{WR})+(\text{IA})+e=0.2(\text{WR})$	$e=1(\text{WR})$	IA 400°C	$e=0.2(\text{WR})$	PDA 400°C

La première séquence (Route 1) est constituée d'un laminage à froid jusqu'à une déformation réelle de  $e=1.2$  suivie d'un PDA à 400 °C pendant une heure. Ce cas représente la situation de référence et constituera un point de comparaison avec les autres méthodes de production. Les routes 2 et 3 représentent des combinaisons de laminage à froid et à tiède suivi du PDA. L'étude de ces deux méthodes de fabrication permettra d'identifier l'influence de l'étendue de la part de laminage à tiède par rapport au traitement de référence. Ces deux routes sont testées dans l'objectif de réduire l'endommagement des échantillons laminés sévèrement.

Les routes 4, 5 et 6 comprennent un recuit intermédiaire avant la dernière passe de laminage. Ce recuit permet de cristalliser le matériau avant la dernière passe de laminage. La formation d'une texture de laminage lors de cette dernière passe est donc favorisée. À noter que la Route 6 combine le laminage complet à tiède ainsi que le recuit intermédiaire. Ce cas est donc celui où l'endommagement est théoriquement minimisé et la texture maximisée. Il est à noter que les identifications de ces échantillons ne mentionnent pas le traitement thermique post déformation par souci d'allègement du texte. Sauf précision contraire, tous les échantillons caractérisés dans cette étude ont subi un PDA à 400°C pendant une heure après la dernière passe de laminage.

## 2.4 Méthodes de caractérisation thermique et mécanique

### 2.4.1 Calorimétrie différentielle à balayage

L'essai de calorimétrie différentielle à balayage communément appelé DSC pour *Differential Scanning Calorimetry* est une méthode d'analyse thermique. Elle permet de mesurer la différence des flux de chaleur nécessaires pour augmenter la température d'un échantillon et d'une référence. Cette différence est ensuite tracée en fonction de la température. La Figure 2.5 permet de représenter en a) une photographie de l'appareil et b) une vue schématique des fours.

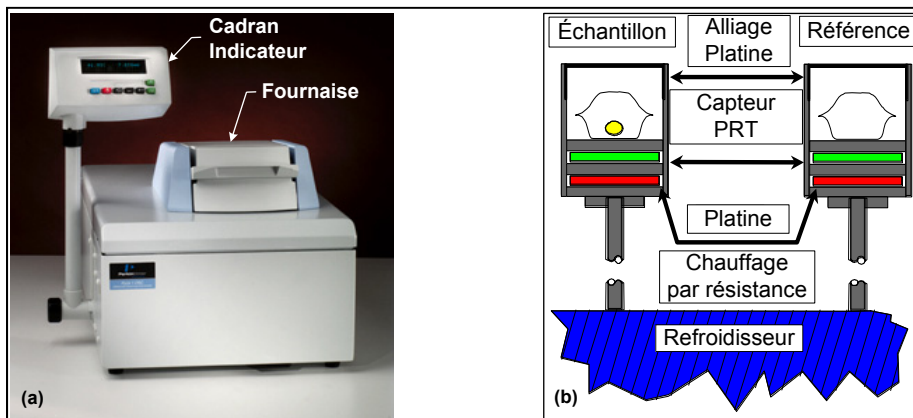


Figure 2.5 Appareil de calorimétrie différentielle à balayage

L'échantillon et la référence sont maintenus à la même température lors du chauffage ou refroidissement. Pendant le balayage en température, la différence des flux de chaleur nécessaire pour maintenir les deux fours à la même température est mesurée. Cette différence reflète la capacité calorifique de l'échantillon ainsi que ses variations d'enthalpie. Lorsqu'une transformation à l'état solide survient, l'enthalpie de l'échantillon change et l'appareil doit fournir plus ou moins de chaleurs au four pour maintenir la référence et l'échantillon à la même température. Cela se traduit par la présence d'un pic sur le graphe représentant le flux de chaleur en fonction de la température.

Dans le cas des alliages à mémoire de forme, l'étude des flux de chaleur permet de mettre en évidence les transformations à l'état solide se produisant dans le matériau comme la

transformation martensitique. En faisant des balayages en température, l'enregistrement des flux de chaleur permet d'identifier les températures de début et de fin de transformation martensitique directe et inverse. Également, ce type d'analyse peut servir à identifier une cristallisation intervenant lors du chauffage d'un échantillon.

La Figure 2.6 représente une courbe typique d'essai DSC lors d'un balayage en température. La méthode des tangentes permet d'évaluer les températures de début et de fin de transformation. Au chauffage, la martensite se transforme en austénite lors d'une réaction endothermique. Cette transformation débute à la température  $A_s$  et termine à  $A_f$ . Au refroidissement, la réaction est exothermique et la formation de martensite à partir de l'austénite débute à  $M_s$  et termine à  $M_f$ .

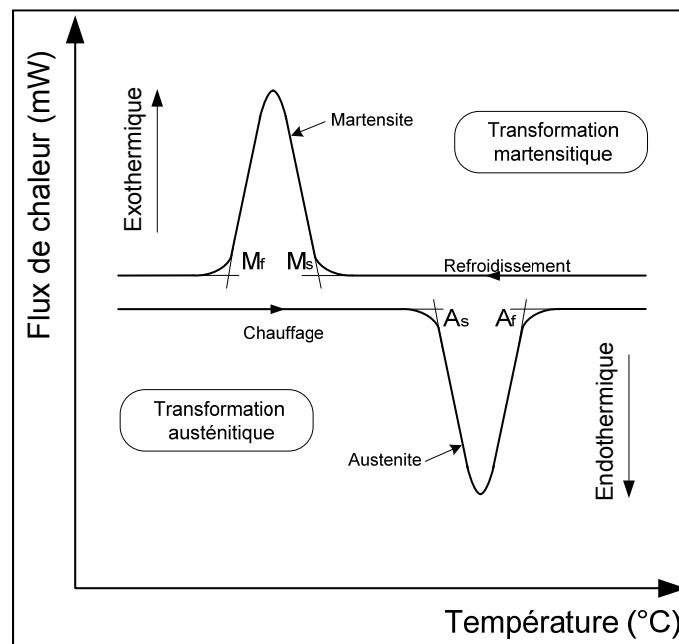


Figure 2.6 Courbe typique d'un essai DSC sur un alliage à mémoire de forme Ti-Ni  
Adapté de Demers (2004)

### **Choix des paramètres expérimentaux**

La plage de température balayée a été choisie pour pouvoir couvrir une large gamme de phénomènes. La température de transformation martensitique se situe aux alentours de 60°C pour l'alliage étudié. Cependant, le balayage en température sera fait de -40°C à 250°C.

La vitesse de variation de température a un effet sur la courbe DSC obtenue. De grandes vitesses de balayage auront tendance à amplifier et décaler les pics tandis que de faibles vitesses permettront d'avoir plus de précision sur les températures de transformation. Pour cette étude, une vitesse de 50°C/min a été choisie afin de bien mettre en évidence chaque variation d'enthalpie des échantillons.

#### **2.4.2 Essais de traction à la rupture**

Cette section présente la méthodologie employée pour réaliser les essais de traction. Le comportement de l'alliage en traction est d'abord présenté ainsi que les différents paramètres à extraire. Ensuite, la méthodologie expérimentale est présentée.

#### **Comportement en traction de l'alliage Ti-50.26at.%Ni à l'état martensitique**

Le comportement en traction des alliages à mémoire de forme est particulier dans le sens où la courbe contrainte-déformation ne présente pas les deux zones de comportement élastique et plastique typiques. Comme le montre la Figure 2.7, la courbe comporte tout d'abord une déformation élastique de la martensite auto accommodante (A-B). Une fois la contrainte suffisamment élevée ( $\sigma_{cr}$ ), les plaquettes de martensite commencent à être orientées selon la direction de la contrainte, ce qui forme le plateau de réorientation (B-C). Lorsque toute la martensite est orientée, celle-ci est déformée élastiquement (C-D) puis plastiquement (D-E) jusqu'à la rupture.

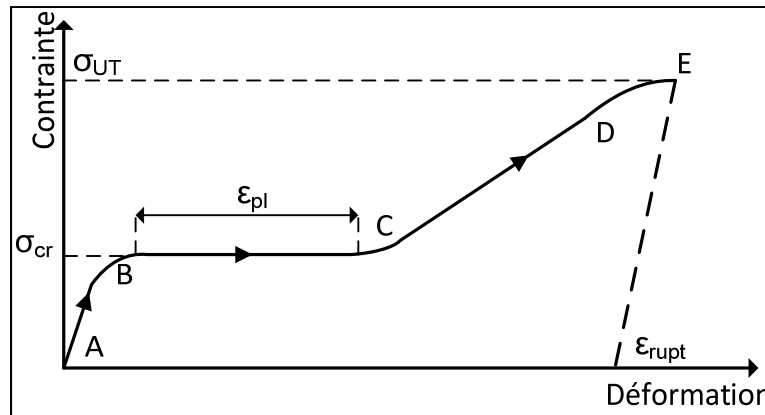


Figure 2.7 Courbe typique représentant un essai de traction à la rupture sur un spécimen d'AMF à l'état martensitique

Dans le cadre de ce projet, des essais de traction seront effectués systématiquement sur les échantillons produits selon les différentes séquences de mise en forme.

### Paramètres importants issus de l'essai de traction

Ces essais de traction permettent d'obtenir directement plusieurs valeurs caractéristiques comme celles illustrées en Figure 2.7. La contrainte critique  $\sigma_{cr}$  de début de réorientation est mesurée au début du plateau. La longueur de ce plateau est désignée par  $\epsilon_{pl}$ . La contrainte ultime  $\sigma_{ut}$  est mesurée au maximum de la courbe de traction, la déformation à la rupture  $\epsilon_{rupt}$  est l'allongement correspondant à cette contrainte maximum et l'énergie de déformation est mesurée comme étant l'aire sous la courbe de traction. Ces quatre paramètres permettent d'obtenir des informations quant à l'état d'écrouissage du matériau.

### Méthodologie

Les essais de tractions à la rupture sont effectués à l'aide d'une machine de traction MTS MiniBionix dotée d'une cellule de charge de 15 kN et pouvant atteindre une course maximum de 114 mm. La déformation de l'échantillon est mesurée grâce à un extensomètre vidéo Messphysik ME46 et la section du matériau est mesurée grâce à une photo prise par microscopie optique (Leica Microsystems) analysée par le logiciel de traitement d'image ImageJ. Les échantillons ont une longueur de 70 mm entre les mors. Tous les essais sont

effectués à température ambiante ce qui correspond à un état martensitique du matériau d'après les essais DSC.

Afin de s'assurer de la répétabilité de l'essai, chaque test est effectué quatre fois, les valeurs extraites de ces courbes résultent de la moyenne des paramètres des essais de traction. Le coefficient de variation (CV) est utilisé pour exprimer la dispersion des mesures et est défini par le rapport de l'écart type sur la moyenne :

$$CV = \frac{1}{X_{mean}} \left( \frac{\sum_{i=1}^n (X_{mean} - X_i)^2}{n - 1} \right)^{\frac{1}{2}} \times 100\% \quad (2.2)$$

Dans ce document, ce coefficient de variation sera systématiquement utilisé pour représenter la dispersion des résultats d'essais.

## 2.5 Méthodes de mesure des propriétés fonctionnelles

### 2.5.1 Mémoire de forme à contrainte nulle

Les essais de mémoire de forme libre permettent de quantifier la déformation maximale récupérable par les échantillons. Lors de cet essai, un échantillon préalablement déformé à l'état martensitique est chauffé à une température supérieure à  $A_f$  à contrainte nulle. Ce type de caractérisation est fait sur une machine de traction Enduratec ELF 3200 (Bose) utilisant le logiciel Wintest pour l'acquisition de données et un microcontrôleur annexe permettant la synchronisation du système de chauffage avec la machine de traction. La température est mesurée grâce à un thermocouple de type K isolé du fil à l'aide d'un ruban en PTFE.

#### Méthodologie

Les échantillons testés sont d'une longueur d'environ 50 mm. Le chargement (Figure 2.8 : 0-A) consiste en un allongement jusqu'à une déformation de 9%. La charge est ensuite relâchée (A-B) jusqu'à atteindre une force proche de 0N. À ce stade, l'échantillon présente une déformation résiduelle  $\varepsilon_i$ . Le chauffage (B-E) est alors déclenché par le microcontrôleur et est arrêté lorsque le spécimen atteint une température de 100°C. À cette température, la transformation martensitique est complète et la déformation récupérable  $\varepsilon_r$  est maximum. Au refroidissement, on observe l'effet mémoire de forme double sens  $\varepsilon_{TW}$  résultant de l'orientation spontanée de la martensite. Toujours en Figure 2.8,  $\varepsilon_p$  représente la déformation plastique non récupérable induite au matériau lors du chargement.

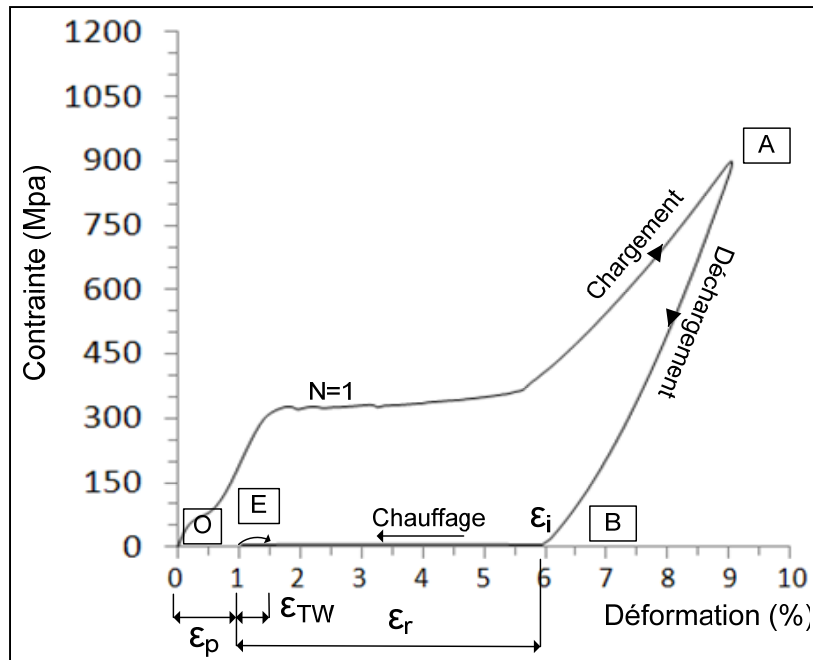


Figure 2.8 Courbe contrainte-déformation typique d'un essai de déformation récupérable libre

Afin de caractériser le comportement du matériau en fatigue, ce cycle est répété jusqu'à la rupture de l'échantillon. La dégradation des propriétés de l'échantillon peut être caractérisée par  $\Delta\varepsilon_r$  :

$$\Delta\varepsilon_r = \frac{(\varepsilon_1 - \varepsilon_{500})}{\varepsilon_1} \quad (2.3)$$

Ou  $\varepsilon_1$  et  $\varepsilon_{500}$  sont les déformations récupérables au premier et 500ème cycle respectivement. La valeur 500 cycles a été déterminée après réalisation des tests et correspond à la durée de vie la plus faible observée pour les essais de fatigue. À partir de cet essai, l'amplitude de l'effet mémoire de forme, sa dégradation au cours des cycles et la durée de vie en fatigue du matériau seront étudiés. L'aspect statistique n'étant pas négligeable pour ce type de tests, chaque échantillon sera testé quatre fois. Les résultats seront présentés sous forme de moyenne et de coefficient de variation CV (2.2). Afin de déterminer si les échantillons ont des comportements statistiquement différents, des tests de Student seront effectués.



### 2.5.2 Génération de contrainte

L'essai de génération de contrainte permet de quantifier la force générée par un échantillon déformé et encastré lors d'un chauffage. Cet essai est fait sur le banc spécialement conçu à cet effet présenté en Figure 2.9.

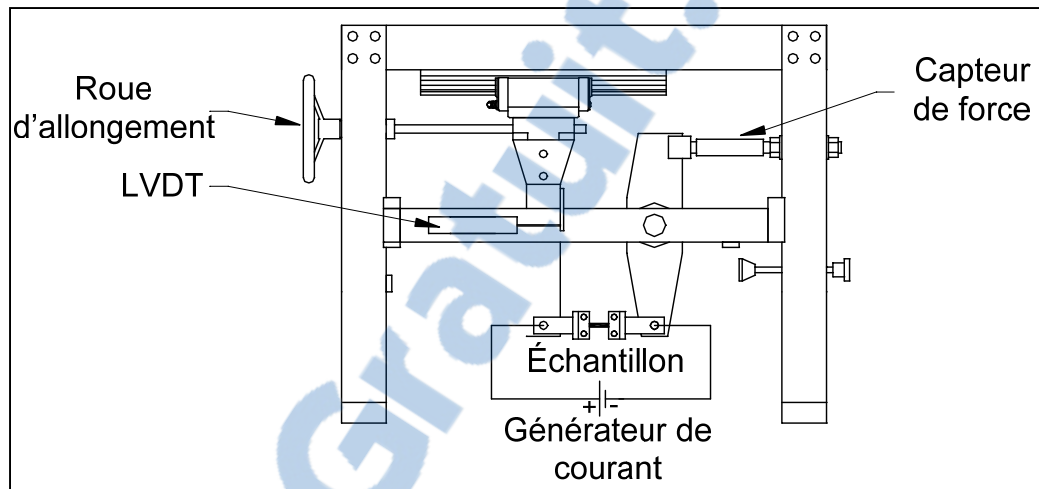


Figure 2.9 Représentation schématique du banc d'essai de génération de contrainte

Le déplacement et la force sont mesurés par un capteur de type LVDT (Transtek) et capteur de force (LC-101-500lbs, Omega) respectivement. La température est mesurée par un thermocouple de type K isolé de l'échantillon par un ruban en PTFE. Le courant permettant le chauffage du fil par effet Joule provient d'un générateur de type GPR-3060D (Instek) permettant de délivrer 6 A à 30 V. Le contrôle du banc est dédié à un programme Labview qui permet le contrôle du chauffage, l'acquisition ainsi que l'enregistrement de la température, de la force et du déplacement.

### Méthodologie

Les essais de génération de contrainte sont faits sur des échantillons d'une longueur effective d'environ 60 mm. Le chargement (Figure 2.10 : O-A) consiste en un allongement jusqu'à une déformation de 9%. La force est ensuite relâchée (A-B). Dans cet état, l'échantillon est cyclé thermiquement entre la température ambiante et 200°C. Cette température est plus élevée que pour l'essai de déformation récupérable à cause de la contrainte présente sur l'échantillon rendant la transformation martensitique plus difficile (voir Figure 1.1). Le spécimen étant encastré, la reprise de forme sous chauffage est impossible ce qui se traduit par une génération de force.

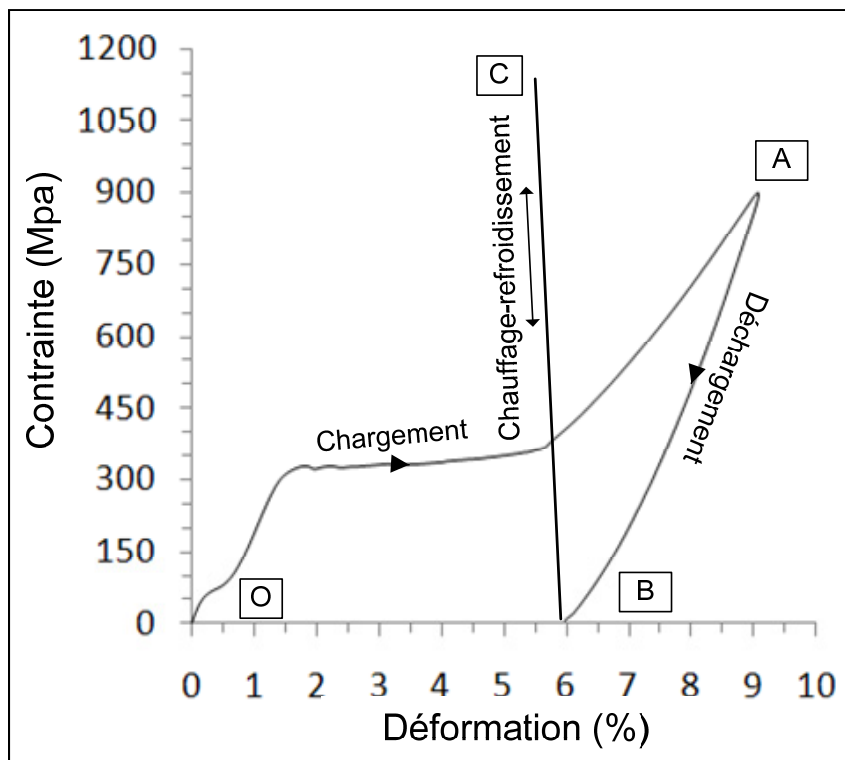


Figure 2.10 Courbe contrainte-déformation typique d'un essai de génération de contrainte

Le cyclage thermique est répété jusqu'à rupture de l'échantillon. Pour chaque cycle, la contrainte maximum générée est enregistrée. La dégradation de cette contrainte générée est caractérisée par  $\Delta\sigma_r$  avec :

$$\Delta\sigma_r = \frac{(\sigma_1 - \sigma_{500})}{\sigma_1} \quad (2.4)$$

Où  $\sigma_1$  et  $\sigma_{500}$  sont respectivement les contraintes générées au premier et 500ème cycle.

Comme précédemment, chaque essai sera répété quatre fois et les données seront présentées sous forme de moyenne et de coefficient de variation CV (2.2). Le test de Student sera également utilisé pour différencier les différents échantillons.



## **CHAPITRE 3**

### **ESSAIS DE CALORIMÉTRIE DIFFÉRENTIELLE À BALAYAGE ET ESSAIS DE TRACTION ISOTHERMES À LA RUPTURE**

Cette section présente les résultats des essais de traction et des essais DSC des échantillons produits par la technologie de laminage à tiède.

#### **3.1 Essais de calorimétrie différentielle à balayage**

##### **3.1.1 Résultats**

Comme décrit dans en 2.4.1, l'essai de calorimétrie différentielle à balayage permet d'identifier les différentes transformations intervenants dans le matériau lors d'un balayage en température. Dans le cadre de ce projet, l'utilisation systématique de la DSC permet d'identifier l'influence du traitement thermomécanique sur les températures de transformation. L'amplitude des pics sera également étudiée afin d'avoir des indications sur l'énergie de transformation de phase. La Figure 3.1 présente les thermogrammes obtenus pour toute la gamme d'échantillons.

