



**HAL**  
open science

## Dosage de phases dans des matériaux métastables à partir des mesures de la variation de la résistance électrique

Luc Saint-Sulpice, Pierre-Antoine Gedouin, Shabnam Arbab-Chirani, Sylvain Calloch

► **To cite this version:**

Luc Saint-Sulpice, Pierre-Antoine Gedouin, Shabnam Arbab-Chirani, Sylvain Calloch. Dosage de phases dans des matériaux métastables à partir des mesures de la variation de la résistance électrique. CFM 2011 - 20ème Congrès Français de Mécanique, Aug 2011, Besançon, France. hal-03422526

**HAL Id: hal-03422526**

**<https://hal.science/hal-03422526v1>**

Submitted on 9 Nov 2021

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

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

# Dosage de phases dans des matériaux métastables à partir des mesures de la variation de la résistance électrique

L. SAINT SULPICE<sup>a</sup>, P. A. GEDOUIN<sup>a</sup>, S. ARBAB CHIRANI<sup>a</sup>, S. CALLOCH<sup>b</sup>

a. Université Européenne de Bretagne, ENIB-École Nationale d'Ingénieurs de Brest, Laboratoire Brestois de Mécanique et des Systèmes – EA 4325, Technopôle Brest-Iroise, CS 73862, 29238 Brest Cedex 3, France

b. Université Européenne de Bretagne, ENSTA Bretagne-École Nationale Supérieure de Techniques Avancées Bretagne, Laboratoire Brestois de Mécanique et des Systèmes – EA 4325, 2 rue Francois Verny, F-29806 Brest Cedex 9, France

## Résumé :

La microstructure des alliages métastables varie avec l'histoire thermomécanique du matériau. Au cours d'un chargement thermomécanique, différentes phases cristallographiques peuvent être simultanément présentes dans le matériau et entraîner des contraintes et déformations macroscopiques. Il est donc important de déterminer la proportion de chacune des phases pour comprendre la cinétique de transformation. Cette étude, grâce à une série d'essais basés sur la mesure de résistance électrique, a permis de déterminer les fractions volumiques des différentes phases présentes dans le matériau. Dans ce papier, les résultats de ces mesures sont montrés sur un alliage à mémoire de forme à base de cuivre.

## Abstract :

The microstructure of metastable alloys varies with the thermomechanical history of the material. During a thermomechanical loading, different phases can be present in the material simultaneously. They can be at the origin of macroscopic stress and strain. Consequently, it is important to determine the proportion of each phase to understand the transformation kinetic. This study, thanks to experimental tests based on electric resistance measurements, permits to determine the volume fraction of different phases present in the material. In this paper, the results of these measurements are shown for a copper based shape memory alloy.

**Mots clefs :** transformation martensitique, cinétique de transformation, résistance électrique

## 1 Introduction

Les propriétés remarquables des AMF sont dues à une transformation de phases displacive à l'état solide, appelée aussi transformation martensitique par analogie avec la transformation ayant lieu dans les aciers. La microstructure des AMF dépend, d'une part, de l'état de contrainte et de température, et d'autre part, de l'histoire thermomécanique du matériau.

La figure 1 représente le pseudo-diagramme de phase considéré ici. Il fut initialement proposé par Brinson et Bekker [1] et récemment complété par Popov et Lagoudas [2]. Ce pseudo-diagramme indique les trois zones où les états purs existent ( $A$  pour austénite,  $M^T$  pour martensite auto accommodée et  $M^\sigma$  pour martensite orientée) et les zones où les transformations peuvent s'effectuer lors d'un trajet thermomécanique donné. Cinq trajets couramment utilisés dans les applications y ont été illustrés. Le trajet ① révèle le comportement pseudoélastique des AMF à une température supérieure à  $A_f$ . Lors de ce trajet, les transformations  $A \rightarrow M^\sigma$  ou  $M^\sigma \rightarrow A$  sont respectivement activées durant la charge et la décharge mécanique. Le trajet ② révèle le comportement pseudoplastique de l'alliage. Dans ce cas, seule la réorientation  $M^T \rightarrow M^\sigma$  est générée lors de la charge. Le trajet ③ caractérisant l'effet mémoire simple sens est constitué de deux séquences (i.e., charge-décharge à une température constante inférieure à, suivie d'un cycle de chauffage refroidissement à contrainte nulle). A la fin de la séquence de charge-décharge, le matériau est constitué de martensite auto accommodée et orientée (i.e.,  $M^T + M^\sigma$ ). Durant la phase de chauffage à contrainte nulle, deux transformations sont activées (i.e.,  $M^T \rightarrow A$  et  $M^\sigma \rightarrow A$ ). Le matériau initialement constitué de martensite auto accommodée finit à haute température dans un état purement austénitique. Lors du refroidissement,