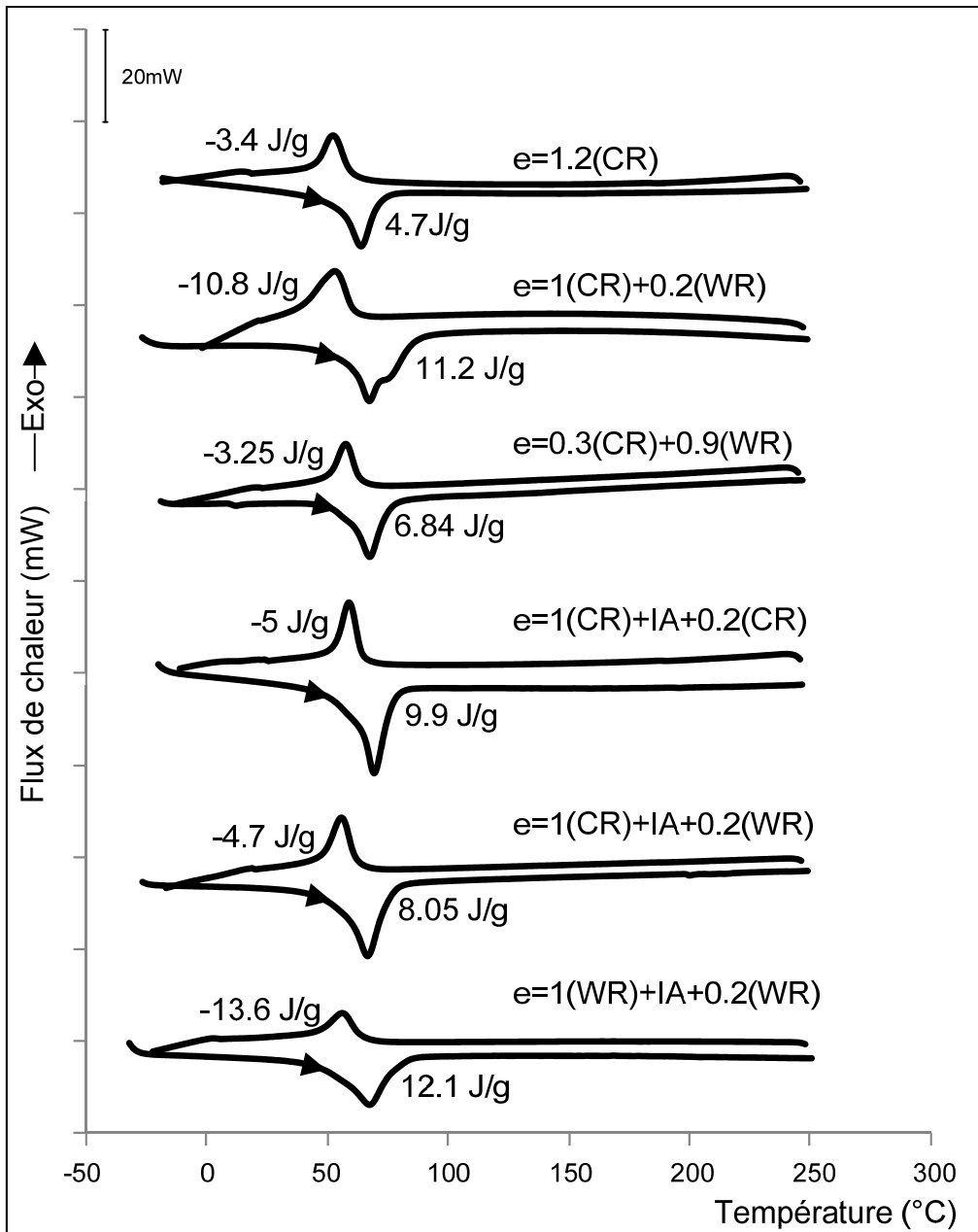


Figure 3.1 Résultats des essais DSC obtenus pour l'alliage Ti-50.26at.%Ni après six régimes de laminage différents, Taux de chauffage : 50°C/min

### 3.1.2 Analyse

La Figure 3.1 montre tout d'abord que les traitements thermomécaniques étudiés ne semblent pas influencer de façon significative les températures de transformation. Pour tous les échantillons, la transformation de la martensite en austénite intervient entre 60 et 65°C tandis qu'au refroidissement, la transformation se fait autour de 50°C.

Au niveau de l'amplitude des pics de transformation, les différences sont plus perceptibles. La faible amplitude observée pour l'échantillon laminé à froid ( $e=1.2(\text{CR})$ ) indique un fort taux d'érouissage du matériau. La forte densité de dislocation associée aux contraintes internes rend la transformation martensitique plus difficile. Au contraire, pour les échantillons dont la mise en forme comprend un recuit intermédiaire, l'érouissage est moins prononcé et l'amplitude des pics est plus importante.

### 3.1.3 Conclusions

Deux principales conclusions peuvent être tirées de ces essais DSC :

-Les traitements thermomécaniques utilisés n'influencent pas les températures de transformation. Lors de la caractérisation mécanique, pour un même essai, tous les échantillons seront chauffés à la même température. Également, dans le cadre d'applications réelles, les températures restent stables et donc n'affecteront pas le domaine d'utilisation de ces matériaux comme actuateurs. Les températures de transformation sont également très proches de la température ambiante, ce qui facilite l'observation de la transformation de phase.

-Les différentes séquences de laminage influencent l'amplitude des pics de transformation, ce qui reflète des changements microstructuraux au niveau de la densité de dislocation. Cependant, une courbe DSC seule ne permet pas de statuer sur la microstructure du matériau.

### 3.2 Essais de traction à la rupture

Dans cette section, les courbes brutes tirées des essais de traction à la rupture sont présentées. Les données importantes ainsi que les résultats du traitement statistique sont ensuite présentés.

#### 3.2.1 Résultats

La Figure 3.2 présente les courbes contrainte-déformation issues des essais de traction. La contrainte ultime  $\sigma_{UT}$ , la contrainte critique de réorientation  $\sigma_{cr}$ , l'étendue du plateau de réorientation  $\epsilon_{pl}$  et la déformation à la rupture  $\epsilon_{rupt}$  sont annotés sur les courbes.

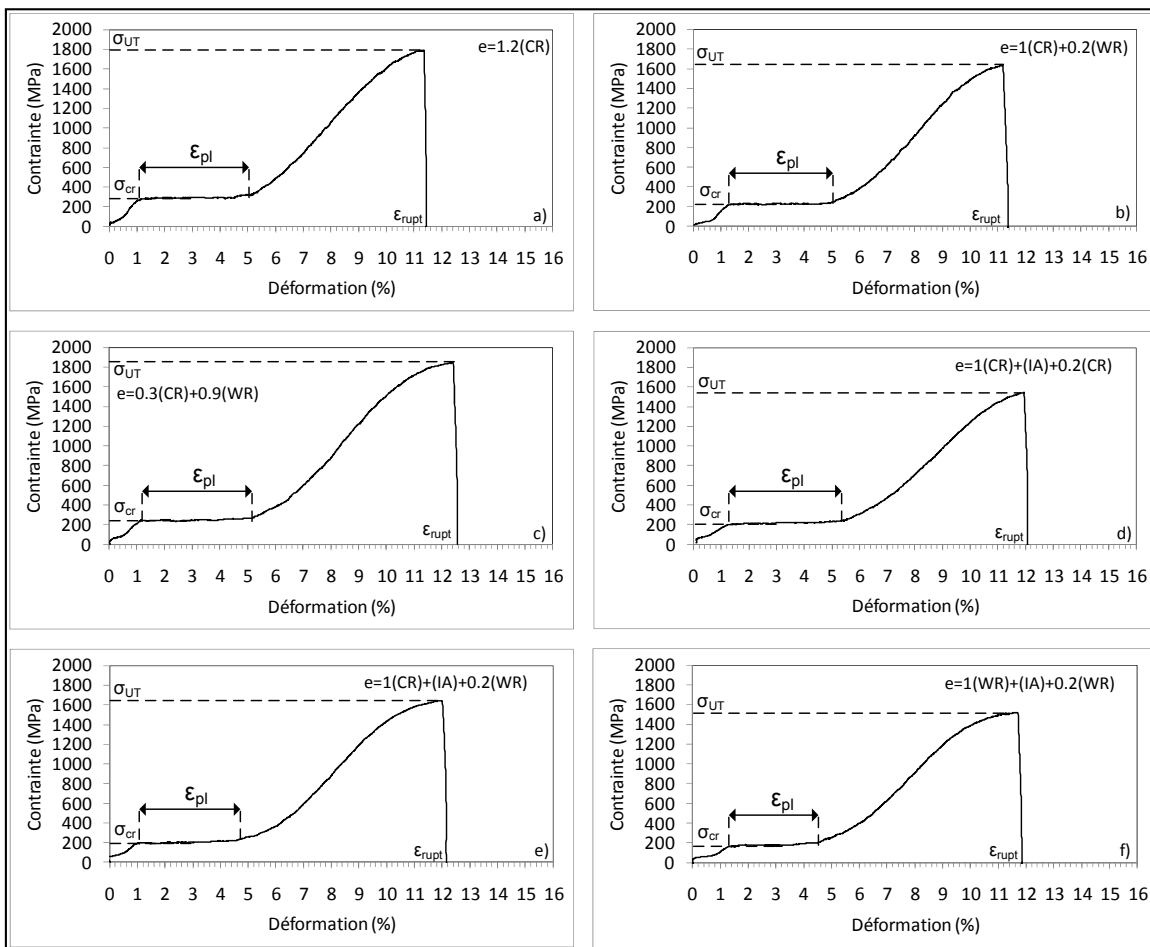


Figure 3.2 Courbes contrainte-déformation issues des essais de traction à la rupture. a)  $e=1.2(CR)$ , b)  $e=1(CR)+0.2(WR)$ , c)  $e=0.3(CR)+0.9(WR)$ , d)  $e=1(CR)+0.2(CR)$ , e)  $e=1(CR)+(IA)+0.2(WR)$  et f)  $e=1(WR)+(IA)+0.2(WR)$



L'analyse de ces courbes permet de résumer les différents paramètres dans le Tableau 3.1 ou A représente l'aire sous les courbes contrainte-déformation. Cette énergie de déformation donne une indication sur la ductilité du matériau. Chaque paramètre est exprimé sous forme de valeur moyenne accompagnée du coefficient de variation (CV).

Tableau 3.1 Données issues des essais de traction à la rupture

Identification	$\sigma_{cr}$ (CV) (MPa)	$\sigma_{UT}$ (CV) (MPa)	$\epsilon_{rupt}$ (CV) (%)	$\epsilon_{pl}$ (CV) (%)	A (CV) (J/m <sup>3</sup> )
e=1.2(CR)	222 (9)	1 741 (2)	11,1 (3)	3,8 (4)	78,2 (9)
e=1(CR) + 0.2(W)	199 (20)	1 604 (5)	11,2 (6)	3,9 (6)	79,0 (12)
e=0.3(CR) + 0.9(W)	212 (12)	1 796 (2)	11,7 (4)	3,9 (2)	86,4 (10)
e=1(CR) + (IA) + 0.2(CR)	187 (13)	1 540 (5)	11,4 (3)	3,6 (4)	67,2 (11)
e=1(CR) + (IA) + 0.2(W)	177 (10)	1 652 (3)	11,3 (5)	3,4 (3)	74,8 (9)
e=1(WR) + (IA) + 0.2(W)	177 (9)	1 551 (2)	11,4 (4)	3,3 (4)	73,3 (5)

### 3.2.2 Analyse

L'échantillon laminé à froid désigné par e=1.2(CR) qui constitue l'échantillon de référence dans ce projet présente les contraintes critique ( $\sigma_{cr}$ ) et ultime ( $\sigma_{UT}$ ) parmi les plus élevées avec respectivement 222(9) MPa et 1741(2) MPa. Cela indique un état d'écrouissage élevé du matériau dû à l'absence d'énergie thermique apportée pendant la mise en forme. Au contraire, l'échantillon e=1(WR)+IA+e=0.2(WR), consistant en un laminage à tiède complet plus recuit intermédiaire présente la contrainte critique la plus faible à cause des phénomènes de restauration intervenant pendant la mise en forme. Entre ces deux points extrêmes, les valeurs de ces contraintes vont en diminuant avec l'augmentation de la quantité d'énergie thermique apportée pendant le laminage.

L'énergie de déformation (A) est mesurée grâce à l'aire sous la courbe de traction. Cette valeur a théoriquement tendance à augmenter avec l'augmentation de la ductilité de l'échantillon (Bailon et Dorlot, 2000). Au contraire, un matériau au comportement fragile aura une énergie de déformation faible. Les énergies de déformation des échantillons produits selon les différentes séquences de laminage sont présentées dans le Tableau 3.1.

Dans le cas présent, les différences entre les différentes énergies de déformation, considérant les écarts-types associés, ne sont pas suffisantes pour statuer au sujet d'une influence du traitement thermomécanique sur la ténacité du matériau. Même observation pour la déformation à la rupture  $\epsilon_{rupt}$  et l'étendue du plateau  $\epsilon_{pl}$ , les différences sont trop faibles pour déterminer l'influence du traitement thermomécanique sur ces deux paramètres.

### **3.2.3 Conclusions**

Les essais de traction à la rupture permettent d'observer des différences entre les différents échantillons en termes de taux d'érouissage. Le laminage à tiède permet en effet l'obtention d'échantillon présentant un érouissage modéré par rapport à ceux laminé à froid. Cependant, aucune information concernant les propriétés fonctionnelles de ces alliages ne peut être tirée de ces courbes. Afin de mettre en évidence l'impact du traitement thermomécanique sur ces propriétés, les résultats des essais de mémoire de forme sous contrainte nulle et de génération de contrainte sont présentés dans les deux chapitres suivants.

## CHAPITRE 4

### ESSAIS DE MÉMOIRE DE FORME À CONTRAINTE NULLE

Cette section présente les résultats obtenus en déformation récupérable libre pour l'alliage à mémoire de forme Ti-50.26at.%Ni ayant subi les six séquences de mise en forme différentes. La méthodologie employée pour ce type d'essai est présentée en section 2.5.2.

#### 4.1 Résultats

La Figure 4.1 présente les courbes brutes liées au cyclage en déformation récupérable libre. Ces courbes représentent pour chaque échantillon les premiers, dixièmes et millièmes cycles. Les suivantes sont tracées à chaque mille cycles jusqu'à la rupture du spécimen. La Figure 4.2 présente pour chaque méthode de mise en forme un exemple de l'évolution de la déformation initiale  $\varepsilon_i$ , de la déformation permanente  $\varepsilon_p$  et de l'amplitude de l'effet mémoire de forme double sens  $\varepsilon_{TW}$  en fonction du nombre de cycles. Le Tableau 4.1 résume les moyennes de la déformation récupérable au premier cycle ( $\varepsilon_1$ ), nombre de cycles à la rupture ( $N_f$ ) et dégradation de la récupération de forme ( $\Delta\varepsilon_r$ ). Le coefficient de variation CV est également présenté pour chaque paramètre.

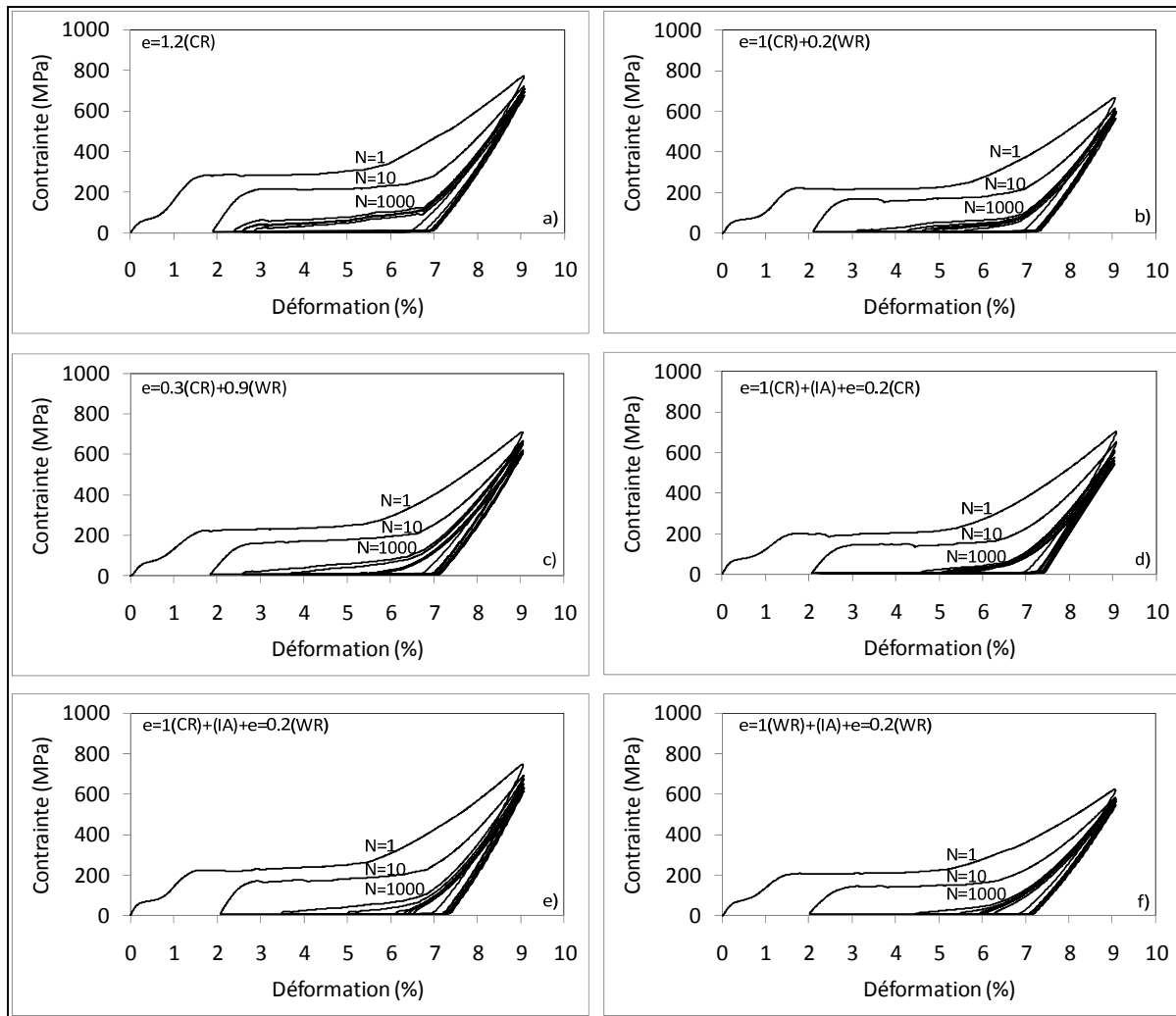


Figure 4.1 Exemples de courbes brutes issues de l'essai de récupération de forme libre. a)  $e=1.2(\text{CR})$ , b)  $e=1(\text{CR})+0.2(\text{WR})$ , c)  $e=0.3(\text{CR})+0.9(\text{WR})$ , d)  $e=1(\text{CR})+0.2(\text{CR})$ , e)  $e=1(\text{CR})+(\text{IA})+0.2(\text{WR})$  et f)  $e=1(\text{WR})+(\text{IA})+0.2(\text{WR})$

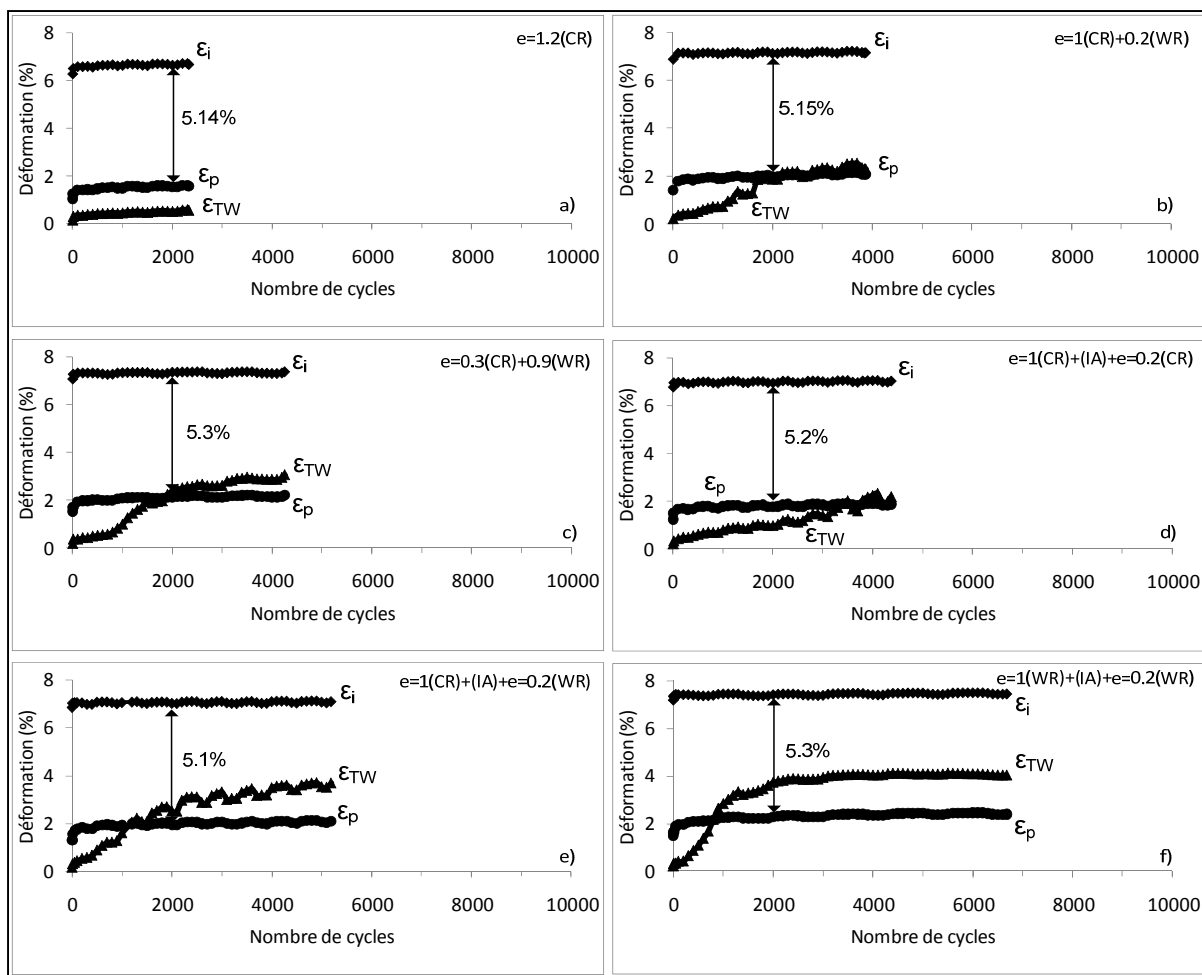


Figure 4.2 Évolution de la déformation initiale ( $\epsilon_i$ ), permanente ( $\epsilon_p$ ) et de l'effet mémoire de forme double sens ( $\epsilon_{TW}$ ) en fonction du nombre de cycles pour les six traitements thermomécaniques. a)  $e=1.2(CR)$ , b)  $e=1(CR)+0.2(WR)$ , c)  $e=0.3(CR)+0.9(WR)$ , d)  $e=1(CR)+0.2(CR)$ , e)  $e=1(CR)+(IA)+0.2(WR)$  et f)  $e=1(WR)+(IA)+0.2(WR)$

Tableau 4.1 Effet mémoire de forme au premier cycle ( $\epsilon_1$ ), nombre de cycles à la rupture ( $N_f$ ) et taux de dégradation de la récupération de forme ( $\Delta\epsilon_r$ )

Routes	Identification	$\epsilon_1$ (CV), (%)	$\Delta\epsilon_r$ (CV), (%)	$N_f$ (CV)
1	e=1.2(CR)	5,3 (1,9)	2,4 (54)	4017 (41)
2	e=1(CR) + 0.2(WR)	5,5 (1,3)*	4,9 (13)*	5976 (31)
3	e=0.3(CR) + 0.9(WR)	5,6 (0,8)*	5,0 (22)*	4727 (13)
4	e=1(CR) + (IA) + e=0.2(CR)	5,6 (0,6)*	6,2 (22)*	5041 (12)
5	e=1(CR) + (IA) + e=0.2(WR)	5,6 (1,9)*	7,3 (11)*	6552 (20)*
6	e=1(WR) + (IA) + e=0.2(WR)	5,5 (2,2)*	6,0 (23)*	6296 (19)*

\*Significativement différent de la référence (e=1.2(CR)) ; p-value inférieure à 0,05

## 4.2 Analyse

Les courbes présentées en Figure 4.1 montrent des différences de comportement en traction pour les différents échantillons. Au-delà de la forme générale de la courbe qui reste la même pour tous les spécimens, il apparaît que pour une déformation donnée, les niveaux de contrainte varient. Le matériau laminé à froid (e=1.2(CR)) présente les contraintes les plus élevées au niveau du plateau de transformation et de la contrainte à 9% de déformation. Ceci est donc cohérent avec les résultats des essais de traction présentés en 3.2. Au contraire, les échantillons laminés à tiède plus recuit intermédiaire présentent les contraintes les plus faibles à cause de leurs faibles taux d'écrouissage. La Figure 4.2 montre également des différences au niveau des paramètres du cycle de déformation récupérable libre. La déformation induite  $\epsilon_i$  est la plus faible pour l'échantillon laminé à froid et semble augmenter avec l'augmentation de la quantité d'énergie thermique apportée lors de la mise en forme. Le fort taux d'écrouissage de l'échantillon e=1.2(CR) semble donc empêcher quelque peu l'orientation de la martensite, de telle sorte qu'après relâchement de la contrainte, la déformation résiduelle est d'environ 6,5%. Pour les échantillons moins écrouis, l'orientation des plaquettes de martensite est facilitée, ceci entraînant l'obtention de valeurs d' $\epsilon_i$  d'environ 7,5%. Le même comportement est observé pour la dégradation de l'échantillon qui est représenté par la déformation plastique non récupérable  $\epsilon_p$ . Les échantillons écrouis sont

moins sujets à cette dégradation alors que les spécimens laminés à tiède présentent des déformations plastiques non récupérables plus importantes. Toujours en Figure 4.2, le comportement le plus frappant est l'amplitude de l'effet mémoire de forme double sens  $\epsilon_{TW}$  exhibé par les échantillons laminés à tiède. Cette valeur passe en effet de moins de 0,5% pour  $e=1.2(CR)$  à 4% pour la route 6. Pour expliquer ce phénomène, deux mécanismes peuvent être considérés. Premièrement, il est certain que l'écouissage modéré du matériau laminé à tiède favorise le développement de la sous-structure de dislocations responsable de l'effet mémoire de forme double sens par rapport à la mise en forme à froid. Également, il a été mentionné précédemment que la formation de la texture pouvait favoriser l'apparition du TWSME (Homma, Uemura et Nakazawa, 2008). Ce comportement pourrait donc constituer un premier indice sur la présence d'une forte texture de laminage au sein des échantillons laminés à tiède.

De façon plus globale, le Tableau 4.1 présente la synthèse des résultats issus de l'essai de déformation récupérable libre. L'échantillon désigné par  $e=1.2(CR)$  constitue la référence et correspond à un laminage à froid jusqu'à un taux de déformation de 1.2. Comme le montre le Tableau 4.1, ce type d'échantillons à une durée de vie moyenne d'environ 4000 cycles avec un écart type atteignant 40% de cette valeur. Par comparaison, le même tableau montre que les écarts types liés à  $N_f$  sont sensiblement plus faibles pour les traitements thermomécaniques impliquant le laminage à tiède. En particulier, les échantillons combinant laminage à tiède et recuit intermédiaire présentent des durées de vie significativement supérieures à celle de l'échantillon de référence. Cette combinaison permet donc une augmentation du nombre de cycle à la rupture accompagné d'un écart-type faible. L'augmentation de  $N_f$  s'observe également pour les échantillons laminés partiellement à tiède, mais les différences avec le laminage à froid sont moins prononcées et les différences ne sont pas statistiquement significatives.

Deux hypothèses sont avancées pour expliquer cette augmentation du nombre de cycles à la rupture. Une première explication trouve son origine dans l'augmentation de la ductilité du matériau lors de la mise en forme à tiède. L'endommagement mentionné en 1.4 est le résultat d'une trop grande déformation à froid du matériau ce qui entraîne la formation de microfissures sur sa surface. Lors de la déformation à tiède, l'augmentation de la ductilité de l'alliage avec la température améliore la tolérance à la déformation de l'échantillon ce qui entraîne un taux d'endommagement moins élevé. Lors des essais de caractérisation en fatigue, la diminution de l'endommagement permet de retarder l'amorce de fissure et donc d'allonger la durée de vie du spécimen. Cependant, ni l'observation au microscope optique, ni au microscope électronique à balayage n'ont permis de mettre en évidence cette diminution de l'endommagement.

La deuxième hypothèse concerne les changements microstructuraux se produisant lors du laminage à tiède par rapport à un laminage à froid. Le matériau obtenu après mise en forme à tiède est moins écroui et plus ductile que les spécimens laminés à froid. Cela peut se traduire par une augmentation de sa ténacité et donc par un allongement de la vie en fatigue de l'échantillon. Ce type de comportement n'a par contre pas pu être mis en évidence à l'aide des essais de traction à la rupture. Également, le laminage à tiède est connu pour accentuer la texture du matériau. Comme la texture est considérée responsable d'une augmentation de la ténacité du titane (Gregory et Brokmeier, 1995), cette texture pourrait également être à l'origine de l'augmentation de la vie en fatigue de notre alliage.

Au niveau de l'amplitude de l'effet mémoire de forme, la valeur observée au premier cycle est significativement augmentée d'environ 5% par l'introduction du laminage à tiède. La dégradation de ce paramètre au fil des cycles est également augmentée en fonction de la quantité d'énergie thermique introduite lors de la mise en forme. L'échantillon de référence présente une dégradation de la mémoire de forme de 3.6% qui est la plus faible observée pour ce type d'essai. Tous les régimes de laminage incluant la déformation à tiède et/ou traitement thermique intermédiaire présente des taux de dégradation plus élevés.



Il est connu que la grande stabilité des propriétés de l'échantillon laminé à froid est due à son fort taux d'écroutissage (Demers et al., 2009b). L'augmentation du taux de dégradation de la mémoire de forme chez les échantillons laminés à tiède proviendrait donc d'une diminution de la limite d'écoulement locale qui n'est cependant pas visible sur les courbes de traction.

### **4.3 Conclusions**

- 1) L'utilisation du laminage à tiède permet d'améliorer la vie en fatigue lors des essais de mémoire de forme et permet également de diminuer l'écart-type associé au nombre de cycles à la rupture.
- 2) L'utilisation du laminage à tiède n'a pas d'impact significatif sur l'amplitude de l'effet mémoire de forme au premier cycle. Cependant, la dégradation des propriétés en cyclage est amplifiée par l'utilisation de cette technique.

Les comportements observés peuvent être expliqués par un endommagement limité dû à la mise en forme à tiède. La présence d'un important effet mémoire de forme double sens peu indiquer la présence d'une forte texture de laminage.



## CHAPITRE 5

### ESSAIS DE GÉNÉRATION DE CONTRAINTE

Ce chapitre présente les résultats obtenus lors de la caractérisation en génération de contrainte pour les six types d'échantillons produits. La méthodologie employée pour ce type d'essai est présentée en section 2.5.2.

#### 5.1 Résultats

La Figure 5.1 présente les données brutes obtenues grâce aux essais de génération de contrainte. La contrainte générée est tracée en fonction de la température du spécimen. Afin de tenir compte de l'aspect statistique de ces résultats, chaque essai est répété quatre fois. Le traitement des données inclut la valeur moyenne, le coefficient de variation et le test de Student pour chaque paramètre. La contrainte maximum récupérable au premier cycle  $\sigma_1$  est indiquée pour chaque cas, tandis que la dégradation de la contrainte générée  $\Delta\sigma_r$  est représentée de façon qualitative. Les résultats complets sont présentés en Figure 5.2 et Tableau 5.1. La Figure 5.2 représente la contrainte générée en fonction du nombre de cycles. Le Tableau 5.1 indique le nombre de cycles à la rupture, la contrainte générée au premier cycle et la dégradation de cette contrainte sous forme de moyenne et de coefficient de variation, considérant la répétition de chaque essai.

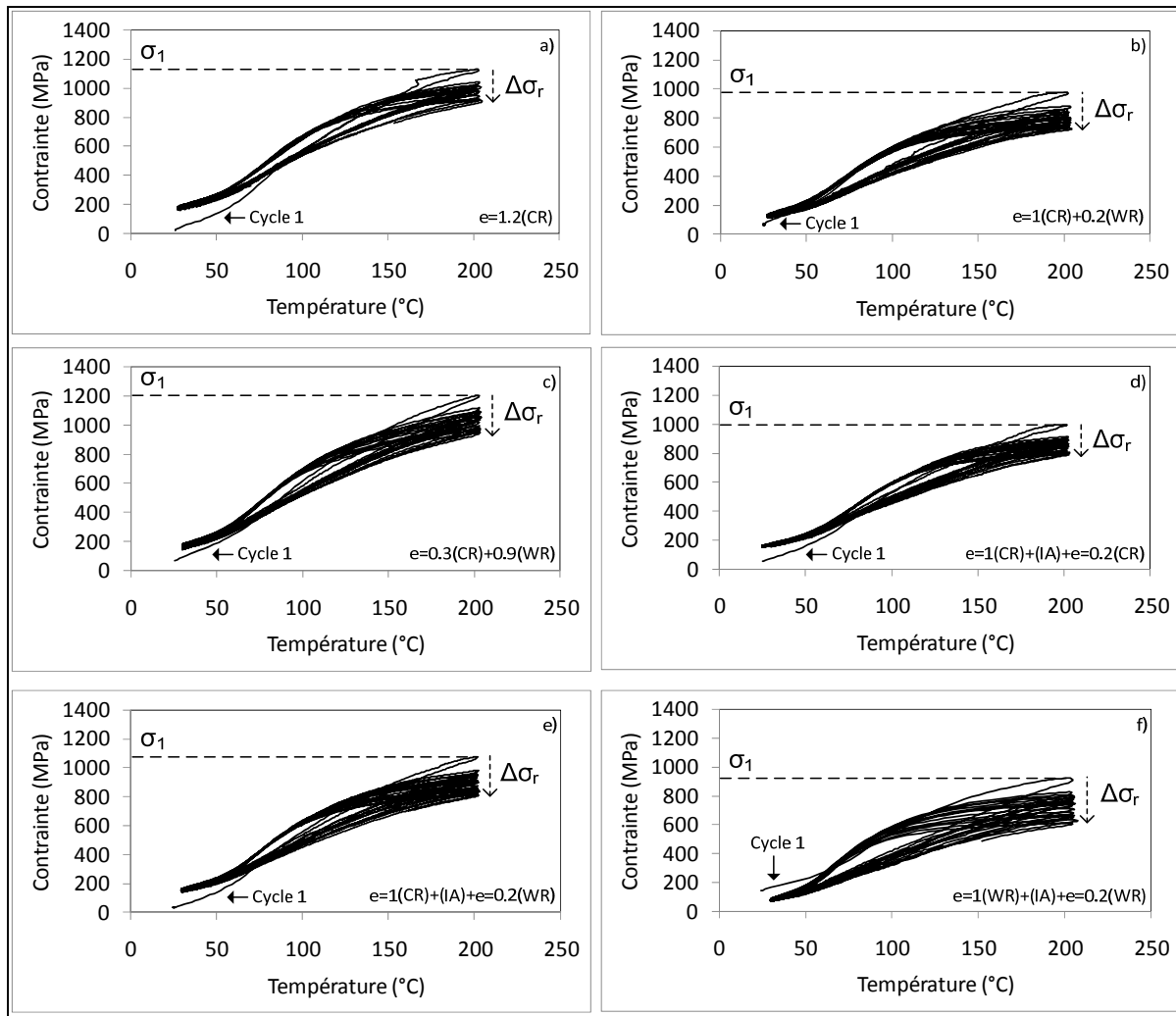


Figure 5.1 Essai de génération de contrainte : contrainte en fonction de la température pour un spécimen de chaque type d'échantillon. a)  $e=1.2(CR)$ , b)  $e=1(CR)+0.2(WR)$ , c)  $e=0.3(CR)+0.9(WR)$ , d)  $e=1(CR)+0.2(CR)$ , e)  $e=1(CR)+(IA)+0.2(WR)$  et f)  $e=1(WR)+(IA)+0.2(WR)$

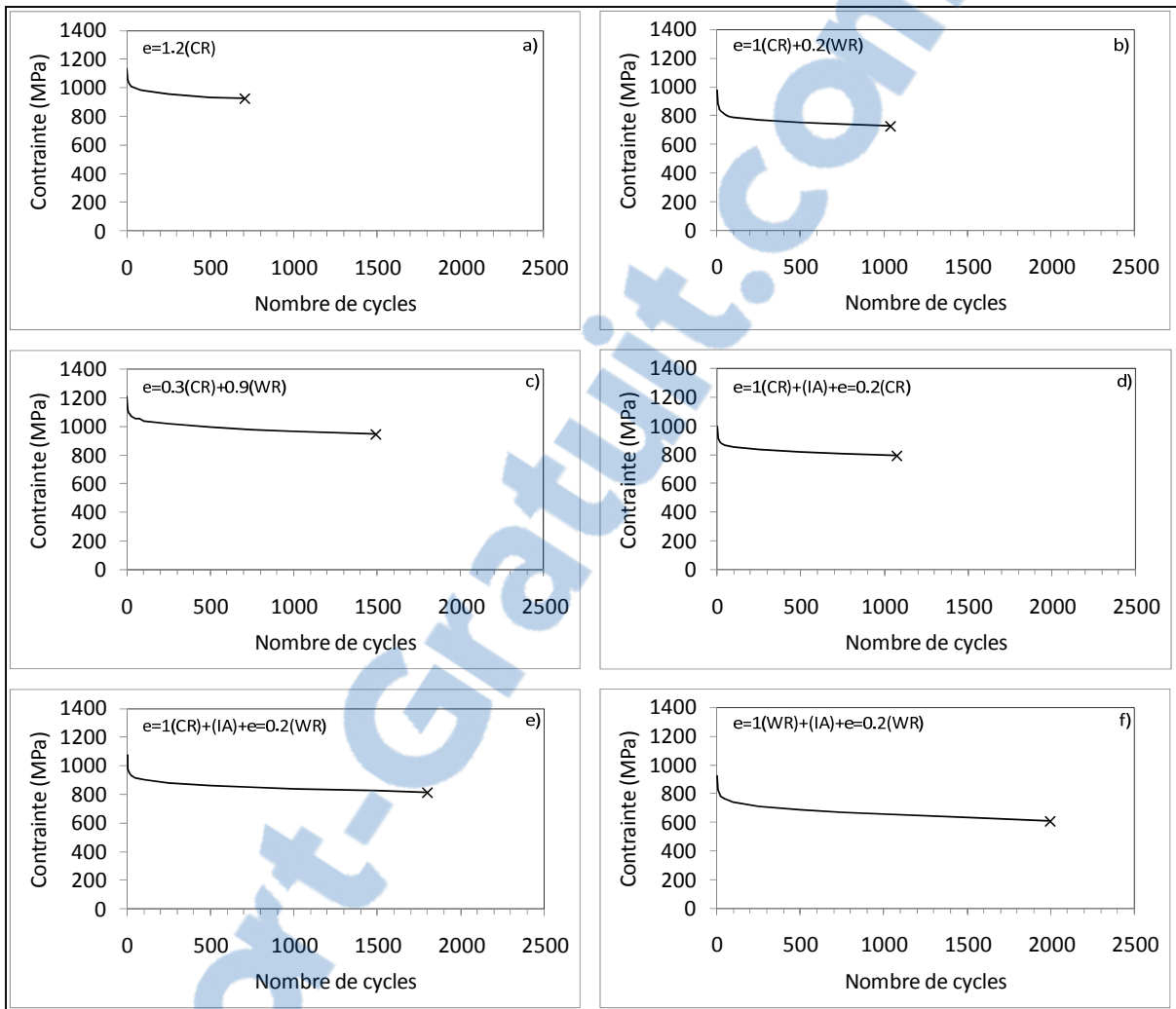


Figure 5.2 Évolution de la contrainte générée en fonction du nombre de cycles pour les six régimes de laminage. a)  $e=1.2(CR)$ , b)  $e=1(CR)+0.2(WR)$ , c)  $e=0.3(CR)+0.9(WR)$ , d)  $e=1(CR)+0.2(CR)$ , e)  $e=1(CR)+(IA)+0.2(WR)$  et f)  $e=1(WR)+(IA)+0.2(WR)$

Tableau 5.1 Contrainte générée au premier cycle ( $\sigma_1$ ), nombre de cycles à la rupture ( $N_f$ ) et taux de dégradation de la contrainte générée ( $\Delta\sigma_r$ ) pour les six régimes de laminage étudiés

Routes	Identification	$\sigma_1$ (CV), (MPa)	$\Delta\sigma_r$ (CV), (%)	$N_f$ (CV)
	e=1.2(CR)	1171 (4)	17 (12)	782 (19)
2	e=1(CR) + 0.2(WR)	1069 (5)*	20 (15)	940 (11)
3	e=0.3(CR) + 0.9(WR)	1194 (2)	21 (12)*	1281 (15)*
4	e=1(CR) + (IA) + e=0.2(CR)	1106 (4)	20 (14)	1371 (25)*
5	e=1(CR) + (IA) + e=0.2(WR)	1035 (3)*	22 (8)	1823 (16)*
6	e=1(WR) + (IA) + e=0.2(WR)	943 (3)*	24 (2)*	2028 (10)*

\*Significativement différent de la référence (e=1.2(CR)) ; p-value inférieure à 0.05

## 5.2 Analyse

La Figure 5.1 qui présente les données brutes issues du cyclage en génération de contrainte montre que la contrainte maximum varie de façon significative en fonction de la méthode de mise en forme. Elle est maximum pour l'échantillon laminé à froid et minimum pour l'échantillon laminé à tiède plus recuit intermédiaire. De plus, il apparaît que la dégradation est plus importante pour les échantillons laminés à tiède par rapport à ceux laminés à froid. La Figure 5.2, quant à elle, permet de mettre en évidence le fait que la durée de vie en fatigue est améliorée avec l'introduction du laminage à tiède et des traitements thermiques intermédiaires.

Plus précisément, le Tableau 5.1 montre que toutes les routes, mise à part la route 2, permettent d'augmenter le nombre de cycles à la rupture de façon significative par rapport au cas de référence. Cette augmentation semble également être accompagnée d'une diminution de l'écart-type associé à ce nombre de cycles. Le traitement thermomécanique a également un effet sur la contrainte générée. Celle-ci passe en effet de presque 1200 MPa pour le cas de référence à 940 MPa pour le laminage complet à tiède plus traitement thermique intermédiaire. Au niveau de la diminution de la contrainte générée, la même tendance est

observée puisque l'échantillon présentant les propriétés les plus stables est celui laminé à froid tandis que le moins stable est celui mis en forme selon la route 6.

Comme pour la déformation récupérable libre, les deux hypothèses mentionnées pour expliquer l'augmentation du nombre de cycles à la rupture restent valides, à savoir la diminution de l'endommagement et les changements microstructuraux.

Au niveau de la contrainte générée et de sa dégradation, la tendance semble indiquer que l'apport d'énergie sous forme thermique lors de la mise en forme fait baisser la contrainte et augmente son taux de dégradation. Ce comportement est associé à la diminution de l'amorphisation causée par l'augmentation de la température lors de la mise en forme et par les recuits intermédiaires. La structure du matériau obtenu est moins fine, ce qui entraîne une baisse de la contrainte générée.

### 5.3 Conclusions

- 1) Comme pour l'essai de déformation récupérable, l'utilisation du laminage à tiède permet d'améliorer la vie en fatigue des échantillons et permet également de diminuer l'écart-type associé au nombre de cycle à la rupture.
- 2) L'utilisation du laminage à tiède diminue de façon significative la contrainte générée au premier cycle. La dégradation des propriétés en cyclage est également accentuée par l'utilisation de cette technique.
- 3) Les comportements observés peuvent être expliqués par un endommagement limité par la mise en forme à tiède et par des changements microstructuraux au sein du matériau incluant la texture.



## CHAPITRE 6

### SYNTHÈSE ET DISCUSSION

Les chapitres précédents ont présenté les résultats de caractérisation de l'alliage Ti-50.26at.%Ni mis en forme selon six séquences de laminage distincts. La partie suivante propose une synthèse des résultats ainsi qu'une discussion concernant les causes des comportements observés.

#### 6.1 Synthèse des résultats

Dans le cadre de ce projet, six différentes séquences de laminage ont été étudiées afin de mettre en évidence l'impact du laminage à tiède et des recuits intermédiaires sur les propriétés fonctionnelles du matériau ainsi que sur son comportement en fatigue. Ces méthodes de laminage diffèrent par la quantité d'énergie thermique apportée lors de la mise en forme. La caractérisation en fatigue des échantillons produits a été faite par cyclage en génération de contrainte et en déformation récupérable libre. Le nombre de cycles à la rupture, la contrainte générée et la déformation récupérée au premier cycle, ainsi que la dégradation de ces propriétés au fil des cycles sont les quatre critères utilisés dans cette étude pour évaluer les performances de chaque spécimen.

##### 6.1.1 Essais de déformation récupérable

Cette section fait la synthèse des résultats obtenus par l'essai de déformation récupérable sous contrainte nulle. La déformation récupérable au premier cycle suivant la méthode de mise en forme est présentée en Figure 6.1. De gauche à droite, les méthodes de mise en forme sont classées selon la quantité d'énergie thermique apportée, le laminage à froid ( $e=1.2(CR)$ ) correspondant au minimum d'énergie et le laminage à tiède plus recuit intermédiaire ( $e=1(WR)+IA+e=0.2(WR)$ ) étant le maximum.