seule la transformation  $A \rightarrow M^T$  est activée. A la fin du refroidissement, le matériau est alors dans un état purement martensitique auto accommodé. Le trajet ④ révèle la contrainte de recouvrement. Ce trajet est constitué d'une séquence de charge décharge pseudoplastique (le trajet ②) puis d'un chauffage à déformation totale imposée (i.e., la déformation résiduelle obtenue à la fin de la décharge pseudoplastique est bloquée). Comme lors du trajet ①, deux transformations sont activées lors de la séquence de chauffage (i.e.  $M^T \rightarrow A$  et  $M^\sigma \rightarrow A$ ). La transformation  $M^\sigma \rightarrow A$  reste néanmoins incomplète. Finalement, les trajets ⑤ et ⑥ correspondent à un cycle de refroidissement chauffage à contrainte constante révélant l'effet mémoire assisté double sens. Quand le niveau de la contrainte appliquée est élevé (le trajet ⑤), l'état microstructural du matériau évolue d'un état purement austénitique à un état purement martensitique orientée (et inversement). Par conséquent, seules les transformations  $A \rightarrow M^\sigma$  ou  $M^\sigma \rightarrow A$  sont activées lors de ce trajet. Quand le niveau de la contrainte appliquée est faible (le trajet ⑥), l'état microstructural du matériau évolue d'un état purement austénitique à un état composé de la martensite orientée et de la martensite auto accommodée (et inversement). Dans ce cas, les deux transformations (i.e.  $A \rightarrow M^\sigma$  et  $A \rightarrow M^T$ ) sont activées pendant la phase du refroidissement.

L'évolution des fractions volumiques d'austénite de martensite auto accommodée et orientée apparaît donc comme un point clé pour comprendre et modéliser le comportement des AMF. D'un point de vue expérimental, différentes techniques existent pour quantifier l'évolution de l'état microstructural des AMF comme par exemple, la diffraction par neutron ou rayon X [3], l'observation par microscope optique [4] ou encore l'analyse de la résistance électrique du matériau [5]. Parmi ces techniques, la mesure de résistance électrique apparaît comme une méthode relativement simple ne nécessitant pas de dispositif expérimental sophistiqué.

Le but de ce travail est donc de quantifier l'évolution de l'état microstructural de fils en CuAlBe lors de différents trajets thermomécaniques en utilisant des mesures de résistance électrique.

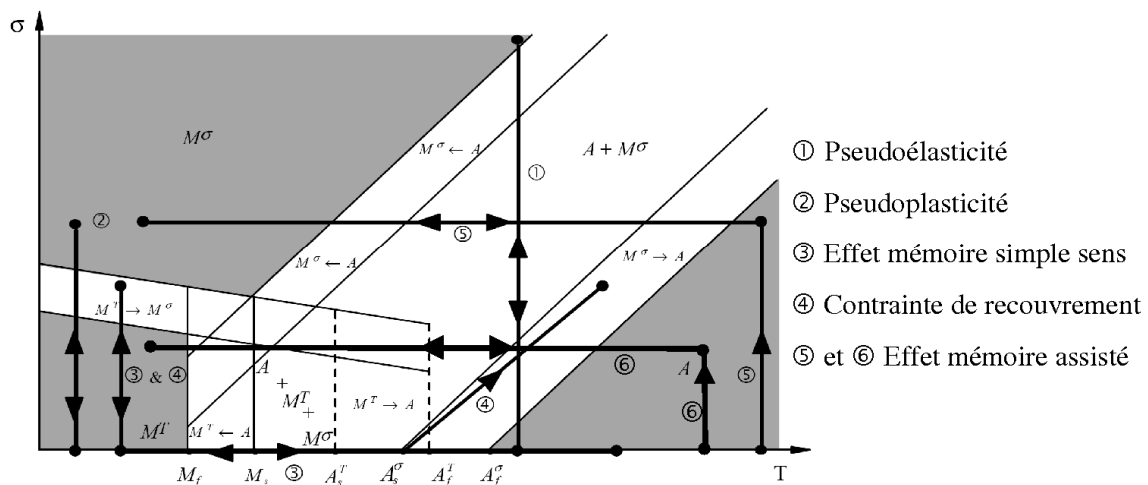


Figure 1 : Pseudo-diagramme de phases et différents type de trajets thermomécanique [1,2].