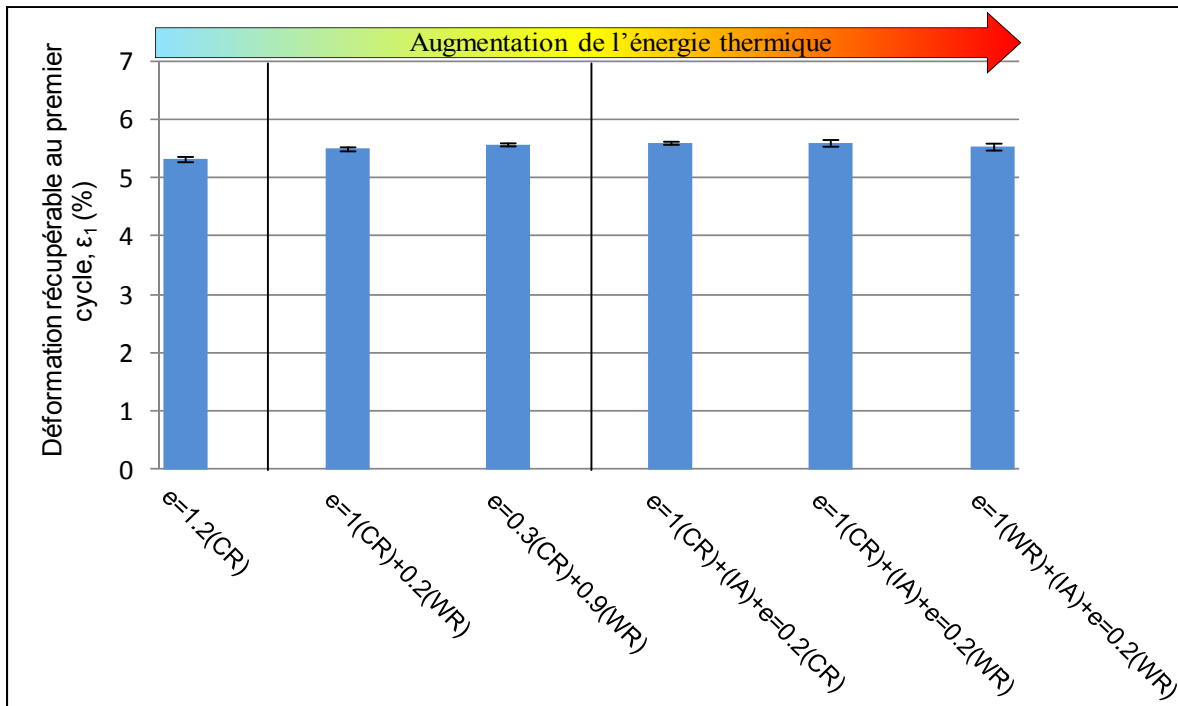


Figure 6.1 Déformation récupérable au premier cycle pour chaque méthode de mise en forme

Il apparaît que la méthode de mise en forme n'influe pas fortement la déformation récupérable maximum. Cependant, on remarque que celle-ci augmente légèrement avec l'augmentation de la fraction de laminage à tiède lors de la mise en forme. Au contraire, la Figure 6.2 montre que la déformation récupérable est censée augmenter avec l'augmentation de la nanocristallinité du matériau. Les effets négatifs de la diminution de l'amorphisation due à la déformation à tiède de l'austénite pourraient donc être compensés par d'autres phénomènes comme par exemples :

- A) Les changements au niveau de la fraction de grains nanostructurés ne sont pas suffisants pour influencer la déformation récupérable.
- B) Un autre phénomène, tel que la texturation de l'alliage, par exemple, vient compenser la diminution de la fraction nanocristalline dans le matériau.

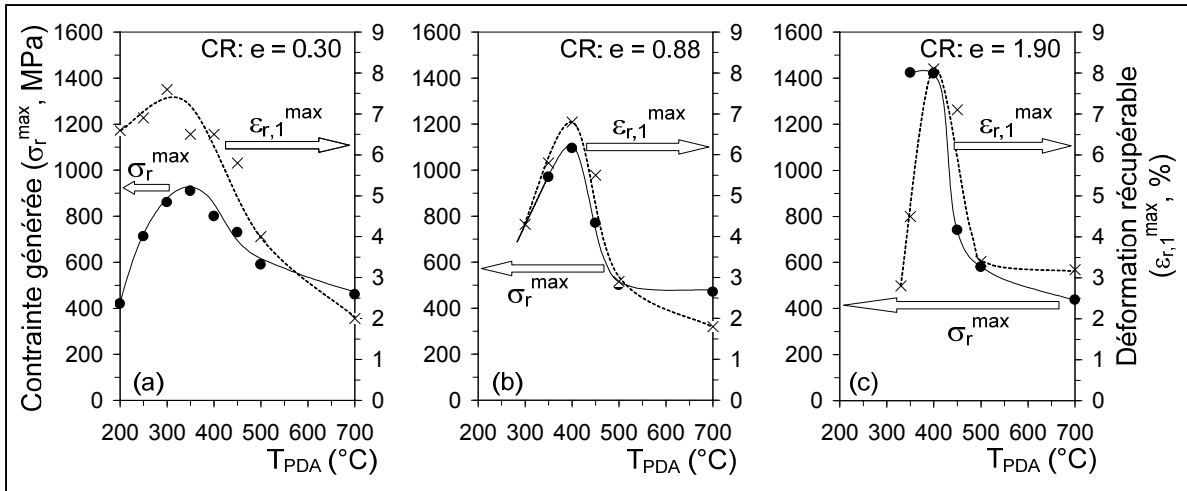


Figure 6.2 Conainte générée et déformation récupérable pour différents traitements thermomécaniques, Ti-50.0at.%Ni  
Tirée de Brailovski et al. (2006) (reprise Figure 1.14)

La Figure 6.3 présente le nombre de cycles à la rupture et la stabilité de l'effet mémoire de forme au 500<sup>ème</sup> cycle. Considérant la dégradation de la déformation récupérable, il apparaît que l'augmentation de la proportion de laminage à tiède entraîne une plus grande dégradation de la déformation récupérable en cyclage. Comme précédemment, cette observation signifie probablement un écrouissage moindre des échantillons laminé à tiède. Au niveau du nombre de cycles à la rupture, il apparaît que ce dernier est augmenté par l'apport d'énergie thermique lors de la mise en forme du matériau. Il est également à noter que l'écart-type associé à  $N_f$  diminue avec l'introduction du laminage à tiède et des recuits intermédiaires.

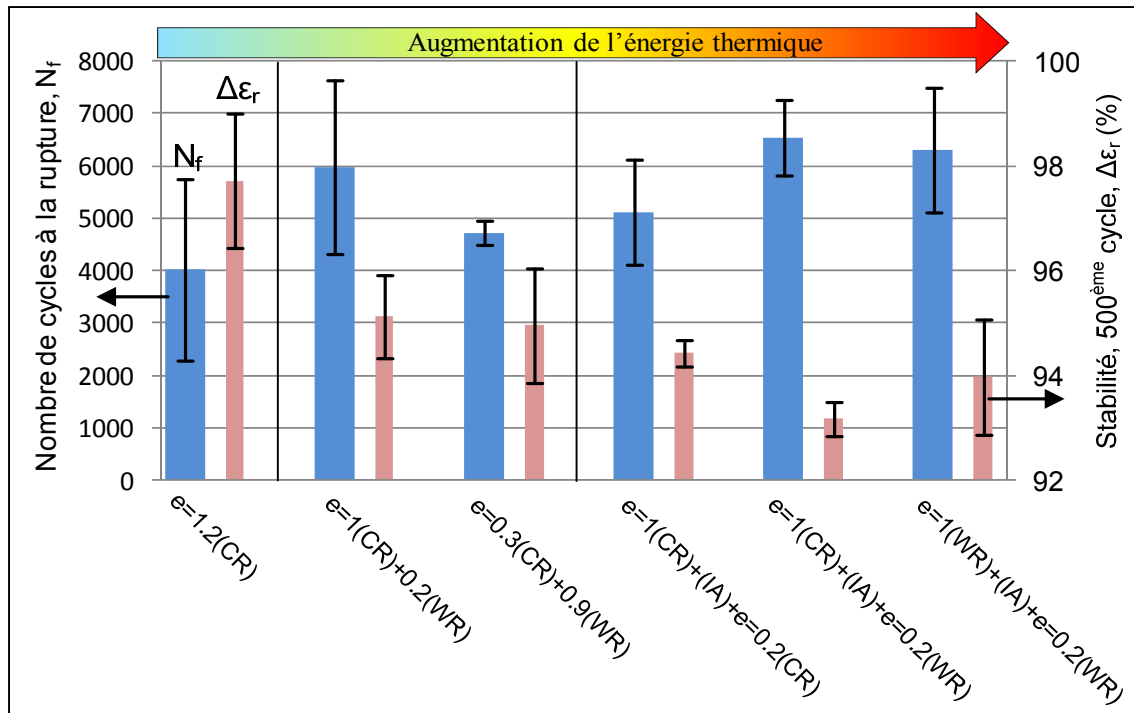


Figure 6.3 Nombre de cycles à la rupture,  $N_f$  et dégradation au 500<sup>ème</sup> cycle pour l'essai de déformation récupérable et pour les six méthodes de mise en forme

### 6.1.2 Essais de génération de contrainte

De même que précédemment, cette section fait la synthèse des résultats obtenus pour l'essai de génération de contrainte. La Figure 6.4 présente la contrainte générée au premier cycle tandis que la Figure 6.5 comporte le nombre de cycles à la rupture ainsi que la stabilité de la contrainte générée.

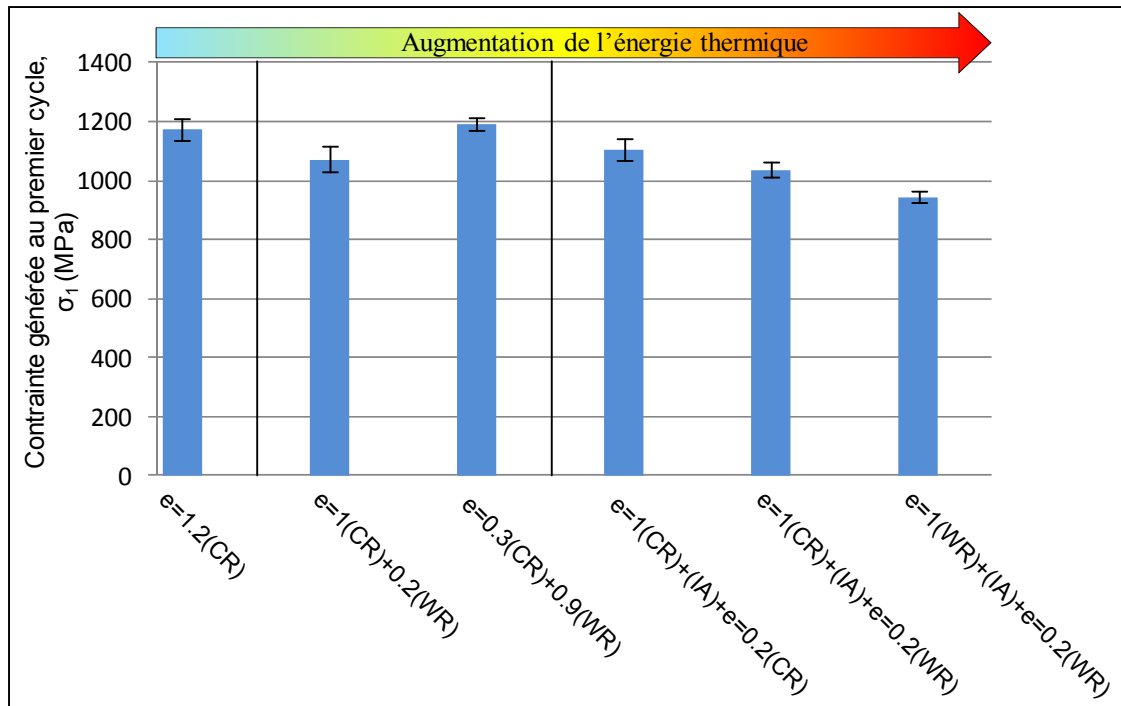


Figure 6.4 Contrainte générée au premier cycle pour chaque méthode de mise en forme

La principale information qui peut être tirée de la Figure 6.4 est que l'apport d'énergie thermique lors de la mise en forme diminue la contrainte générée au premier cycle pour une même déformation initiale. Cette observation reflète le fait que la diminution de l'amorphisation lors de la déformation de l'austénite diminue la fraction de grains nanométrique dans le matériau et donc, affecte ses propriétés fonctionnelles (Demers et al., 2006).

En Figure 6.5, il apparaît que la dégradation de la contrainte générée augmente avec l'augmentation de la quantité d'énergie thermique apportée lors de la mise en forme. Ceci indique que cette énergie diminue l'écroutissage du matériau. Celui-ci étant moins dur, l'accumulation de défauts à chaque cycle thermique devient plus importante, entraînant une importante dégradation des propriétés.

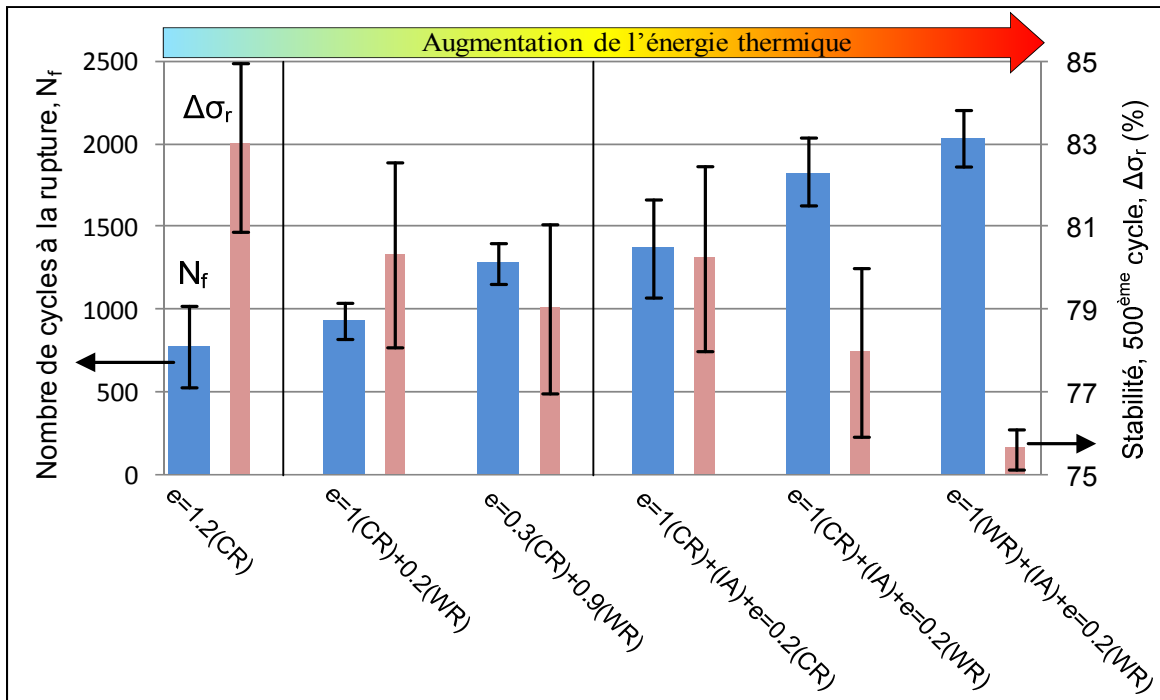


Figure 6.5 Nombre de cycles à la rupture,  $N_f$  et dégradation au 500<sup>ème</sup> cycle pour l'essai de génération de contrainte et pour les six méthodes de mise en forme

En ce qui concerne le nombre de cycle à la rupture, la tendance montre une augmentation de ce nombre de cycles avec l'augmentation de l'énergie thermique apportée lors de la mise en forme. Cette tendance confirme celle observée pour l'essai de déformation récupérable. Il est donc maintenant évident que le nombre de cycles à la rupture devient plus élevé avec l'augmentation de la part de laminage à tiède lors de la mise en forme, mais au prix de propriétés fonctionnelles moins intéressantes dans le cas d'essais réalisés avec la même déformation initiale  $\epsilon_i$ .

Dans les sections suivantes, les effets du laminage à tiède et du recuit intermédiaires vont être identifiés séparément par comparaison de cas spécifiques.

## 6.2 Effets du laminage à tiède

L'une des deux hypothèses de recherche à l'origine de ce projet concerne l'endommagement des échantillons lors du laminage sévère à froid. Dans l'objectif de réduire cet endommagement, le laminage à tiède a été proposé. Le Tableau 6.1 résume les résultats issus des essais de génération de contrainte pour les échantillons fabriqués par laminage à tiède, tandis que la Figure 6.6 présente la contrainte générée en fonction du nombre de cycles pour les mêmes échantillons.

Tableau 6.1 Contrainte générée au premier cycle ( $\sigma_1$ ), taux de dégradation de la contrainte générée ( $\Delta\sigma_r$ ) et nombre de cycles à la rupture ( $N_f$ ) pour l'échantillon laminé à froid  $e=1.2(\text{CR})$  et les échantillons laminés partiellement à tiède  $e=1(\text{CR})+0.2(\text{WR})$  et  $e=0.3(\text{CR})+0.9(\text{WR})$

Identification	$\sigma_1(\text{CV})$ , (MPa)	$\Delta\sigma_r(\text{CV})$ , (%)	$N_f(\text{CV})$
$e=1.2(\text{CR})$	1171 (4)	17 (12)	782 (19)
$e=1(\text{CR}) + 0.2(\text{WR})$	1069 (5)*	20 (15)	940 (11)
$e=0.3(\text{CR}) + 0.9(\text{WR})$	1194 (2)	21 (12)*	1281 (15)*

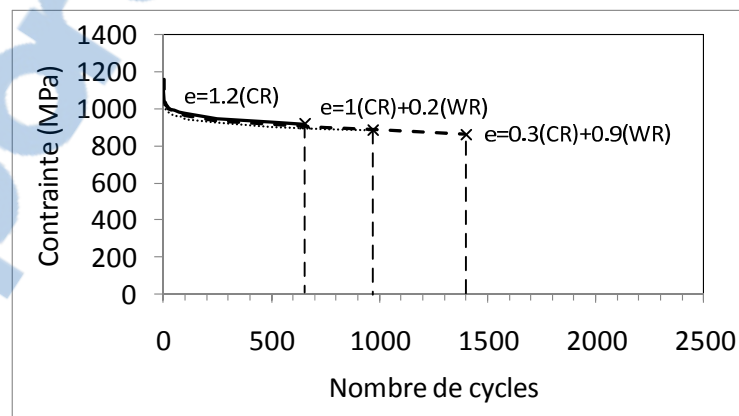


Figure 6.6 Exemple de contrainte générée en fonction du nombre de cycles pour trois types d'échantillons,  $e=1.2(\text{CR})$ ,  $e=1(\text{CR})+0.2(\text{WR})$  et  $e=0.3(\text{CR})+0.9(\text{WR})$  tous initialement déformés à 9%

Les résultats montrent que le fait d'effectuer uniquement la dernière passe à tiède n'augmente pas le nombre de cycles à la rupture de façon significative. Au contraire, la séquence de laminage consistant en une passe à froid et toutes les autres à tiède ( $e=0.3(CR) + 0.9(WR)$ ) permet d'augmenter de façon importante la durée de vie en fatigue du matériau. Cela signifie que l'endommagement apparaît dès les premiers stades de la mise en forme et que l'application du laminage à tiède pour la dernière passe uniquement ne permet pas d'atténuer suffisamment cet endommagement. Ces résultats montrent aussi que le laminage à tiède est une solution efficace pour améliorer la qualité des échantillons ainsi produits si celui-ci est appliqué à la majorité des passes de laminage. Il apparaît également que le laminage à tiède n'altère pas les propriétés fonctionnelles de façon significative.

### **6.3 Effets du recuit intermédiaire**

Ce projet a également permis de tester l'effet d'un recuit intermédiaire sur le comportement mécanique des échantillons. Ce type de recuit permet de recristalliser et restaurer le matériau avant la dernière passe de laminage. Cela entraîne donc une augmentation de la ductilité du matériau et pourrait également favoriser la formation d'une forte texture de laminage.

Le Tableau 6.2 présente les résultats issus de la caractérisation en génération de contrainte des échantillons fabriqués par laminage à froid avec et sans recuit intermédiaire. La Figure 6.7 présente la contrainte générée en fonction du nombre de cycles pour les mêmes échantillons.



Tableau 6.2 Contrainte générée au premier cycle ( $\sigma_1$ ), taux de dégradation de la contrainte générée ( $\Delta\sigma_r$ ) et nombre de cycles à la rupture ( $N_f$ ) pour l'échantillon laminé à froid  $e=1.2(\text{CR})$  et les échantillons recuits avant la dernière passe à froid  $e=1(\text{CR})+\text{IA}+0.2(\text{CR})$

Identification	$\sigma_1$ (CV), (MPa)	$\Delta\sigma_r$ (CV), (%)	$N_f$ (CV)
$e=1.2(\text{CR})$	1171 (4)	17 (12)	782 (19)
$e=1(\text{CR})+(\text{IA})+e=0.2(\text{CR})$	1106 (4)	20 (14)	1371 (25)*

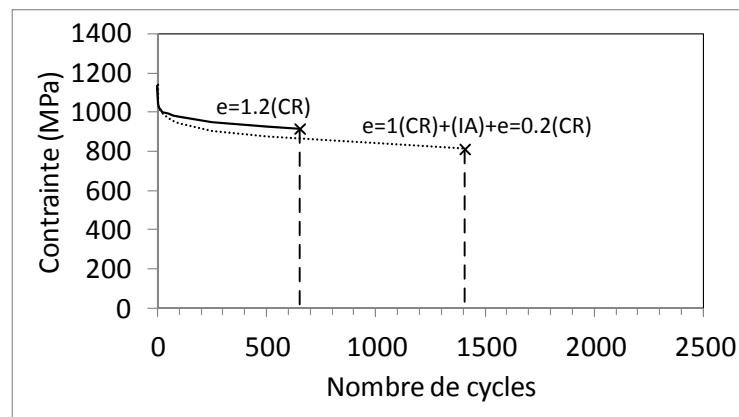


Figure 6.7 Contrainte générée en fonction du nombre de cycles pour  $e=1.2(\text{CR})$  et  $e=1(\text{CR})+\text{IA}+e=0.2(\text{CR})$ , tous deux initialement déformés à 9%

La première information pouvant être tirée de ce tableau est que le recuit intermédiaire seul ne diminue pas la contrainte générée au premier cycle de façon significative. Par contre, il permet d'augmenter le nombre de cycles à la rupture de presque 100% au prix d'une dégradation plus importante de la contrainte générée. Ces observations peuvent indiquer que l'endommagement subit durant la dernière passe de laminage à froid est diminué grâce à la meilleure ductilité du matériau après recuit intermédiaire. Également, la formation d'une texture de laminage ou une ductilité finale plus élevée pourrait changer le comportement du matériau et retarder sa rupture.

#### 6.4 Effets de la combinaison de laminage à tiède plus recuit intermédiaire

D'après les conclusions tirées des sections précédentes, il apparaît que la combinaison de laminage à tiède plus recuit intermédiaire permet d'augmenter la durée de vie des échantillons au prix d'une certaine baisse des propriétés fonctionnelles comme le montre le Tableau 6.3.

Tableau 6.3 Contrainte générée au premier cycle ( $\sigma_1$ ), taux de dégradation de la contrainte générée ( $\Delta\sigma_r$ ) et nombre de cycles à la rupture ( $N_f$ ) pour l'échantillon laminé à froid e=1.2(CR) et les échantillons fabriqués par laminage à tiède plus recuit intermédiaire e=1(CR)+IA+0.2(CR)

Routes	Identification	$\sigma_1$ (CV), (MPa)	$\Delta\sigma_r$ (CV), (%)	$N_f$ (CV)
1	e=1.2(CR)	1171 (4)	17 (12)	782 (19)
6	e=1(WR) + (IA) + e=0.2(WR)	943 (3)*	24 (2)*	2028 (10)*

La question est maintenant de savoir si cette augmentation de la durée de vie n'est pas la conséquence directe de la baisse de la contrainte générée. Pour cela, deux essais de génération de contrainte ont été effectués sur les échantillons e=1.2(CR) et e=1(WR)+IA+e=0.2(WR) en visant pour les deux cas la même contrainte générée. Pour cela, l'échantillon e=1(WR)+IA+e=0.2(WR) est déformé à 9% initialement, tandis que celui laminé à froid est déformé à 6%. La Figure 6.8 présente les données brutes issues de ces deux essais.

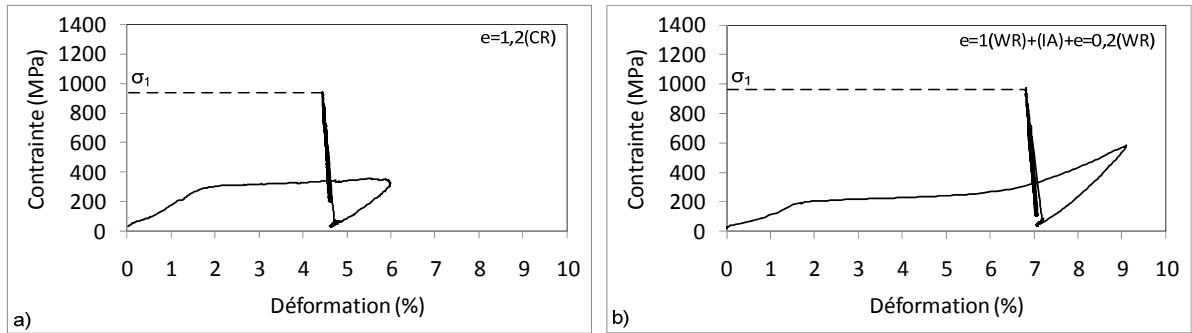


Figure 6.8 Courbes contrainte-déformation des essais de génération de contrainte.  
 a)  $e=1,2(CR)$  déformé initialement à 6% et b),  $e=1(WR)+IA+0,2(WR)$ ,  
 déformé initialement à 9%

La Figure 6.9 présente quant à elle la contrainte générée en fonction du nombre de cycles pour les deux cas. Au niveau des données brutes, ces dernières montrent qu'une déformation de l'échantillon laminé à froid de 6% permet de générer une contrainte équivalente à celle observée pour  $e=1(WR)+IA+e=0,2(WR)$  déformé à 9%.

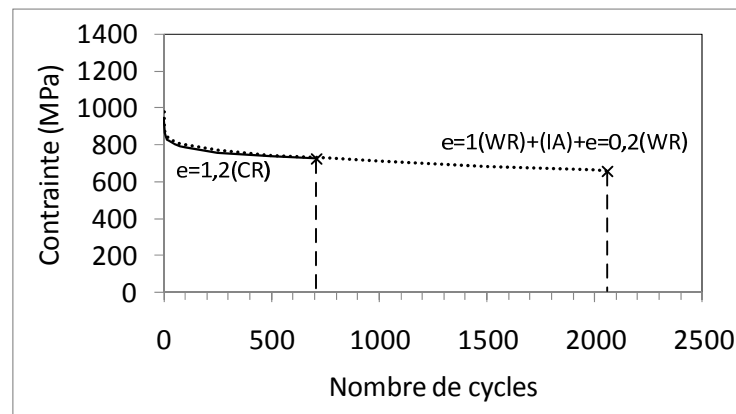


Figure 6.9 Contrainte générée en fonction du nombre de cycles pour  $e=1,2(CR)$ ,  
 initialement déformé à 6% et  $e=1(WR)+IA+0,2(WR)$ , initialement déformé à 9%

Afin de considérer l'aspect statistique de ce résultat, l'essai de génération de contrainte sur l'échantillon laminé à froid ( $e=1,2(CR)$ ) déformé initialement à 6% a été répété quatre fois. Les résultats de ces quatre essais sont présentés en Figure 6.10.

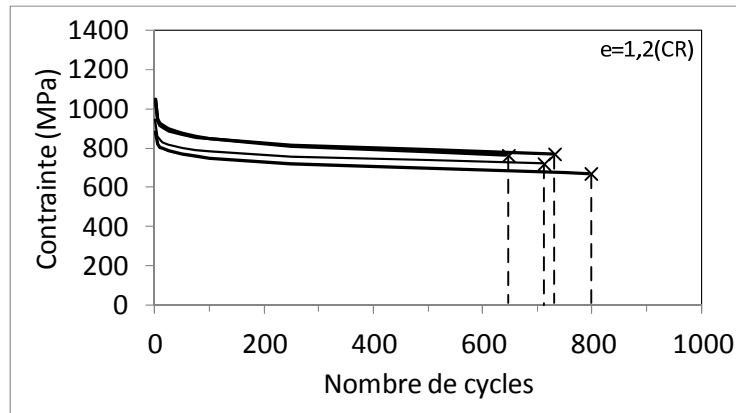


Figure 6.10 Contrainte générée en fonction du nombre de cycles pour  $e=1,2(CR)$ , initialement déformé à 6%

Il apparaît que le fait de pré-déformer les échantillons  $e=1,2(CR)$  à 6% ce qui est 3% plus que la déformation imposée au cas de référence ne permet pas d'augmenter le nombre de cycles à la rupture qui reste en moyenne à 718(9) cycles. Cette valeur n'est statistiquement pas différentiable de celle obtenue avec la pré-déformation de 9% qui était de 782(19) cycles, le test de Student indiquant une p-value de 0,55. Ceci peut être expliqué par le fait que la contrainte générée par les échantillons pré-déformés à 6% est suffisante pour provoquer une rupture rapide du matériau.

Ces résultats montrent qu'à contrainte générée comparable, la durée de vie en fatigue de l'échantillon laminé à tiède plus traitement thermique intermédiaire est bien supérieure à celle de l'échantillon laminé à froid. Cet allongement de la vie en fatigue n'est donc pas dû à une simple diminution de la contrainte générée, mais à un endommagement limité et/ou à des changements microstructuraux tel que la texture ou le taux d'écrouissage.

## CONCLUSION

L'objectif de ce projet était de développer une technique de laminage à tiède destinée à la production d'échantillon d'alliage à mémoire de forme Ti-50.26at.%Ni dans le but d'améliorer les propriétés en fatigue des AMF nanocristallins. Ce projet s'est articulé autour des hypothèses suivantes :

- L'augmentation de la température lors de la mise en forme permet une diminution de l'endommagement des échantillons.
- La diminution de l'amorphisation lors du laminage à tiède qui entraîne une baisse des propriétés sera possiblement compensée par la création d'une forte texture de laminage.

Suivant ces hypothèses, six séquences de laminage comprenant des passes de laminage à froid, à tiède et des traitements thermiques intermédiaires ont été testées. Les spécimens ainsi produits ont été caractérisés par calorimétrie différentielle à balayage, essais de traction isotherme, déformation récupérable libre et génération de contrainte.

### **Calorimétrie différentielle à balayage**

- 1) Les essais DSC ont permis de constater que l'introduction du laminage à tiède et des recuits intermédiaires ne modifiait pas les températures de façon significative.
- 2) Au niveau des enthalpies de transformation, ces dernières ont montrées que le laminage à tiède entraînait une diminution de l'écrouissage par rapport aux spécimens laminés à froid.

### **Essais de traction isothermes**

- 1) Les essais de tractions isothermes ont montré que le laminage à tiède et le recuit intermédiaire permettaient d'abaisser les contraintes nécessaires à la déformation des échantillons, et ce grâce à un écrouissage moins important.
- 2) Au niveau de la déformation à la rupture, les différences ont été trop faibles pour pouvoir statuer sur l'influence de la méthode de mise en forme.
- 3) Les variations de l'énergie de déformation sont trop faibles pour pouvoir statuer au sujet de l'impact de la méthode de mise en forme sur ce paramètre.

### **Récupération de forme libre**

- 1) L'introduction du laminage à tiède et des traitements thermiques intermédiaires permet d'améliorer légèrement, de 6%, la déformation récupérable au premier cycle.
- 2) Considérant le nombre de cycles à la rupture, celui-ci augmente significativement avec l'augmentation de l'apport d'énergie thermique. L'échantillon de référence  $e=1.2(\text{CR})$  exhibe nombre de cycle à la rupture de 4017(41,4) alors que celui combinant laminage à tiède et IA casse après 6296(18,9) cycles en moyenne. Il y a donc augmentation du nombre de cycles à la rupture de plus de 50% et diminution de la dispersion des résultats de moitié.
- 3) Le laminage à tiède engendre également une augmentation du taux de dégradation  $\Delta\epsilon_r$  qui passe de 3.5% pour l'échantillon laminé à froid à 7% pour ceux laminés à tiède plus traitement thermique intermédiaire ( $e=1(\text{WR})+\text{IA}+e=0.2(\text{WR})$ ).

## Génération de contrainte

- 1) La contrainte générée au premier cycle est diminuée avec la diminution de l'écroutissage du matériau.  $\sigma_{r,1}$  passe de 1171(4) MPa pour la référence à 943(3) MPa pour  $e=1(WR)+IA+e=0.2(WR)$  soit une diminution de 20%. La dégradation de la contrainte générée est également affectée et augmente significativement en passant de 17% à 27% pour les mêmes spécimens.
- 2) En contrepartie, le laminage à tiède permet d'augmenter la durée de vie des échantillons de 160%, de 782(19) cycles à 2028(10) cycles. Une diminution de moitié de la dispersion des résultats est également constatable.
- 3) Les tests à contraintes générées égales ont montré que l'augmentation de la durée de vie n'est pas due à une simple diminution des contraintes générées. Il a été démontré que le laminage à tiède seul permet de diminuer l'endommagement des échantillons par rapport au laminage à froid. Au niveau du recuit intermédiaire, celui-ci permet un allongement de la vie en fatigue grâce à un endommagement limité lors de la dernière passe et/ou des changements microstructuraux restants à définir comme la texture.

Finalement, ce projet a permis de démontrer l'intérêt du laminage à tiède et du recuit intermédiaire pour l'augmentation et une régularisation de la durée de vie en fatigue des échantillons en alliage à mémoire de forme Ti-50.26 at.% Ni au prix d'une légère diminution des propriétés fonctionnelles.

## RECOMMANDATIONS

Ce projet a permis de démontrer que l'introduction du laminage à tiède et des traitements thermiques intermédiaires permettait d'améliorer considérablement la durée de vie du matériau. Dans cette section, quelques recommandations seront formulées afin de guider la suite des travaux.

Dans un premier temps, d'autres températures de laminage à tiède pourraient être testées. En particulier, une plage inférieure à 150°C permettrait de conserver une amorphisation importante tout en augmentant la ductilité du matériau lors de la mise en forme.

Au niveau des traitements thermiques post-déformation, seule la température de 400°C a été utilisée. Cette température ayant été désignée comme optimale pour les échantillons laminé à froid, il pourrait être pertinent d'étudier l'influence de différentes température de PDA sur les échantillons laminés à tiède.

Concernant la diminution de l'endommagement, l'observation au microscope optique et électronique à balayage n'a pas permis de la mettre en évidence. Afin d'accentuer le phénomène, de plus hauts taux de laminage de l'ordre de  $\epsilon=1.5-2$  pourraient être effectués à tiède. L'observation des microfissures serait alors facilitée par leurs plus grands nombres et leurs plus grandes tailles.

Enfin, l'hypothèse de la texturation de l'alliage n'a pas été vérifiée dans le cadre de ce projet. Une prochaine étape serait donc l'étude systématique de la texture des échantillons produits par laminage à tiède. Toujours au niveau microstructural, l'observation des échantillons au microscope électronique à transmission permettrait d'identifier l'effet du laminage à tiède sur la structure obtenue.



## ANNEXE I

### MANUFACTURING OF NANOSTRUCTURED TI-NI SMA BY MEANS OF COLD/WARM ROLLING AND ANNEALING THERMAL TREATMENT

Yann Facchinello<sup>1</sup>, Vladimir Brailovski<sup>1</sup>,  
Sergey D. Prokoshkin<sup>2</sup>, Thomas Georges<sup>1</sup>, Sergey M. Dubinskiy<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>École de technologie supérieure, 1100 Notre-Dame Street West, Montreal (PQ),  
H3C 1K3, Canada

<sup>2</sup>National University of Science and Technology "MISIS", Leninsky prosp. 4, Moscow  
119 049, Russia

Submitted to the Journal of Materials Processing Technology on October 18<sup>th</sup>, 2011

**Abstract.** In this study, different combinations of cold and warm rolling are compared to determine the processing conditions that will best allow the production of nanostructured Ti-Ni shape memory alloy, while reducing mechanical damage from rolling and enhancing the material texture. The processed alloy is characterized using stress-free strain recovery and constrained stress recovery techniques, both in static and cyclic regimes. The results of a comparative functional characterization of nanostructured Ti-Ni alloy obtained by six different manufacturing routes are discussed and evaluated.

#### Introduction

Ti-Ni shape memory alloys (SMA) are the SMAs most commonly used for actuator applications. Recent research shows that nanocrystalline Ti-Ni alloys produced by severe cold rolling and post-deformation annealing exhibit exceptional properties in terms of stress and strain recovery and functional stability (Brailovski et al., 2010; Brailovski et al., 2006). The term "nanocrystalline structure (NCS)" describes a structure which consists of nano-sized grains, i.e., structure elements surrounded by high-angle boundaries. However, due to microcracks created during cold working, fatigue life decreases as the level of initial cold working increases, and a mixed "NCS + nanosubgrained (NSS)" structure becomes more effective (Demers et al., 2006). The term "nanosubgrained structure (NSS)" describes a polygonized dislocation substructure that consists of nano-sized subgrains, i.e., structure elements surrounded by low-angle boundaries (subboundaries). In order to decrease the microcrack occurrence while keeping the benefits of nanocrystalline structure, the replacement of cold rolling by warm rolling seems to be a promising avenue. As shown in (Prokoshkin et al., 2005), a nanocrystalline structure can also be formed in conditions of warm high-pressure torsion up to deformation temperatures of 300-350°C in non-aging, and somewhat above 400°C in aging Ti-Ni SMA. By increasing the rolling temperature, alloy ductility should be improved, resulting in a lower mechanical damage of the final product without compromising the processing grain refinement capacity. Warm rolling also appears

to enhance the material texture (Hao et al., 2006), which should further improve the SMA functional properties (Homma et al., 2008; Shu and Bhattacharya, 1998).

In this study, different combinations of cold and warm rolling (CR, WR), intermediate annealing (IA) and post-deformation annealing (PDA) creating nanostructures are realized, and the processed material is characterized using two complementary testing routines: stress-free and constrained recovery testing under both static and cyclic regimes. These tests are designed to highlight and evaluate the eventual benefits of warm rolling and intermediate annealing on this material's fatigue behavior.

### Experimental procedure

**Manufacturing equipment.** The manufacturing equipment is a four-high FENN laboratory rolling mill combined with a spooler and a take-up reel system (Figure 1). The rolling mill is combined with a continuous direct electric current resistance heating system inspired by (Hao et al., 2006; Prokoshkin et al., 2005; Yanagimoto and Izumi, 2009). This heating system consists of a current generator (Sorensen, DLM 40-15 Series) and two graphite connectors. An infrared temperature sensor (CT 20/1, Optris) capable of measuring the temperature of a  $\varnothing 0.6$  mm target at a distance of 10 mm in the  $-40^{\circ}\text{C}$  to  $900^{\circ}\text{C}$  range is used to control the wire temperature on the rolling mill entry.

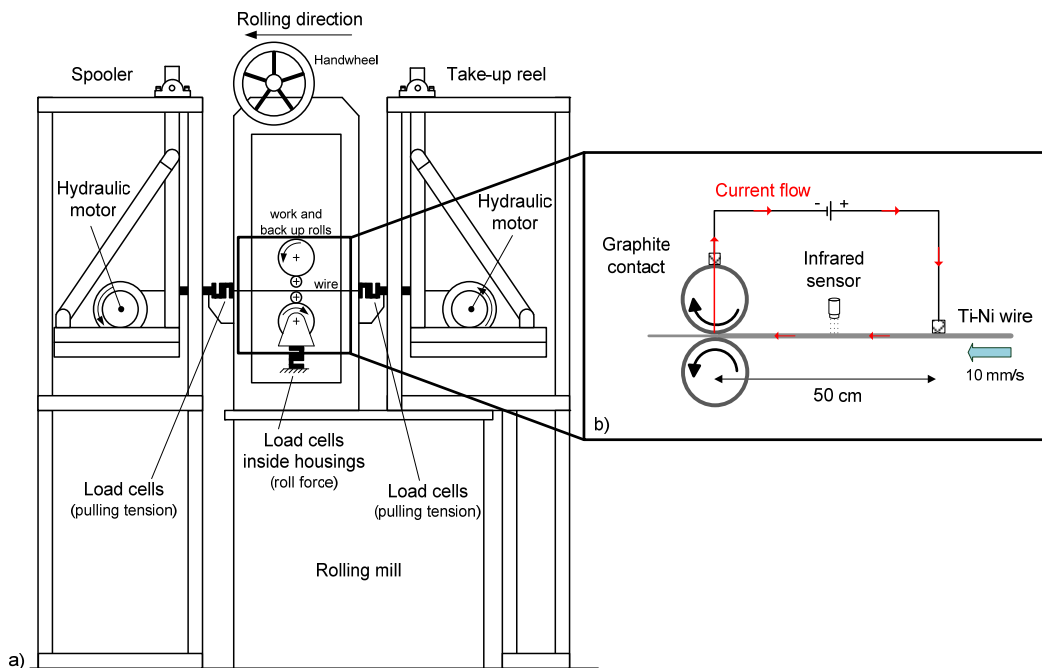


Figure 1 Schematic view of the a) rolling mill and pulling tension system (Demers et al., 2009a) and b) electric heating system

**Materials and processing.** A 1 mm diameter Ti-50.26at.%Ni wire supplied by SAES Getters was annealed at 700°C for 1h and then subjected to different processing routes. All of the wire samples were rolled with a pulling tension corresponding to 10% of the material's yield stress at a speed of 10 mm/s, to a total logarithmic thickness reduction of  $e = 0.7, 1.2$  and 1.5.

To limit the number of variables and select a unique temperature for warm rolling processing, the DSC testing (Perkin-Elmer Pyris 1 DSC, heating-cooling rate 50 °C/min) was performed on the specimens rolled at three temperatures: 20, 150 and 250°C. For thickness reductions  $e=0.7$  and 1.5 and at all three rolling temperatures, no endothermic peaks related to martensite-austenite transformation can be observed upon further heating (Figure 2). This is the result of a strong material hardening during the plastic deformation that stabilizes austenite and suppresses martensitic transformation (Prokoshkin et al., 2005). The latter becomes possible after heating in the DSC chamber up to 500°C, as observed on all the DSC plots upon cooling.

Note also that after rolling at 20 and 150°C, small exothermic peaks become visible in the vicinity of 250°C, indicated by arrows on Figure 2. These peaks are related to the crystallization and grain growth of the material partially amorphized during severe plastic deformation (Inaekyan et al., 2009). The peaks appearing during heating after higher CR strain are more intensive and are shifted to higher temperatures. This is due to the higher amorphous phase fraction formed as a result of higher CR strain (Ewert et al., 1997; Inaekyan et al., 2009; Prokoshkin et al., 2010). No such peaks can be observed on the DSC plots of specimens rolled at 250°C, however, that correlates with (Prokoshkin et al., 2005) data for non-aging Ti-Ni alloys. Considering the presence of such a peak as an indicator of material amorphization and therefore as a favorable condition for obtaining NCS material, it was decided to limit warm rolling temperature to 150°C ( $\sim 0.15 \cdot T_m$ ). Room-temperature rolling is kept in this study as a reference processing.

An intermediate thickness reduction of  $e=1.2$  was considered, as it represents a good compromise between  $e=0.7$  and  $e=1.5$  in terms of the capacity of manufacturing mainly nanocrystalline (but partially nanosubgrained) material as a result of PDA, while limiting the potential damage during severe plastic deformation (see Figure 3 for strain-stress-temperature diagrams).