## 2 Résistivité de chaque phase par mesure de résistance électrique

Le matériau étudié est un alliage de Cu-Al-Be polycristallin (Cu : 87%, Al : 11%, Be : 2%, pourcentages atomiques) fourni par Nimésis et traité thermiquement. Il se présente sous la forme de fils de 1mm de diamètre purement martensitique à température ambiante.

### 2.1 Résistivité électrique

La résistance électrique des fils,  $R$ , mesurée pendant les essais est reliée à la résistivité,  $\rho$ , par la relation suivante:

$$R = \rho \frac{L}{S} \quad (1)$$

On considère que  $L$  et  $S$  sont respectivement la longueur et la section du fil. Le volume du fil est supposé constant donc  $V = S_0 \cdot L_0 = S \cdot L$  (nous négligeons la variation de volume liée à l'élasticité du matériau). La résistivité de l'éprouvette s'écrit alors:

$$\rho = \frac{V}{L_0^2 (1 + \epsilon^t)^2} R \quad (2)$$

avec  $\epsilon^t$  la déformation totale.

## 2.2 Résistivité des trois phases

Pour déterminer la résistivité de chaque phase, deux essais ont été réalisés. Le premier est un essai de chauffage refroidissement à contrainte nulle. On obtient alors l'expression de la résistivité de la martensite autoaccommodée,  $\rho^{M^T}$ , et de l'austénite,  $\rho^A$ , en fonction de la température,  $T$ , avec le coefficient  $\lambda$  qui définit la pente de cette évolution linéaire:

$$\begin{cases} \rho^A(T) = \lambda \cdot (T - T_{\text{ref}}) + \rho_0^A \\ \rho^{M^T}(T) = \lambda \cdot (T - T_{\text{ref}}) + \rho_0^{M^T} \end{cases} \quad (3)$$

La différence de résistivité entre l'austénite et la martensite auto accommodée est constante et est notée  $\Delta\rho_A^{M^T}$  (Figure 2-(a)). Pour déterminer la résistivité de la martensite orientée, un second test composé de deux séquences a été effectué. La première séquence consiste à charger l'éprouvette purement austénitique à une contrainte de 150 MPa. Lors de la seconde séquence, cette contrainte de 150 MPa est maintenue et l'éprouvette est refroidie. Nous obtenons alors l'expression de la résistivité de la martensite orientée,  $\rho^{M^\sigma}$ , en fonction de la température,  $T$ , avec le coefficient  $\lambda$  qui définit la pente de cette évolution linéaire :

$$\rho^{M^\sigma}(T) = \lambda \cdot (T - T_{\text{ref}}) + \rho_0^{M^\sigma} \quad (4)$$

La différence de résistivité entre l'austénite et la martensite orientée (Figure 2-(b)) est donc constante. Nous la notons  $\Delta\rho_A^{M^\sigma}$ . Par ces résultats, nous en déduisons  $\Delta\rho_{M^T}^{M^\sigma} = \Delta\rho_A^{M^\sigma} - \Delta\rho_A^{M^T}$ .