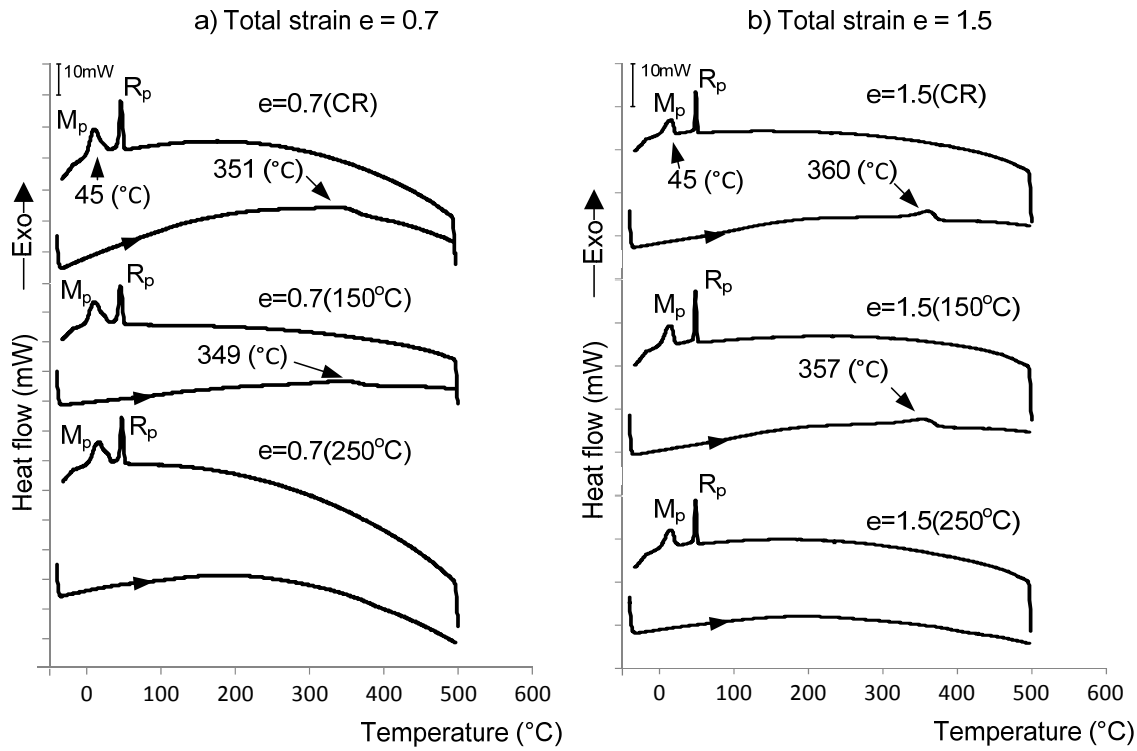


Figure 2 DSC plots of specimens deformed at a total true strain: (a)  $e=0.7$  and (b)  $e=1.5$  with rolling-mill entry temperatures of 20, 150 and 250°C

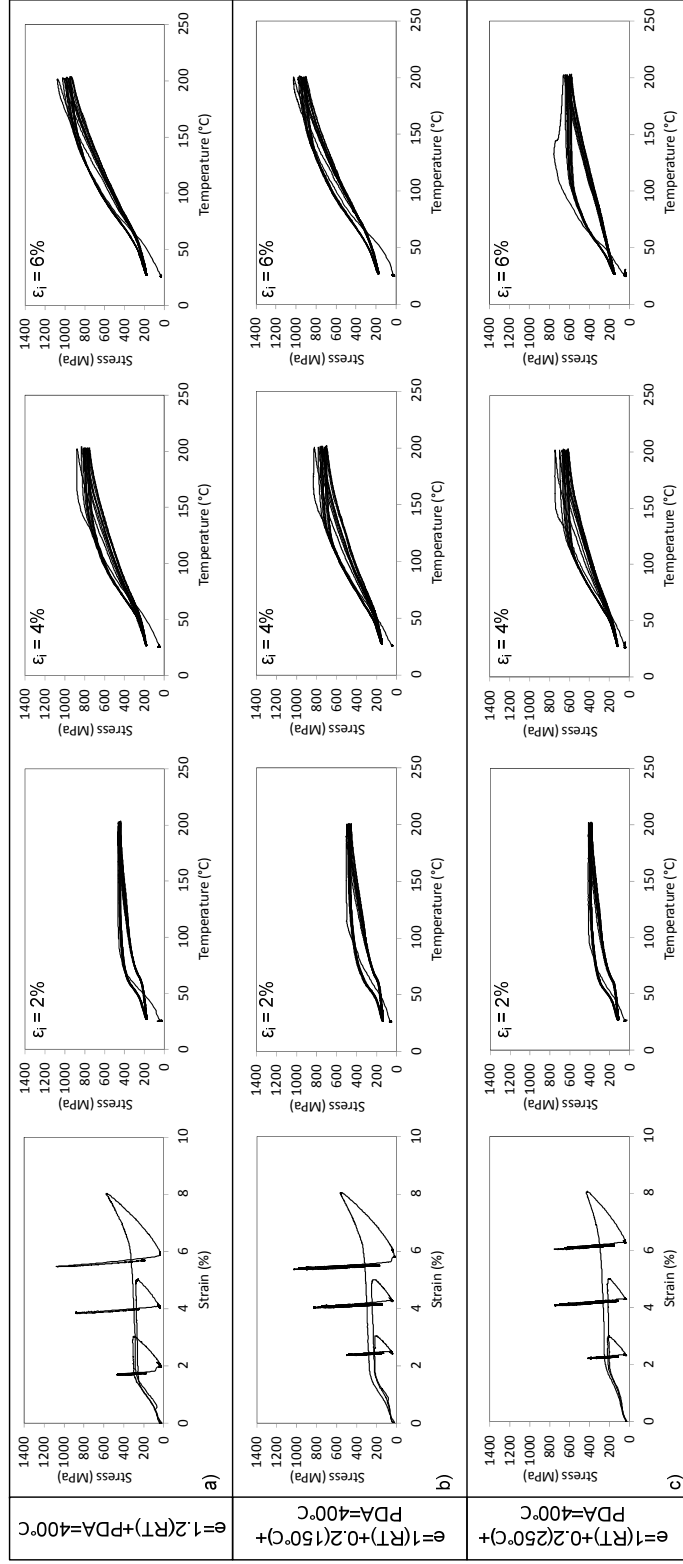


Figure 3 Stress-strain (a-c) and stress-temperature (d-e) diagrams of specimens deformed at a total strain of  $e=1.2$  with the rolling-mill entry temperature of 20, 150 and 250°C for the last rolling pass ( $e=0.2$ )

Six processing routes (see Table 1 and Figure 4) were designed: Route 1 (or the reference route) consisted of cumulative CR up to  $e = 1.2$  (five passes). Route 2 corresponded to CR (four passes) up to  $e = 1$  followed by a single-pass WR ( $e = 0.2$ ). Route 3 corresponded to a single-pass CR up to  $e = 0.3$  followed by four-pass WR ( $e = 0.9$ ). Routes 4 and 5 contained an intermediate annealing operation (IA,  $400^{\circ}\text{C}$ , 1h) with final CR ( $e = 0.2$ ) or WR ( $e = 0.2$ ), respectively. And lastly, route 6 consisted of full warm rolling combined with an intermediate annealing. The final step of each route was PDA at  $400^{\circ}\text{C}$  for 1h; the annealing conditions found most effective in creating NCS in the studied alloy (Inaekyan et al., 2009; Prokoshkin et al., 2010).

On one hand, Routes 2 and 3 were designed to assess the benefits of warm rolling as compared to cold rolling in terms of lower material damage. On the other hand, Routes 4, 5 and 6 correspond to cold and warm rolling of the nanostructured material obtained after CR  $e=1$  and  $\text{IA}=400^{\circ}\text{C}$ , 1h. According to (Prokoshkin et al., 2010), such a material contains a mixture of nanograins and nanosubgrains with the average size about 45 nm. It is hypothesized that cold and warm rolling of the nanostructured material should result in its intensive texturization, which could enhance the alloy's functional properties. For every case, accumulated rolling was started from a completely martensitic material ( $M_f = 57$ ,  $M_s = 44$ ,  $A_s = 76$  and  $A_f = 93^{\circ}\text{C}$ , as measured by PerkinElmer Pyris 1 DSC at  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ).

Table 1: Specimens' designations and corresponding processing routes

Routes	Identification	Step 1	Step 2	Step 3	Step 4
1	$e=1.2(\text{CR})$	$e=1.2(\text{CR})$	PDA $400^{\circ}\text{C}$	-	-
2	$e=1(\text{CR}) + 0.2(\text{WR})$	$e=1(\text{CR})$	$e=0.2(\text{WR})$	PDA $400^{\circ}\text{C}$	-
3	$e=0.3(\text{CR}) + 0.9(\text{WR})$	$e=0.3(\text{CR})$	$e=0.9(\text{WR})$	PDA $400^{\circ}\text{C}$	-
4	$e=1(\text{CR})+(\text{IA})+e=0.2(\text{CR})$	$e=1(\text{CR})$	IA $400^{\circ}\text{C}$	$e=0.2(\text{CR})$	PDA $400^{\circ}\text{C}$
5	$e=1(\text{CR})+(\text{IA})+e=0.2(\text{WR})$	$e=1(\text{CR})$	IA $400^{\circ}\text{C}$	$e=0.2(\text{WR})$	PDA $400^{\circ}\text{C}$
6	$e=1(\text{WR})+(\text{IA})+e=0.2(\text{WR})$	$e=1(\text{WR})$	IA $400^{\circ}\text{C}$	$e=0.2(\text{WR})$	PDA $400^{\circ}\text{C}$

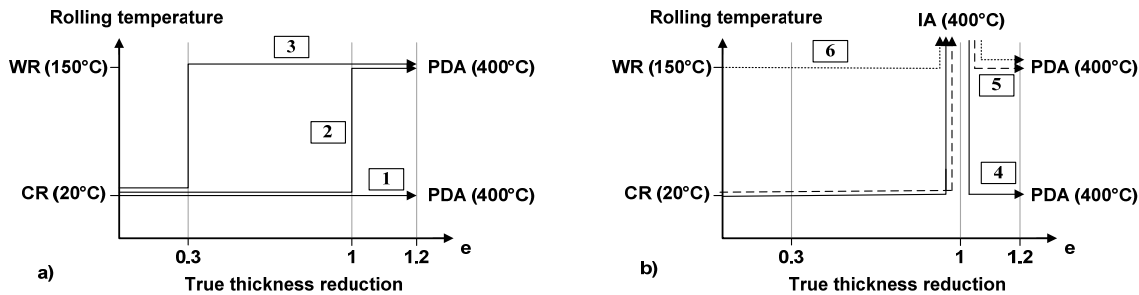


Figure 4 Schematic representation of the six processing routes: a) Routes 1-3, b) Routes 4-5-6

### Microstructural analysis

The structure and substructure evolution was studied using a JEOL 2100 CX transmission electron microscope. Thin foils are prepared using the “window” technique and by electrolytic polishing in an HClO<sub>4</sub>+CH<sub>3</sub>COOH solution.

### Characterization

Prior to thermomechanical testing, DSC and RT tensile testing till failure were performed on specimens produced by each processing route. DSC testing was necessary to determine the temperature ranges of the direct and reverse martensitic transformations -- the information required to establish thermomechanical testing temperature conditions. Tensile testing was deemed useful to assess the influence of the processing conditions on the general material characteristics (transformation and dislocation yield stresses, ultimate tensile strength, extent of the martensite reorientation plateau, elongation till failure, etc.).

Stress-free recovery testing was performed on the Enduratec ELF 3200 (Bose) testing equipment combined with a customized temperature controller. A 50 mm length sample was strained up to a 9% strain level (Figure 5a: O - A). Stress was then released to allow the elastic springback (A - B). The initial strain was then set at  $\varepsilon_i = 6-7\%$  depending of the processing route to be followed by the sample. When state B was reached, a switch turned on the electrical current. A K-thermocouple was used to measure the specimen temperature. When the sample was at a temperature of complete shape recovery (100°C in our case) (B - C), the current was turned off and the sample was free air-cooled down to RT (C - E) before the next cycle was started. The test was repeated up to sample failure. A typical stress-strain curve is shown in Figure 5a, where  $\varepsilon_r$  is the recovery strain upon heating,  $\varepsilon_{TW}$  is the two-way shape memory strain upon cooling, and  $\varepsilon_p$  is the irrecoverable strain due to plastic deformation.

Constrained recovery testing was performed on the custom testing bench described in (Demers et al., 2009b). A 70 mm long sample was strained up to 9% (Figure 5b): (O - A), then released to allow the elastic springback (A - B). The initial strain was then set at  $\varepsilon_i = 6-7\%$ . The constrained specimen was heated from room temperature to 200°C to allow the almost complete reverse martensitic transformation (B - C), and then free air-cooled to room temperature. The maximum generated stress  $\sigma_r$  was measured. This cycle was repeated up to sample failure. Figure 5b shows a typical stress-strain curve for the constrained recovery test. To quantify the evolution of material properties during repetitive actuation, the recovery strain degradation rate  $\Delta\varepsilon_r$  and recovery stress degradation rate  $\Delta\sigma_r$  are introduced as:

$$\Delta\varepsilon_r = \frac{(\varepsilon_1 - \varepsilon_{500})}{\varepsilon_1} \text{ and } \Delta\sigma_r = \frac{(\sigma_1 - \sigma_{500})}{\sigma_1}$$

where  $\varepsilon_1$  ( $\sigma_1$ ) and  $\varepsilon_{500}$  ( $\sigma_{500}$ ) are the recovery strains (stress) at the first and the 500<sup>th</sup> cycle, respectively. The value of the two-way recovery strain ( $\varepsilon_{tw}$ ) is also assessed at the 500<sup>th</sup> cycle of testing. The value of 500 is defined by the shortest fatigue life observed in the fatigue tests.

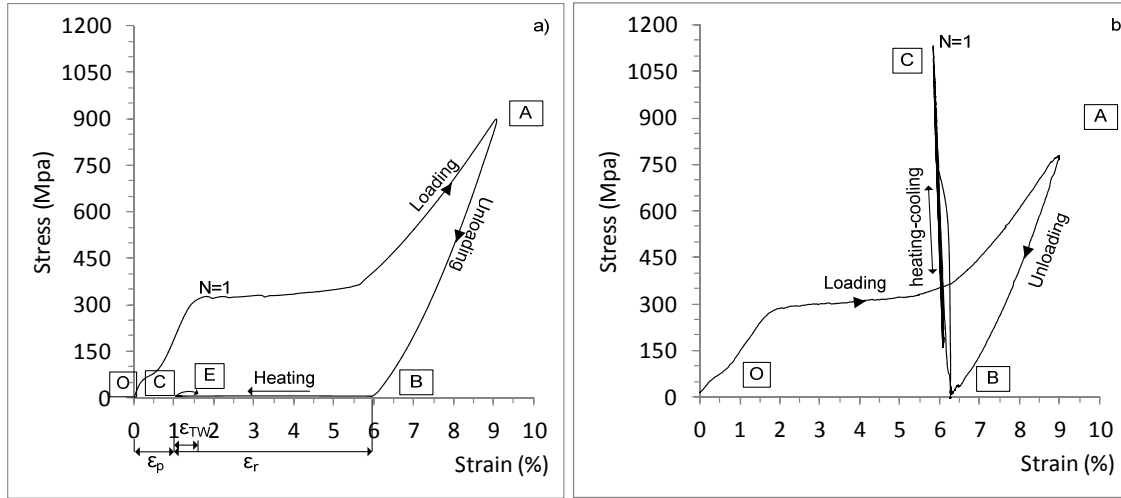


Figure 5 Stress-strain plots: a) stress-free recovery testing and b) constrained recovery testing; both for N=1 (Ti-50.26 at% Ni after e=1.2 CR + PDA 400°C, 1h)

For each processing route, four samples were tested for stress-free and constrained-recovery performance. Their mean values (Mean) and coefficient of variation (CV), which is commonly defined as a ratio of the standard deviation to the mean,

$$CV = \frac{1}{X_{mean}} \left( \frac{\sum_{i=1}^n (X_{mean} - X_i)^2}{n - 1} \right)^{\frac{1}{2}} \times 100\%$$

were calculated for first-cycle recovery strain (stress), strain (stress) degradation rates and the numbers of cycles to failure. For stress-free and constrained recovery testing,  $p = 0.05$  was judged sufficient to assess the statistical significance of the data obtained.

## RESULTS

### Transmission Electron Microscopy

For TEM analysis, four representative thermomechanical processing routes were selected (note that the final operation in all cases consisted of post-deformation annealing at 400°C, 1h):

- 1.2CR, or Route 1, selected as a reference;
  - 0.3CR+0.9WR, or Route 3, devised to assess the influence of WR on the material structure;
  - 1CR+IA+0.2CR, or Route 4, devised to assess the influence of deformation of the nanograined material resulting from intermediate annealing (IA) of the severely deformed alloy; and
  - 1WR+IA+0.2WR, or Route 6, devised to assess the influence of both WR and IA.
- The specific features of the microstructure resulted from Routes 1, 3, 4, and 6 are described below:



Route 1, 1.2CR (Figure 6a). In the bright- and dark-field images (BF and DF), essentially nanocrystalline structure (NCS) with grain size within the 15-70 nm range can be observed. From the DF images, a limited quantity (about 10-15%) of nanosubgrained structure (NSS) can also be detected, identified as medium size (up to 150 nm) constellations of several bright zones representing subgrains with low-angle boundary misorientation. The microdiffraction pattern illustrates diffraction rings typical for NCSs consisting of a large number of point-wise uniformly distributed reflexes. Zones of agglomerated reflexes indicating the presence of NSS ((Brailovski et al., 2006), (Prokoshkin et al., 2010)) are less dominant. Generally speaking, the reference microstructure is similar to that observed after severe CR ( $\epsilon=1.5$ ) and PDA (400°C, 1h) of the same alloy (Prokoshkin et al., 2010).

Route 3, 0.3CR+0.9WR (Figure 6b). On the BF and DF images, NCS with grain sizes greater than those after reference processing (30-150 nm) can be observed. A greater quantity of NSS is also visible. Consistently, on the microdiffraction pattern, point-wise indexes are less numerous, and the diffraction intensity is less uniformly distributed than in the reference process.

Route 4, 1CR+IA+0.2CR (Figure 6c). Essentially, NCS is observable with grain size in the 50-120 nm range, which is comparable to that after Route 3 and 1.5-2 times larger than after reference processing. This observation is consistent with the reflex distribution on the microdiffraction pattern. The quantity of NSS seems to be very limited, because it is not readily detectable on the BF and DF images or in the microdiffraction pattern.

Route 6, 1WR+IA+0.2WR (Figure 6d). BF and DF images indicate a material that has substantially NSS, however NCS is also present. Grains, subgrains and subgrain groups (polygonized areas) are significantly larger than after the reference annealing (up to 200 nm). Within subgrains, an increased dislocation density can be mentioned. Microdiffraction pattern observations are consistent with BF and DF images, because this pattern contains azimuthally-broadened diffraction spots (arcs), one of the distinct characteristics of the polygonized dislocation substructure (Brailovski et al., 2010; Brailovski et al., 2006).

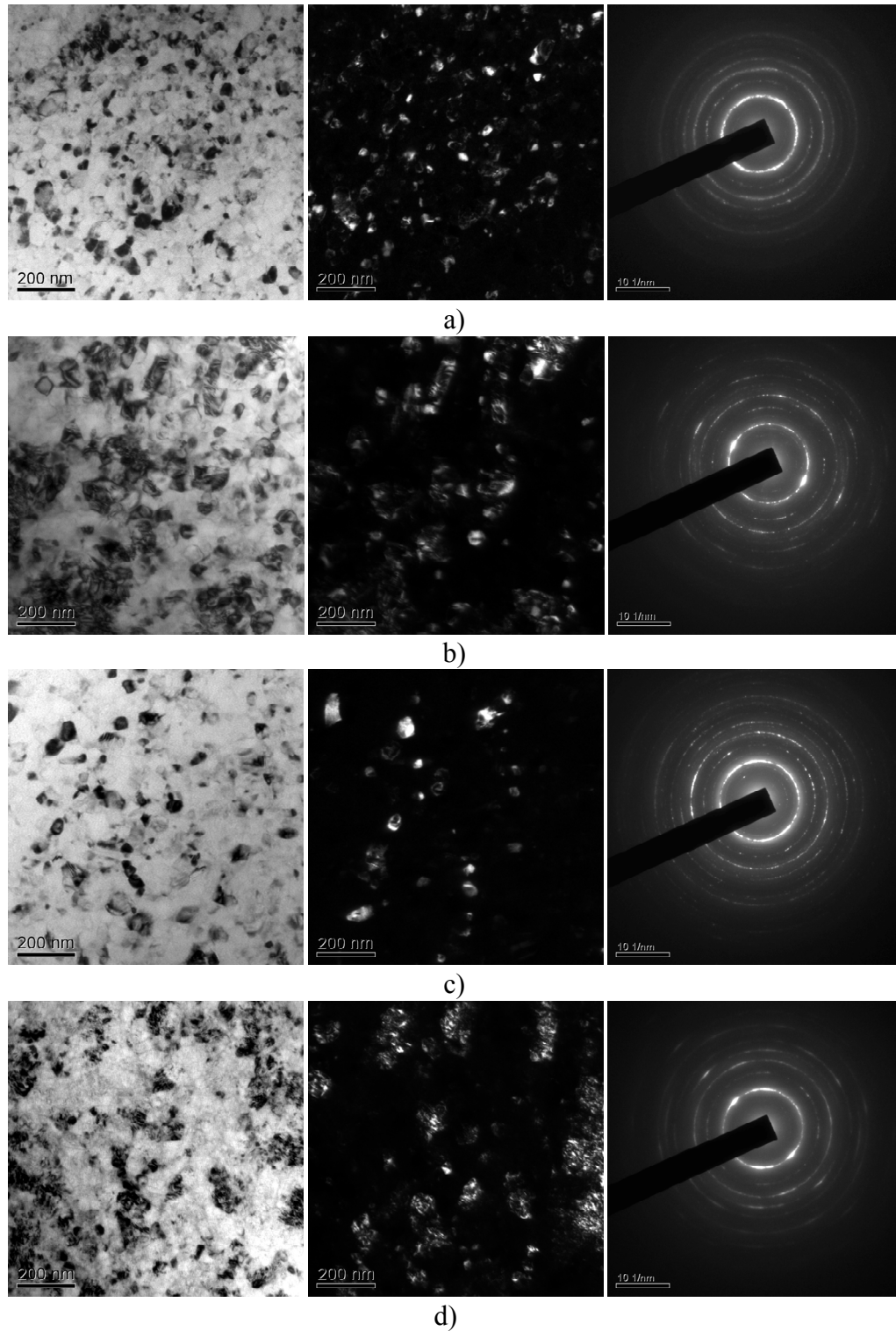


Figure 6 TEM images of Ti-50.26%Ni alloy after different TMP routes: a) Route 1, 1.2CR, b) Route 2, 0.3CR+0.9WR, c) Route 3, 1CR+IA+0.2CR, and d) Route 4, 1WR+IA+0.2WR. From left to right: bright-field image, dark-field image, microdiffraction pattern

### DSC and tensile testing

In Figure 7 and Figure 8, DSC plots and stress-strain diagrams till failure are presented for each processing route.