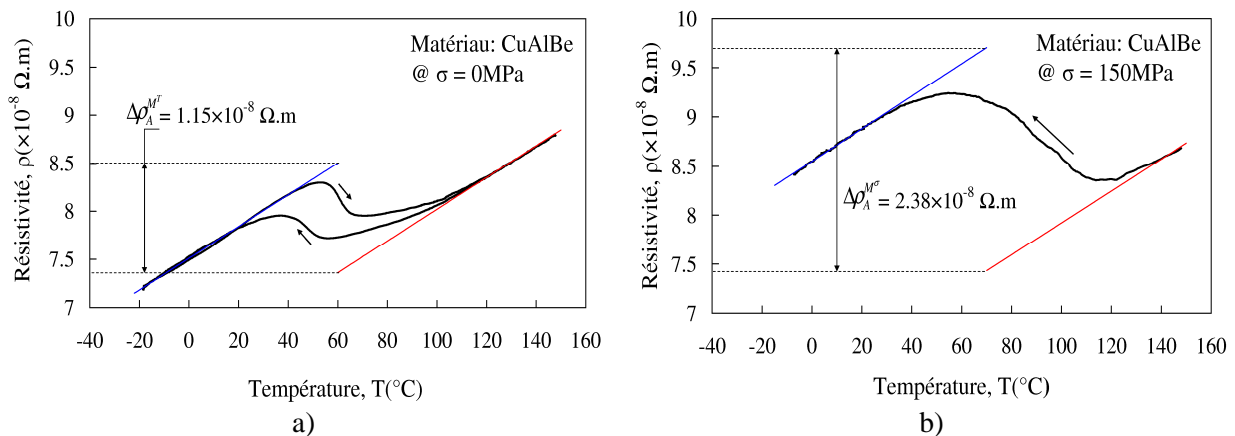


Figure 2 : Résistivité en fonction de la température (a) à contrainte nulle (b) à une contrainte axiale de 150MPa (l'effet mémoire assisté, le trajet  $\odot$ ).

### 3 Dosage de phases

#### 3.1 Cas du matériau biphasé

Lorsque le matériau est dans un état biphasé (i.e.,  $A + M^\sigma$  ou  $M^T + M^\sigma$ ), seule une transformation peut s'activer:  $A \leftrightarrow M^\sigma$  ou  $M^T \leftrightarrow M^\sigma$ . Dans ce cas, la résistivité du matériau peut s'exprimer à l'aide d'une loi de mélange en série:

$$\rho(T) = (1 - z^{M^\sigma})\rho^N(T) + z^{M^\sigma}\rho^{M^\sigma}(T) \quad (5)$$

où  $N$  peut être remplacé par  $M^T$  ou  $A$ .

En utilisant les équations (2 à 5), la fraction volumique de martensite orientée peut alors s'exprimer en fonction de la température par la relation suivante :

$$z^{M^\sigma} = \frac{\rho(T) - \lambda \cdot (T - T_{\text{ref}}) - \rho_0^N}{\Delta\rho_N^{M^\sigma}} \quad (6)$$

Le tableau 1 montre l'ensemble des paramètres matériau identifié pour l'alliage étudié à partir d'un cycle thermique à contrainte nulle, d'un trajet d'effet mémoire assisté à un niveau de contrainte élevé (le trajet ⑤) et d'un trajet de type pseudoplasticité (le trajet ②).

$\lambda(\times 10^{-8} \Omega \text{m K}^{-1})$	$\Delta\rho_A^{M^T}(\times 10^{-8} \Omega \text{m})$	$\Delta\rho_A^{M^\sigma}(\times 10^{-8} \Omega \text{m})$
0,0165	1,15	2,38
$\Delta\rho_{M^T}^{M^\sigma}(\times 10^{-8} \Omega \text{m})$	$E_M(\text{MPa})$	$E_A(\text{MPa})$
1,23	35 000	75 000

Tableau 1 : Paramètres matériaux pour le CuAlBe étudié

La figure 3 montre l'évolution de la fraction volumique de martensite orientée et de la résistivité en fonction de la déformation de réorientation dans le cas d'un essai de pseudoplasticité (Figure 3-(a)) et en fonction de la déformation de transformation dans le cas d'un essai d'effet mémoire assisté (Figure 3-(b)). La déformation de transformation (ou de réorientation) est donnée par :

$$\varepsilon^{\text{tr}} = \varepsilon^t - \varepsilon^e = \varepsilon^t - \frac{\sigma}{E} \quad (7)$$