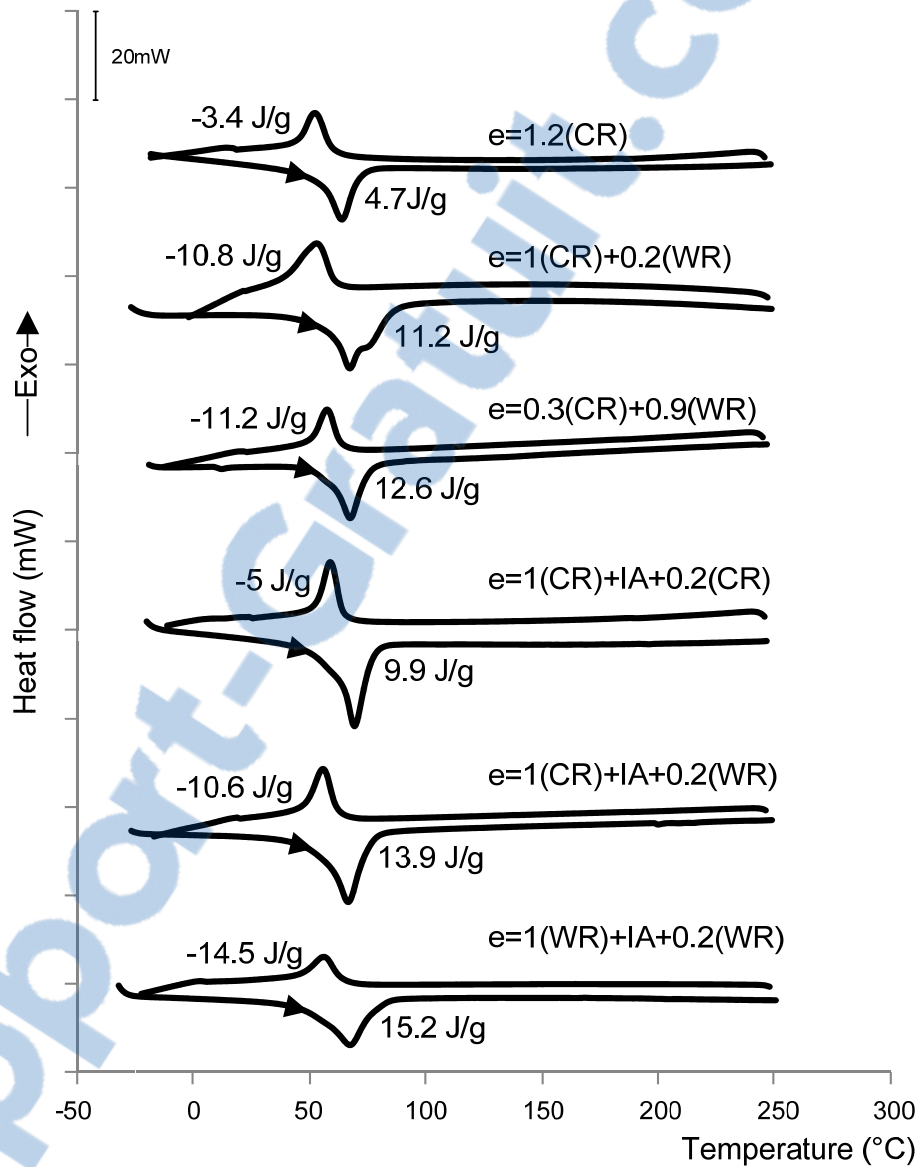


Figure 7 DSC plots after six processing routes

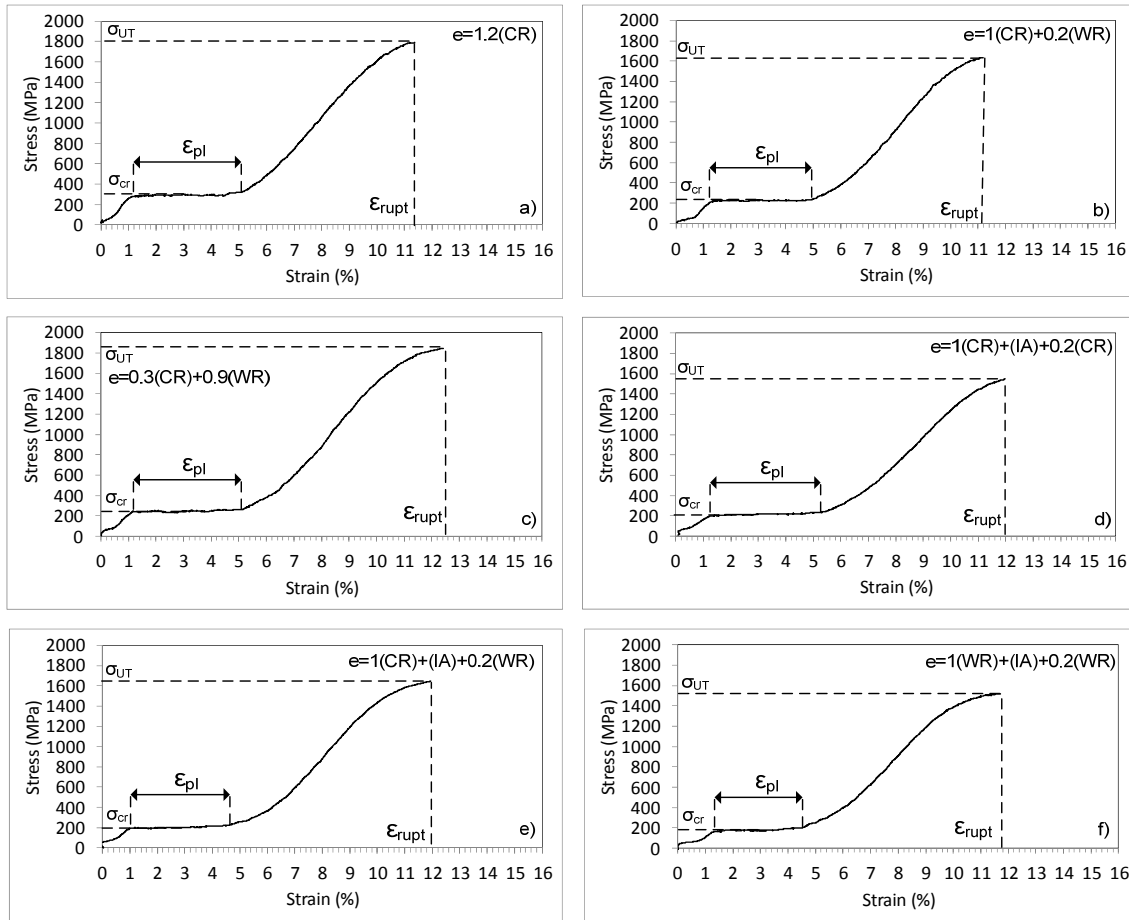


Figure 8 Stress-strain diagrams obtained during RT tensile testing after six processing routes

### Stress-free recovery

In Figure 9 and Figure 10, stress-strain curves corresponding to multi-cycle stress-free recovery testing, as well as the initial  $\epsilon_i$ , permanent  $\epsilon_p$  and two-way  $\epsilon_{TW}$  strains as functions of the number of cycles are plotted for six processing routes. The difference between  $\epsilon_i$  and non-recoverable or permanent strain upon heating,  $\epsilon_p$ , is labeled as recovery strain  $\epsilon_r$ . Table 2 summarizes the results for all of the specimens tested. The statistical treatment includes mean values, standard deviation as a percentage of the means value and p-value from the Student's test in respect to the reference case (Route 1, CR  $e=1.2$ ).

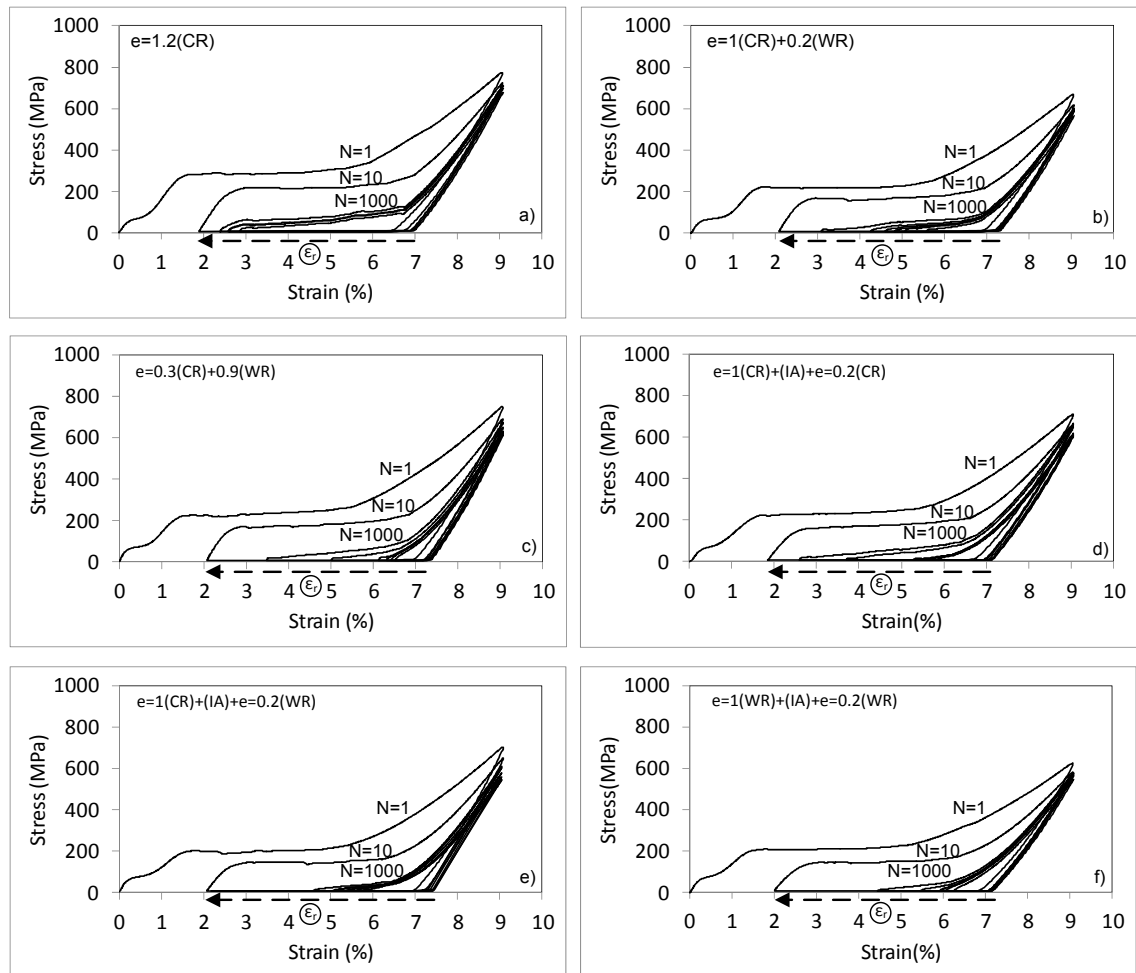


Figure 9 Typical set of stress-strain diagrams obtained during stress-free recovery testing mode after six processing routes

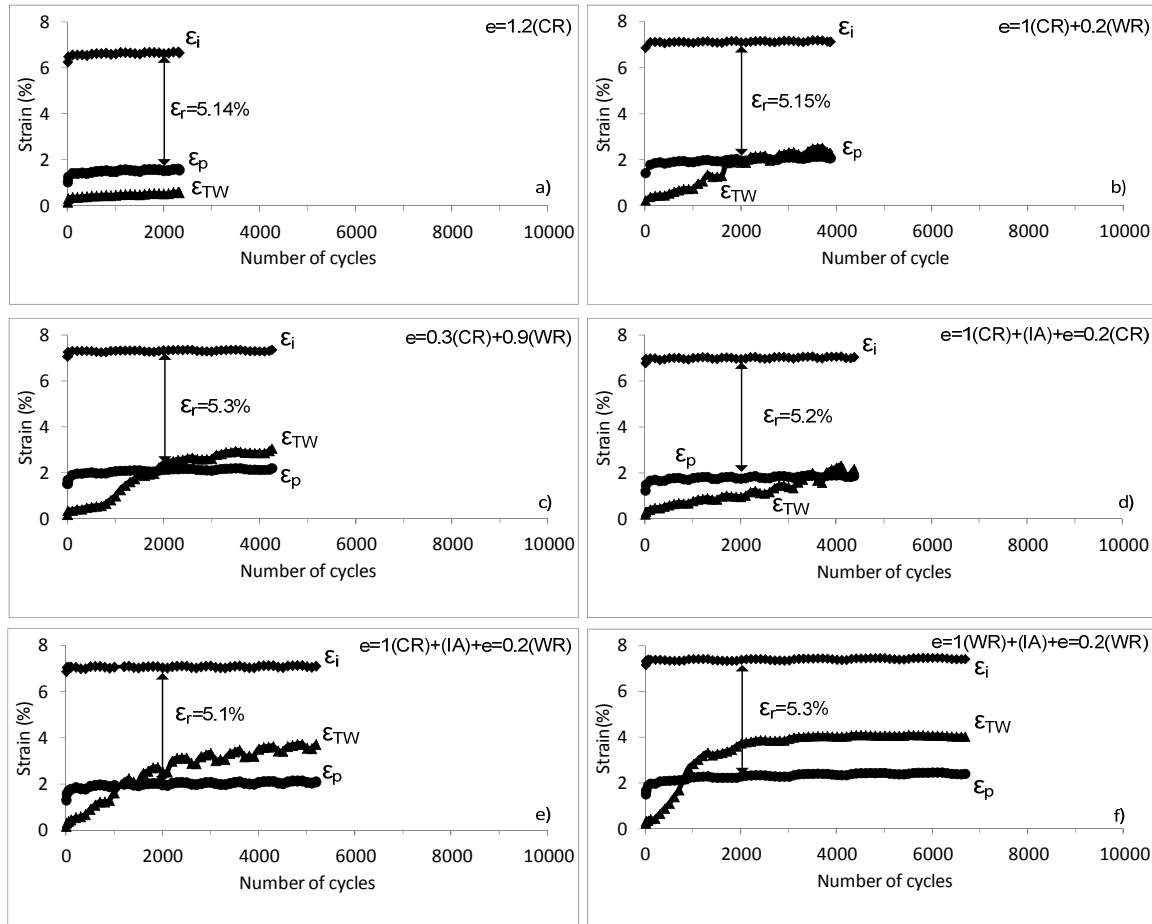


Figure 10 Typical set of strain-temperature diagrams containing the initial ( $\epsilon_i$ ), permanent ( $\epsilon_p$ ) and two-way ( $\epsilon_{TW}$ ) strains as functions of the number of cycles after six processing routes; recovery strain  $\epsilon_r$  is a difference between the initial ( $\epsilon_i$ ) and the permanent ( $\epsilon_p$ ) strain

Table 2 Stress-free recovery testing: first cycle recovery strain  $\epsilon_1$  (%), recovery degradation rate  $\Delta\epsilon_r$  (%), two-way recovery strain ( $\epsilon_{TW}$ ) and number of cycles to failure  $N_f$  ( $\Delta\epsilon_r$  and  $\epsilon_{TW}$  are taken for the 500th cycle)

Identification	$\epsilon_1$ (CV), (%)	$\Delta\epsilon_r$ , (CV) (%)	$\epsilon_{TW}$ (CV), (%)	$N_f$ , (CV), %
$e=1.2(\text{CR})$	5,3 (1,9)	2,4 (54)	0,45 (7,8)	4017 (41)
$e=1(\text{CR}) + 0.2(\text{WR})$	5,5 (1,3)*	4,9 (13)*	0,54 (10,6)	5976 (31)
$e=0.3(\text{CR}) + 0.9(\text{WR})$	5,6 (0,8)*	5,0 (22)*	0,80 (53,5)	4727 (13)
$e=1(\text{CR}) + (\text{IA}) + e=0.2(\text{CR})$	5,6 (0,6)*	6,2 (22)*	0,57 (8,8)	5041 (12)
$e=1(\text{CR}) + (\text{IA}) + e=0.2(\text{WR})$	5,6 (1,9)*	7,3 (11)*	0,94 (6,4)	6552 (20)*
$e=1(\text{WR}) + (\text{IA}) + e=0.2(\text{WR})$	5,5 (2,2)*	6,0 (23)*	0,97 (16,9)	6296 (19)*

### Constrained recovery

Stress-temperature diagrams obtained during multi-cycle constrained recovery testing are presented in Figure 10. In Figure 12, the recovery stress evolution is plotted as a function of the number of cycles for all of the processing routes. Sample failure is marked by a cross sign. The maximum recoverable stresses, the number of cycles at failure  $N_f$  and the stress recovery degradation rate are collected in Table 3. The statistical treatment includes mean values, standard deviation as a percentage of the mean value and p-value from the Student test in respect to the reference case (Route 1, CR e=1.2).

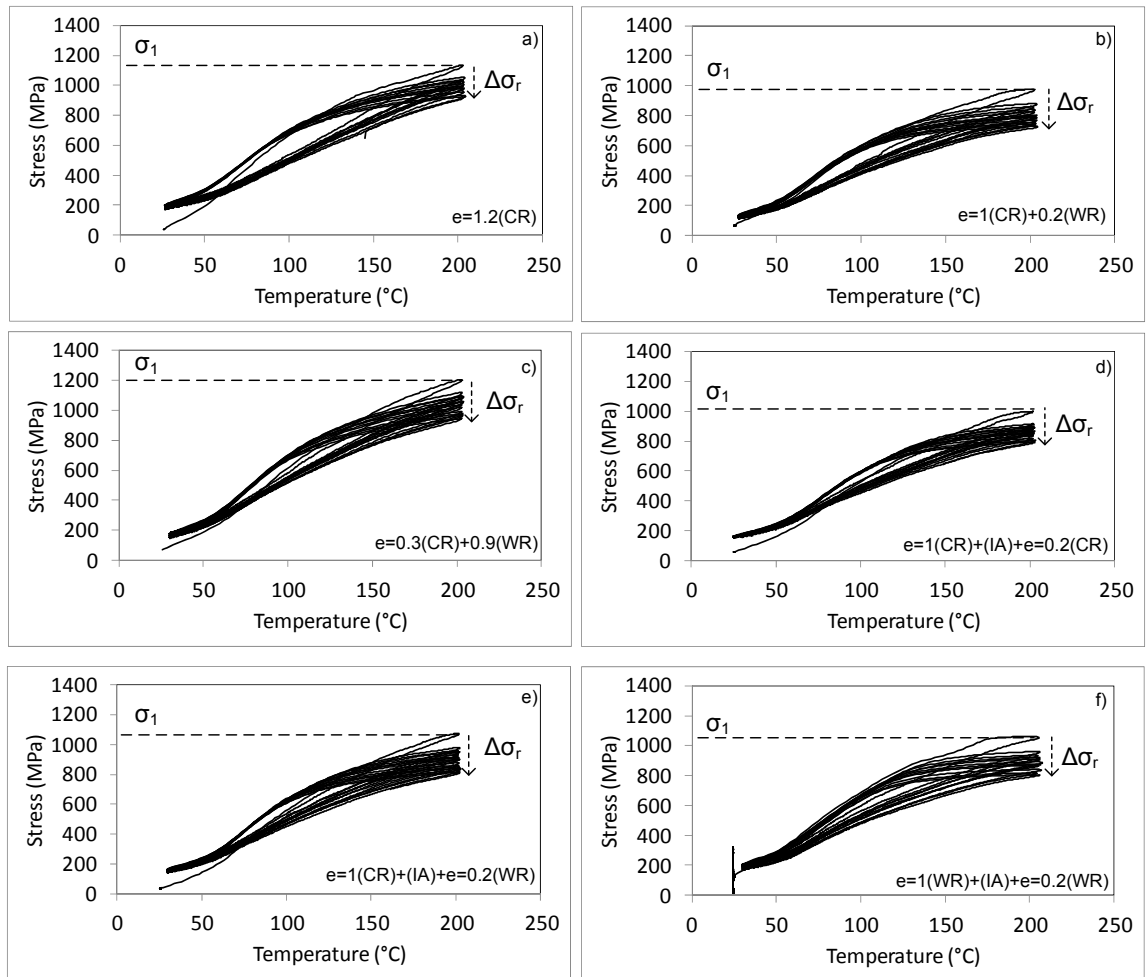


Figure 11 Typical set of stress-temperature diagrams obtained during multi-cycle constrained recovery testing after six processing routes

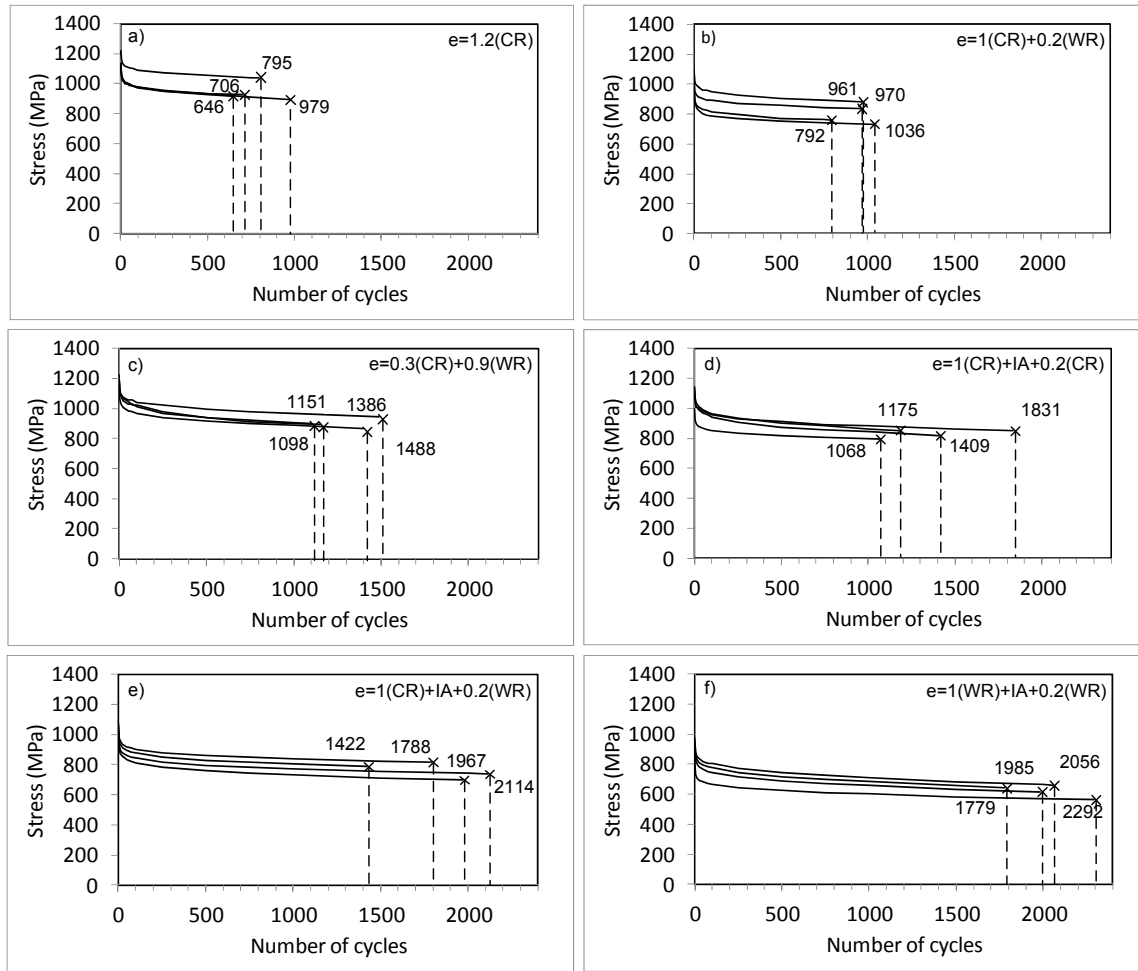


Figure 12 Typical set of recovery stress - number of cycles diagrams for Ti-50.26 at% Ni after the six processing routes

Table 3: Constrained recovery testing: first cycle recovery stress  $\sigma_1$  (MPa), number of cycles to failure  $N_f$  and constrained recovery stress degradation rate,  $\Delta\sigma_r$  (%)

Route	Identification	$\sigma_1$ (CV), MPa(%)	$\Delta\sigma_r$ (CV), %(%)	$N_f$ (CV), %
1	e=1.2(CR)	1171 (4)	17 (12)	782 (19)
2	e=1(CR) + 0.2(WR)	1069 (5)*	20 (15)	940 (11)
3	e=0.3(CR) + 0.9(WR)	1194 (2)	21 (12)*	1281 (15)*
4	e=1(CR) + (IA) + e=0.2(CR)	1106 (4)	20 (14)	1371 (25)*
5	e=1(CR) + (IA) + e=0.2(WR)	1035 (3)*	22 (8)	1823 (16)*
6	e=1(WR) + (IA) + e=0.2(WR)	943 (3)*	24 (2)*	2028 (10)*

\* Significantly different from reference (p-value<0.05)



## Discussion

Previous studies have shown that severe cold rolling followed by a post deformation annealing (PDA) at 400°C for 1 h of Ti-50.0% and Ti-50.26%Ni alloys results in a nanostructured material with exceptional functional properties (Brailovski et al., 2010; Brailovski et al., 2006; Demers et al., 2009b; Prokoshkin et al., 2010). However, significant mechanical damage created by the severe cold working process decreases the fatigue life of these materials (Brailovski et al., 2010; Demers et al., 2009b). According to the results presented in this study, a specific combination of CR, WR and annealing steps could reduce mechanical damage and increase the fatigue life of Ti-Ni SMAs.

DSC and tensile testing. The results of DSC and tensile testing do not indicate any significant changes caused by processing. The transformation temperature ranges and the enthalpies of the direct and reverse martensitic transformation, as well as the mechanical characteristics of the alloy remain very close regardless of the processing conditions. The only exception is that for the entirely CR-material, the transformation enthalpy is lower and the transformation yield stress is higher than for other processing routes. The results of the DSC and tensile testing are presented in Table 4.