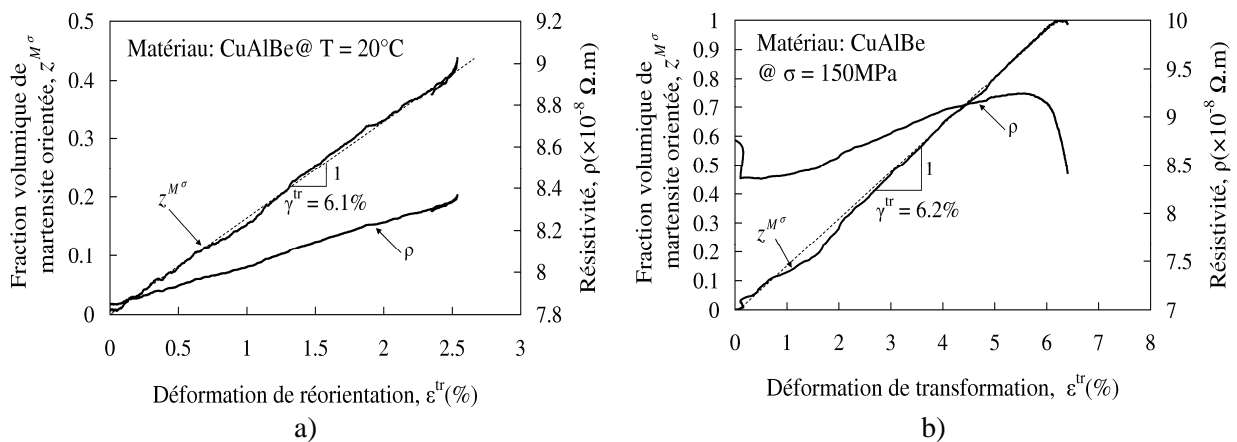


Figure 3 : Fraction volumique de martensite orientée et résistivité en fonction de la déformation de transformation (a) lors d'un essai de pseudoplasticité (le trajet ② Figure 1) (b) lors d'un essai d'effet mémoire assisté à un niveau de contrainte élevé (le trajet ⑤ Figure 1).

Le module d'Young du matériau biphasé est donné par :

$$E = (1 - z^{M^\sigma})E_N + z^{M^\sigma}E_M \quad (8)$$

Nous constatons alors (Figure 3) que pour les deux chargements, il existe une relation linéaire entre la déformation de transformation ou de réorientation et la fraction volumique de martensite orientée. Ces résultats sont cohérents avec les résultats de Taillard en superélasticité [6].

### 3.2 Cas du matériau triphasé

Cette section concerne les trajets ④ et ⑥ durant lesquels les trois états  $A + M^\sigma + M^T$  peuvent être présents dans le matériau. Dans ce cas, les trois transformations suivantes peuvent exister :  $A \leftrightarrow M^\sigma$ ,  $M^T \leftrightarrow M^\sigma$  et  $A \leftrightarrow M^T$ . La résistivité d'un matériau triphasé ( $A + M^\sigma + M^T$ ) peut s'écrire de la manière suivante :

$$\rho(T) = (1 - z^{M^\sigma} - z^{M^T})\rho^A(T) + z^{M^\sigma}\rho^{M^\sigma}(T) + z^{M^T}\rho^{M^T}(T) \quad (9)$$

D'après les équations (3), (4) et (9), l'expression de la fraction volumique de la martensite auto accommodée s'écrit en fonction de la résistivité,  $\rho$ , la température,  $T$ , et la fraction volumique de la martensite orientée,  $z^{M^\sigma}$  :

$$z^{M^T} = \frac{\rho(T) - \lambda(T - T_{\text{ref}}) - \rho_0^A}{\Delta\rho_A^{M^T}} - z^{M^\sigma} \frac{\Delta\rho_A^{M^\sigma}}{\Delta\rho_A^{M^T}} \quad (10)$$

D'après les résultats de la section précédente, la fraction volumique de la martensite orientée est proportionnelle à la déformation de transformation. Les fractions volumiques des trois phases ont donc les expressions suivantes :

$$\left\{ \begin{array}{l} z^{M^\sigma} = \frac{\varepsilon^{\text{tr}}}{\gamma^{\text{tr}}} \\ z^{M^T} = \frac{\rho(T) - \lambda(T - T_{\text{ref}}) - \rho_0^A}{\Delta\rho_A^{M^T}} - z^{M^\sigma} \frac{\Delta\rho_A^{M^\sigma}}{\Delta\rho_A^{M^T}} \\ z^A = 1 - z^{M^\sigma} - z^{M^T} \end{array} \right. \quad (11)$$

où  $\varepsilon^{\text{tr}}$  est donnée par l'équation (7),  $\gamma^{\text{tr}}$  est le coefficient (i.e., la pente) déterminé dans la section 3.1 et les autres paramètres matériaux sont donnés dans le tableau 1. Ce post traitement a été appliqué aux cas des chargements ④ (la contrainte de recouvrement) et ⑥ (l'effet mémoire assisté à faible niveau de contrainte). Les résultats du dosage sont montrés sur la figure 4.

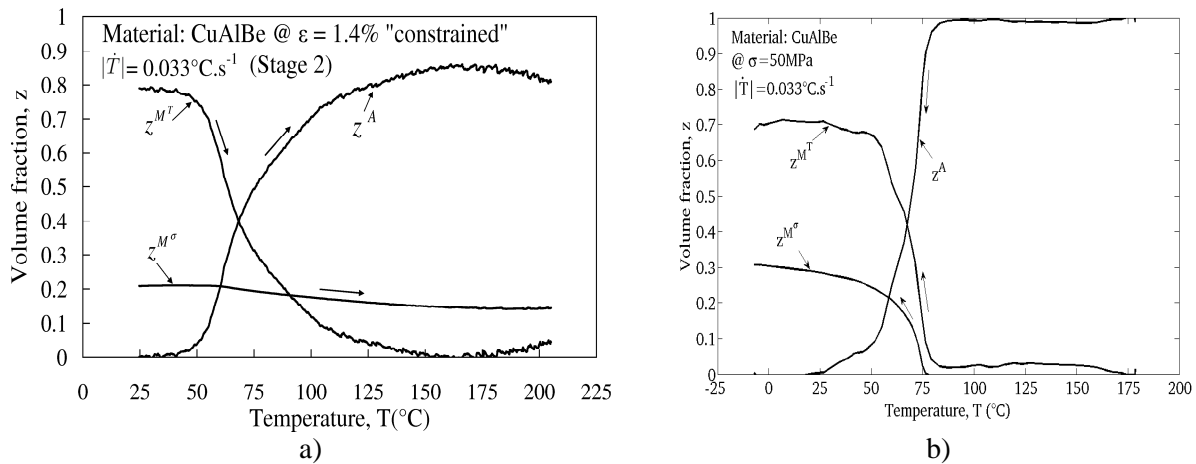


Figure 4 : Fractions volumiques des trois phases (a) lors d'un essai de contrainte de recouvrement (le trajet④ Figure 1) (b) lors d'un essai d'effet mémoire assisté à faible niveau de contrainte (le trajet⑥ Figure 1).

## 4 Conclusion

Une méthode simple de dosage de phases s'appuyant sur une mesure de résistance électrique a été proposée. Cette méthode permet de distinguer la fraction volumique de martensite orientée de la fraction volumique de martensite auto accommodée.

Une analyse quantitative des phases constituant le matériau a été réalisée pour deux trajets de chargement les plus souvent utilisés dans les applications (la pseudoplasticité et l'effet mémoire assisté). Cette analyse souligne l'existence d'une relation proportionnelle entre la fraction volumique de martensite orientée et la déformation de transformation pour les deux trajets de chargement testés.

Enfin, notons aussi que cette méthode a été étendue au cas triphasé et appliquée à des essais de type « contrainte de recouvrement » et « effet mémoire assisté à faible niveau de contrainte ».

## References

- [1] L. Brinson, A. Bekker, "Phase diagram based description of the hysteresis behavior of shape memory alloys", *Acta materialia*, **46**, (1998), pp. 349-365.
- [2] P. Popov, D. Lagoudas, "A 3-d constitutive model for shape memory alloys incorporating pseudoelasticity and detwinning of self-accommodated martensite", *Int. J. Plast.*, **23**, (2007), pp. 1679-1720.
- [3] P. Sittner, V. Novak, "Experiment feedbacks in micromechanics modeling of thermomechanical behaviors of sma polycrystals", *Scripta Materialia*, **51**, (2004), pp. 321-326.
- [4] L. Brinson, I. Schmidt, R. Lammering, "Stress-induced transformation behavior of a polycrystalline niti shape memory alloy: micro and macromechanical investigations via in situ optical microscopy", *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, **52**, (2004), pp. 1549-1571.
- [5] E. Lopez Cuellar, G. Guenin, M. Morin, "Study of the stress-assisted two-way memory effect of a ti-ni-cu alloy using resistivity and thermoelectric power techniques", *Materials science & Engineering A*, **358**, (2003), pp.350-355.
- [6] K. Taillard, S. Arbab Chirani, S. Calloch, C. Lexcellent, "Equivalent transformation strain and its relation with martensite volume fraction for isotropic and anisotropic shape memory alloys", *Mechanics of Materials*, **40**, (2008), pp. 151-170.