Table 4: Results of the DSC and tensile testing ( $R_p$ ,  $A_p$  and  $M_p$  are the peak temperatures of  $B2 \rightarrow R$ ,  $B19' \rightarrow B2$  and  $B2(R) \rightarrow B19'$  transformations)

Identification	$\sigma_{cr}$ (CV) MPa(%)	$\sigma_{UT}$ (CV) MPa(%)	$\epsilon_{rupt}$ (CV) %(%)	$\epsilon_{pl}$ (CV) %(%)	$R_p$ (°C)	$A_p$ (°C)	$M_p$ (°C)
e=1.2(CR)	222 (9)	1 741 (2)	11.1 (3)	3.8 (4)	---	60	49
e=1(CR) + 0.2(WR)	199 (20)	1 604 (5)	11.2 (6)	3.9 (6)	61	68	46
e=0.3(CR) + 0.9(WR)	212 (12)	1 796 (2)	11.7 (4)	3.9 (2)	---	63	53
e=1(CR) + (IA) + 0.2(CR)	187 (13)	1 540 (5)	11.4 (3)	3.6 (4)	---	62	55
e=1(CR) + (IA) + 0.2(WR)	177 (10)	1 652 (3)	11.3 (5)	3.4 (3)	---	63	51
e=1(WR) + (IA) + 0.2(WR)	177 (9)	1 551 (2)	11.4 (4)	3.3 (4)	---	65	55

**Stress-free recovery.** The results presented in Table 2 and shown in Figure 8 indicate that the initial recoverable strain  $\epsilon_r$  remains almost constant and equal to about 5.5%, while the final strain varies from 5.1 to 5.3% depending on the processing route. Despite the large scattering of data related to the number of cycles to failure, the Student's test shows that samples which followed the processing of Routes 5 and 6 exhibit the longest fatigue life among all the samples. It should be noted, however, that the greater the warm rolling portion in the total processing thickness reduction, the higher the two-way  $\epsilon_{TW}$  strain (Figure 8).

Furthermore, Table 2 and Figure 13 show that processing routes containing a large WR fraction (Route 3) and/or IA (Routes 4-6) result in smaller  $N_f$  scattering. This higher reproducibility indicates a lower level of processing-related mechanical damage. However, Figure 13 also indicates that the fatigue life increase related to the presence of WR and IA is obtained at the price of a small but notable decrease in the functional stability of the material. This last trend is indeed discouraging, but as shown further in this work, it does not necessarily represent the price to pay for a longer fatigue life.

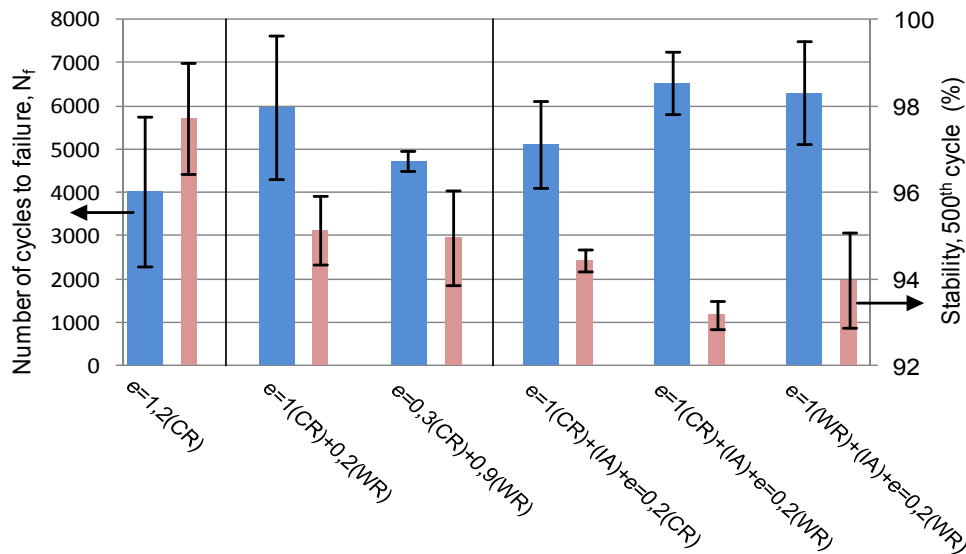


Figure 13 Number of cycles to failure and stability for stress-free recovery testing

**Constrained recovery.** Figure 14 indicates the number of cycles to failure and the functional stability for the constrained recovery testing. Observing the number of cycles to failure, it is clear that the greater the WR strain, the higher the fatigue life. This corresponds to 782(19%) cycles for Route 1 (CR only) and 1281(15%) for Route 3:  $e = 0.3(\text{CR}) + e = 0.9(\text{WR})$ , Table 3. However, fatigue life is definitely the longest ( $N_f = 2028(10\%)$ ,  $p < 0.05$ ) for the processing route with intermediate annealing: Route 6,  $e = 1(\text{WR}) + (\text{IA}) + e = 0.2(\text{WR})$ . This route, however, results in the lowest recovery stresses (see Table 3) and the highest two-way strains (see Figure 10); the latter probably due to a strong rolling texture created during warm rolling and a higher contribution of plastic deformation to the deformation mechanisms.

According to (Homma et al., 2008) and (Shu and Bhattacharya, 1998), such a texture created in Ti-Ni alloys offers benefits to both one- and two-way shape memory effects. Furthermore, Route 5 differs from Route 2 only by the presence of intermediate annealing, but it is characterized by a much greater fatigue life: 1823(16%) cycles versus 940(11%) for the same level of recovery stresses, which unequivocally confirms the positive influence of IA on fatigue resistance. The exact mechanisms of this influence is not clear and may be a combination of stress relaxation from intermediate annealing and a specific deformation texture created by deformation of the mainly NCS material.

Finally, statistical analysis of the number of cycles to failure indicates that Route 2,  $e=1(\text{CR}) + 0.2(\text{WR})$ , is not significantly different from Route 1 (CR only), which implies that the main material damage occurs during the thickness reduction down to  $e=1$ , and that a small fraction of WR makes no difference in this case.

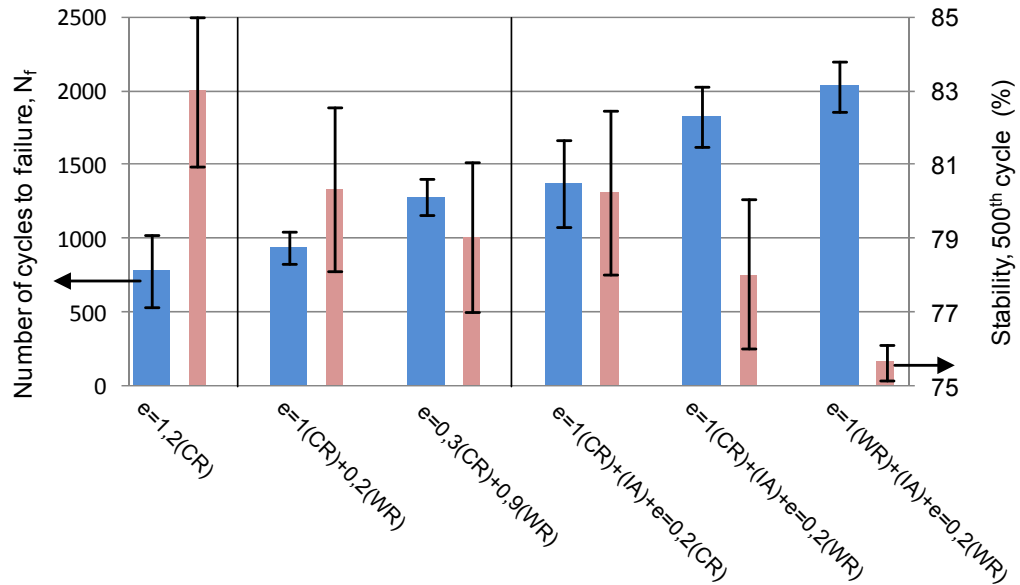


Figure 14 Number of cycles to failure and functional stability in constrained recovery testing

The TEM observations, in relation to the microstructural aspects of the specimens treated to different processing routes, can be explained as follows:

Severe cold plastic deformation of Ti-Ni alloys leads to deformation-induced grain refinement and amorphization. PDA of the severely deformed Ti-Ni alloys triggers two competing mechanisms: growth of the deformation-induced grains and crystallization of the amorphous phase, which lead to the formation of mostly NCSs containing two “types” of nanosize grains: deformation-induced and crystallized, and almost entirely exempt of dislocations. Nanosubgrained structure (NSS) may also be present in this case, but at a small extent (Prokoshkin et al., 2005). When severe plastic deformation of Ti-Ni alloys is performed at higher temperatures (WR), both phenomena: material amorphization and deformation-induced grain refinement would be less significant, because at higher temperatures, deformation-induced grain fragmentation and defect-induced disordering are slowed down. In this case, PDA will rather initiate polygonization than nanocrystallization.

Consequently, after PDA of the CR-material, NCS is dominant (Route 1), whereas after PDA of the CR+WR-material, it is NSS that is dominant, and the greater the WR contribution, the greater the NSS fraction (Route 2). Integration of IA in the processing route containing exclusively CR (Route 4) leads to an essentially dislocation-free NCS, but with larger grains, whereas integration of IA in the processing route containing exclusively WR (Route 6) leads to an essentially polygonized NSS with significant dislocation density.

From the microstructural point of view, NCS (CR) should potentially lead to higher fatigue resistance than NSS (WR), but this is contrary to what we observed in this study. Two complementary explanations can be proposed: (1) WR decreases the number of microcracks on the material surface during severe deformation, and (2) NSS offers more resistance to fatigue crack propagation (greater toughness) than NCS (this may occur when the NCS grain

size is lower than a certain critical size). The first explanation appears to be quite straightforward, while the second requires additional studies.

Finally, to eliminate all the possible doubts that the shorter fatigue life of the CR-specimens compared to that of their WR- and IA-processed counterparts is attributable to their higher first-cycle recovery stresses: 1174 MPa for Route 1, whereas 1069 and 943 MPa for respectively Routes 2 and 6 (see Table 3), the entirely CR-specimens were also tested under lower first-cycle recovery stresses of 983 MPa. These stresses are not significantly different from the first-cycle recovery stresses of Routes 2 and 6, and they were obtained by lowering the initial strain of the CR-specimens from 6 to 4.7% (see Figure 15a, b). From Figure 15c,d, it appears that for the entirely CR material, lower first-cycle recovery stresses do not necessarily yield a longer fatigue life: for the first-cycle stresses of 1174 (4%) MPa, the number of cycles to failure is 782 (19%), which is not significantly different from 717 (9%), corresponding to the first-cycle stresses of 983 (9%) MPa.

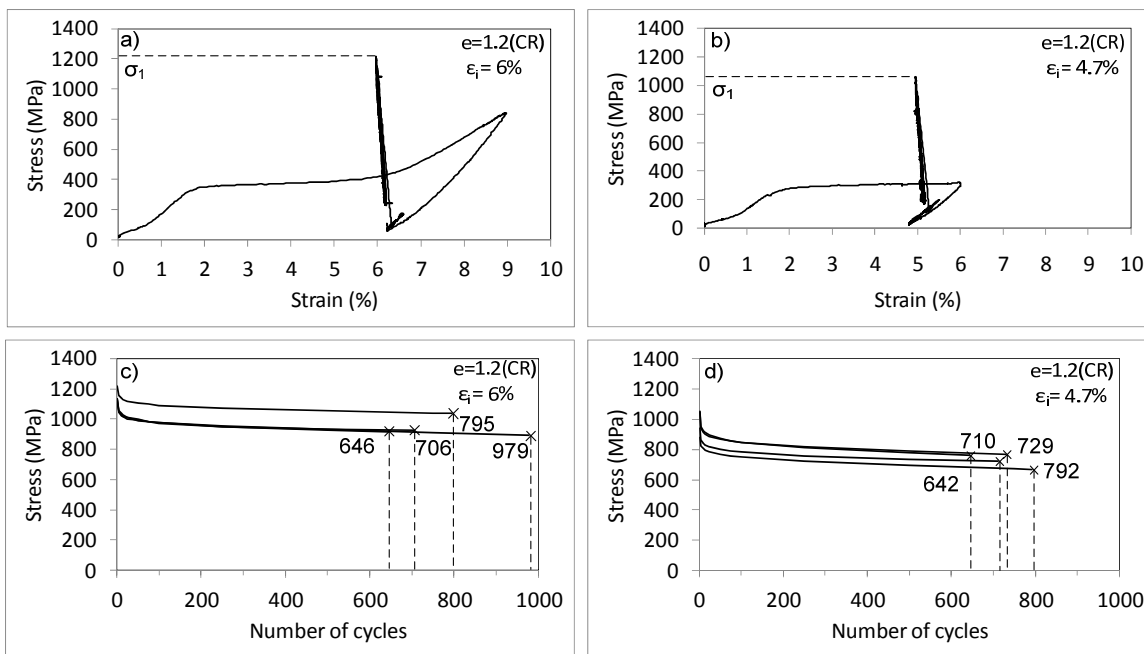


Figure 15 Stress-strain plots during constrained recovery testing of CR-specimens (Route 1): (a) initial strain 6% and (b) initial strain 4.7% with corresponding "recovery stress-number of cycles" diagrams (c, d)

## **Conclusion**

Combinations of cold and warm rolling, intermediate and post-deformation annealing processing conditions were applied to Ti-50.26at.% Ni wire samples. Samples with a total true thickness reduction of  $\epsilon=1.2$  and 400°C (1h) PDA were characterized using two complementary techniques: a) stress-free recovery, and b) constrained recovery testing modes. These tests were used to determine the recovery stress and strain as well as the number of cycles to failure. It was found that WR specimens and specimens subjected to intermediate annealing possess significantly longer fatigue life than their CR counterparts with similar recovery strains and stresses.

The obtained results are mainly explained by the higher ductility and lower damage accumulation during warm deformation of Ti-Ni alloys. Complementarily, rolling of nanostructured specimens obtained by severe plastic deformation and intermediate annealing could result in formation of a favorable texture. However, a detailed analysis of the texture formation during different thermomechanical processing routes should be performed to validate this hypothesis. Furthermore, fatigue crack propagation mechanisms in Ti-Ni alloy with either nanosize-grained (NCS) or nanosize-subgrained (NCS) microstructures should be studied to lay a firm foundation for the results presented in this work.

It should also be noted that the selected processing conditions, including thickness reduction at each deformation step and the temperatures of intermediate and final annealing should be optimized to improve the whole complex of the material functional properties without compromising their stability during multi-cycle transformations.

## **Acknowledgments**

The authors acknowledge the financial support of the Natural Science and Engineering Research Council of Canada and of the Ministry of Education and Science of the Russian Federation. The authors thank Y. Baril and M. Drouin for their technical support and Dr K. Inaekyan for useful discussions.

## References

Brailovski, V., Prokoshkin, S., Inaekyan, K., Demers, V., 2010. Functional properties of nanocrystalline, submicrocrystalline and polygonized Ti-Ni alloys processed by cold rolling and post-deformation annealing. *Journal of Alloys and Compounds*.

Brailovski, V., Prokoshkin, S.D., Khmelevskaya, I.Y., Inaekyan, K.E., Demers, V., Dobatkin, S.V., Tatyandin, E.V., 2006. Structure and properties of the Ti-50.0 at% Ni alloy after strain hardening and nanocrystallizing thermomechanical processing. *Materials Transactions* 47, 795-804.

Demers, V., Brailovski, V., Prokoshkin, S., Inaekyan, K., Bastarash, E., Khmelevskaya, I., Dobatkin, S., 2006. Functional properties of nanostructured Ti-50.0 at% Ni alloys, *Journal of ASTM International*.

Demers, V., Brailovski, V., Prokoshkin, S.D., Inaekyan, K.E., 2009a. Optimization of the cold rolling processing for continuous manufacturing of nanostructured Ti-Ni shape memory alloys. *Journal of Materials Processing Technology* 209, 3096-3105.

Demers, V., Brailovski, V., Prokoshkin, S.D., Inaekyan, K.E., 2009b. Thermomechanical fatigue of nanostructured Ti-Ni shape memory alloys. *Materials Science and Engineering: A* 513-514, 185-196.

Ewert, J.C., Bohm, I., Peter, R., Haider, F., 1997. The role of the martensite transformation for the mechanical amorphisation of NiTi. *Acta Materialia* 45, 2197-2206.

Hao, Y., Yonglin, K., Zhengzhi, Z., Xin, W., Libin, C., 2006. Microstructural characteristics and texture of hot strip low carbon steel produced by flexible thin slab rolling with warm rolling technology. *Materials Characterization* 56, 158-164.

Homma, D., Uemura, S., Nakazawa, F., 2008. Functional anisotropic shape memory alloy fiber and differential servo actuator, *International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies*. ASM International, Japan, pp. 463-472.

Inaekyan, K., Brailovski, V., Prokoshkin, S., Korotitskiy, A., Glezer, A., 2009. Characterization of amorphous and nanocrystalline Ti-Ni-based shape memory alloys. *Journal of Alloys and Compounds* 473, 71-78.

Prokoshkin, S.D., Brailovski, V., Korotitskiy, A.V., Inaekyan, K.E., Glezer, A.M., 2010. Specific features of the formation of the microstructure of titanium nickelide upon thermomechanical treatment including cold plastic deformation to degrees from moderate to severe. *Physics of Metals and Metallography* 110, 289-303.

Prokoshkin, S.D., Khmelevskaya, I.Y., Dobatkin, S.V., Trubitsyna, I.B., Tatyatin, E.V., Stolyarov, V.V., Prokofiev, E.A., 2005. Alloy composition, deformation temperature, pressure and post-deformation annealing effects in severely deformed Ti-Ni based shape memory alloys. *Acta Materialia* 53, 2703-2714.

Shu, Y.C., Bhattacharya, K., 1998. The influence of texture on the shape-memory effect in polycrystals. *Acta Materialia* 46, 5457-5473.

Yanagimoto, J., Izumi, R., 2009. Continuous electric resistance heating: hot forming system for high-alloy metals with poor workability. *Journal of Materials Processing Technology* 209, 3060-3068.

## LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Baïlon, Jean-Paul, et Jean-Marie Dorlot. 2000. *Des matériaux*, 3e éd. Montréal: Presses internationales Polytechnique, 736 p.
- Brailovski, V., S. Prokoshkin, K. Inaekyan et V. Demers. 2010. « Functional properties of nanocrystalline, submicrocrystalline and polygonized Ti-Ni alloys processed by cold rolling and post-deformation annealing ». *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 509, n°5, p. 2066-75
- Brailovski, V., S. Prokoshkin, I. Khmelevskaya, K. Inaekyan, V. Demers, S. Dobatkin et E. Tatyannin. 2006. « Structure and properties of the Ti-50.0 at% Ni alloy after strain hardening and nanocrystallizing thermomechanical processing ». *Materials Transactions*, vol. 47, n°3, p. 795-804.
- Brailovski, V., Prokoshkin, S., Terriault, P., Trochu, F. 2003. *Shape memory alloys : fundamentals, modeling and applications*. Montréal: École de technologie supérieure.
- Demers, V. 2009. « Optimisation des propriétés fonctionnelles des alliages à mémoire de forme suite à l'application de traitements thermomécaniques ». PH.D. Montréal, École de Technologie Supérieure (Canada), 152 p.
- Demers, V., V. Brailovski, S. Prokoshkin et K. Inaekyan. 2009a. « Optimization of the cold rolling processing for continuous manufacturing of nanostructured Ti-Ni shape memory alloys ». *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 209, n°6 p. 3096-105.
- Demers, V., V. Brailovski, S. Prokoshkin et K. Inaekyan. 2009b. « Thermomechanical fatigue of nanostructured Ti-Ni shape memory alloys ». *Materials Science and Engineering: A*, vol. 513-514, p. 185-196.
- Demers, V., V. Brailovski, S. Prokoshkin, K. Inaekyan, E. Bastarash, I. Khmelevskaya et S. Dobatkin. 2006. « Functional properties of nanostructured Ti-50.0at.%Ni alloys ». *Journal of ASTM International*. Vol. 3, n°6. p 34-44.
- Demers, Vincent. 2004. « Etude de l'influence des traitements thermomécaniques sur les propriétés des alliages à mémoire de forme titanium-50.0at.percent nickel et titanium-50.7at.percent nickel ». M.Ing, Montréal, QC, École de Technologie Supérieure Canada, 244p.
- Ewert, J. C., I. Bohm, R. Peter et F. Haider. 1997. « The role of the martensite transformation for the mechanical amorphisation of NiTi ». *Acta Materialia*, vol. 45, n°5, p. 2197-206.



- Gregory, J. K., et H. G. Brokmeier. 1995. « The relationship between crystallographic texture and salt water cracking susceptibility in Ti-6Al-4V ». *Materials Science and Engineering A*, vol. 203, n° 1-2, p. 365-372.
- Hao, Yu, Kang Yonglin, Zhao Zhengzhi, Wang Xin et Chen Libin. 2006. « Microstructural characteristics and texture of hot strip low carbon steel produced by flexible thin slab rolling with warm rolling technology ». *Materials Characterization*, vol. 56, n°2, p. 158-64.
- Homma, Dai, Seiya Uemura et Fumio Nakazawa. 2008. « Functional anisotropic shape memory alloy fiber and differential servo actuator ». In *International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies*. p. 463-472. Coll. « SMST-2007 - Proceedings of the International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies ». Japan: ASM International.
- Kumar, K. S., H. Van Swygenhoven et S. Suresh. 2003. « Mechanical behavior of nanocrystalline metals and alloys ». *Acta Materialia*, vol. 51, n°19, p. 5743-74.
- Li, H., F. Yin, T. Sawaguchi, K. Ogawa, X. Zhao et K. Tsuzaki. 2008. « Texture evolution analysis of warm-rolled Fe-28Mn-6Si-5Cr shape memory alloy ». *Materials Science & Engineering A (Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing)*, vol. 494, n°1-2, p. 217-26.
- Nakayama, H., K. Tsuchiya et M. Umemoto. 2001. « Crystal refinement and amorphisation by cold rolling in TiNi shape memory alloys ». *Scripta Materialia*, vol. 44, n° 8-9, p. 1781-1785.
- Prokoshkin, S., I. Khmelevskaya, S. Dobatkin, I. Trubitsyna, E. Tatyannin, V. Stolyarov et E. Prokofiev. 2005. « Alloy composition, deformation temperature, pressure and post-deformation annealing effects in severely deformed Ti-Ni based shape memory alloys ». *Acta Materialia*, vol. 53, n°9, p. 2703-2714.
- Ray, R. K., et A. Haldar. 2002. « Texture development in extra low carbon (ELC) and interstitial free (IF) steels during warm rolling ». In *Experimental and Modeling Aspects in Materials Processing. International Conference on Advances in Materials and Materials Processing (ICAMMP-2002), 1-3 Feb. 2002*, Vol. 17, p. 715-29. Coll. « Mater. Manuf. Process. (USA) ». USA: Marcel Dekker.
- Sander, B., et D. Raabe. 2008. « Texture inhomogeneity in a Ti-Nb-based -titanium alloy after warm rolling and recrystallization ». *Materials Science & Engineering A, Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing*, vol. 479, n°1-2, p. 236-47.
- Schey, John A. 2000. *Introduction to manufacturing processes*, 3rd. Coll. « McGraw-Hill series in mechanical engineering ». Boston ; Toronto: McGraw-Hill, 962 p.

Shu, Y. C., et K. Bhattacharya. 1998. « The influence of texture on the shape-memory effect in polycrystals ». *Acta Materialia*, vol. 46, n°15, p. 5457-73.

Verlinden, Bert. 2007. *Thermo-mechanical processing of metallic materials*. Boston, Mass : Elsevier. 560 p.