



**HAL**  
open science

## Analyse par nanoindentation de l'apparition de variantes dans les alliages à mémoire de forme

Célia Caer, Etienne Patoor, Jean-Sébastien Lecomte, S. Berbenni

### ► To cite this version:

Célia Caer, Etienne Patoor, Jean-Sébastien Lecomte, S. Berbenni. Analyse par nanoindentation de l'apparition de variantes dans les alliages à mémoire de forme. CFM 2011 - 20ème Congrès Français de Mécanique, Aug 2011, Besançon, France. hal-03422568

**HAL Id: hal-03422568**

**<https://hal.science/hal-03422568v1>**

Submitted on 9 Nov 2021

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

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

# Analyse par nanoindentation de l'apparition de variantes dans les alliages à mémoire de forme

C. CAËR, E. PATOOR, J.-S. LECOMTE, S. BERBENNI

*Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux (LEM3), UMR CNRS, Arts et Métiers ParisTech, 57078 METZ*

## Résumé :

*Les approches micromécaniques utilisées pour modéliser le comportement des alliages à mémoire de forme (AMF) négligent de nombreux phénomènes tels que l'influence de la taille de grain sur la transformation martensitique du fait d'une micro-homogénéisation des mécanismes. Ce travail a pour objectif de caractériser par nanoindentation et microscopie à force atomique les mécanismes fins de transformation et de réorientation des domaines martensitiques dans ces alliages à l'échelle intra-granulaire. Un mécanisme discret d'activation des variantes, caractérisé par la présence d'évènements de type « pop-in » et « pop-out » sur la courbe de nanoindentation est observé et analysé.*

## Abstract :

*Micromechanical approaches used to model shape memory alloys behavior neglect several phenomenon such as the influence of grain size on martensitic transformation. This is due to an micro-homogenization of intra-granular mechanisms. This study aims at characterizing mechanisms of martensitic transformation and reorientation in these alloys at intra-granular scale by nanoindentation and atomic force microscopy. A discrete variant activation mechanism, characterized by the presence of events such as "pop-in" and "pop-out" on the nanoindentation curve is observed and analyzed.*

**Mots clefs :** AMF, nanoindentation, martensite, variante, longueur interne, pop-in

## 1. Effets de taille dans les AMF

Les alliages à mémoire de forme sont des matériaux pouvant subir une transformation de phase martensitique sous application d'un chargement thermomécanique. Cette transformation martensitique, caractérisée par l'apparition de variantes, est réversible et dépend de nombreux paramètres aussi bien externes (température, contrainte), qu'internes (structure cristalline, longueurs internes).

Si l'effet de la température et des contraintes est bien prise en compte dans la description du comportement des AMF et que de nombreux travaux portent sur l'influence de la microstructure, il n'en est pas de même pour les longueurs internes. Certaines de ces longueurs internes définissent l'échantillon, comme l'épaisseur, d'autres sont des longueurs internes initiales de la microstructure telles que la taille des précipités ou la taille des grains. D'autres enfin sont induites par l'état de contraintes, comme les dimensions des variantes de martensite. La taille de grain a une forte influence sur les caractéristiques des AMF, plus elle est fine, meilleures sont les propriétés mécaniques (ductilité et surtout résistance) [1]. Une augmentation de la taille de grains entraîne une diminution de la

température de début de transformation martensitique  $M_s$  et des caractéristiques pseudoélastiques du matériau (pente pseudoélastique, hystérésis de contrainte). Ce phénomène est dû aux joints de grain qui agissent comme barrière à la propagation du cisaillement de grain en grain [2]. Les différentes longueurs internes n'exercent pas les mêmes effets sur le comportement de l'alliage. Il a été montré, par exemple, qu'un accroissement de la taille des précipités  $\gamma_2$  dans un AMF en CuAlBe entraîne une augmentation du niveau de contrainte pour l'amorçage de la transformation martensitique [3]. L'épaisseur de l'échantillon influe sur l'effet mémoire : dans le cas d'un film mince en NiTi, la déformation de transformation et les déformations résiduelles sont contraintes par la taille des grains et par l'épaisseur de l'oxydation des surfaces. Les températures de transformation sont aussi fonction de l'épaisseur de l'échantillon. Plus celle-ci est faible, plus l'influence de la composition des surfaces oxydées est importante [4].

Les approches micromécaniques développées aujourd'hui donnent une description simplifiée des mécanismes de formation des plaquettes de martensite lors d'un chargement thermomécanique. En effet, ces approches sont des modèles d'approche à champs moyens approximant de manière continue les caractéristiques internes d'un grain [6] sans prendre en compte les mécanismes discrets d'activation des variantes. L'objectif de cette étude est de développer une description discrète de la transformation martensitique à l'échelle nanométrique considérant les effets de longueurs internes. Pour cela, une caractérisation de la transformation martensitique par nanoindentation est menée. Le modèle micromécanique de plasticité développé par C. Collard et al. [5] est adapté à la transformation martensitique des alliages à mémoire de forme. L'implémentation du modèle prend en compte la présence de distributions discrètes de variantes de martensite et l'effet de l'auto-organisation de ces variantes. Ce modèle est complété par la connaissance du champ de contraintes sous l'indent par la théorie du contact.

## **2. Caractérisation de la transformation martensitique par nanoindentation**

La nanoindentation est une technique d'essai instrumenté basée sur le principe des essais de dureté usuels mais dont la capacité de chargement est de l'ordre du micronewton. L'effort appliqué ainsi que la déformation sont mesurés dynamiquement lors d'un cycle de charge-décharge ce qui permet de tracer la courbe force-déplacement résultante. De cette courbe peut être déduite la raideur du matériau testé, permettant le calcul de la profondeur réelle de contact prenant en compte les possibles phénomènes d'enfoncement ou d'entassement. La mesure de la profondeur d'indentation permet le calcul de la surface de contact entre l'indent et l'échantillon. Cette procédure permet de calculer la dureté et le module d'élasticité du matériau testé [7].

Les échantillons étudiés sont des plaques minces multicristallines d'alliage CuAlBe AH38 (Cu-12%Al-0,5%Be, pourcentages massiques). Cet alliage présente une température de début de transformation martensitique  $M_s$  de  $-20^\circ\text{C}$ . Il a l'avantage de présenter une taille de grain millimétrique, ce qui est un atout pour avoir une phase homogène sous l'indent. Les échantillons sont tout d'abord austénitisés 1h à  $200^\circ\text{C}$ . L'état de surface est un paramètre critique pour l'obtention de mesures correctes et reproductibles de nanoindentation. Le polissage de l'échantillon est donc une étape primordiale de la phase expérimentale qui doit être menée avec soin pour minimiser la génération de contraintes internes sur la couche supérieure de l'échantillon. Les spécimens sont tout d'abord pré-polis mécaniquement jusqu'au papier 4000 avant d'être polis à la pâte diamantée puis à l'OPS. Finalement un polissage électrochimique permet de supprimer la surface écrouie par le polissage mécanique.

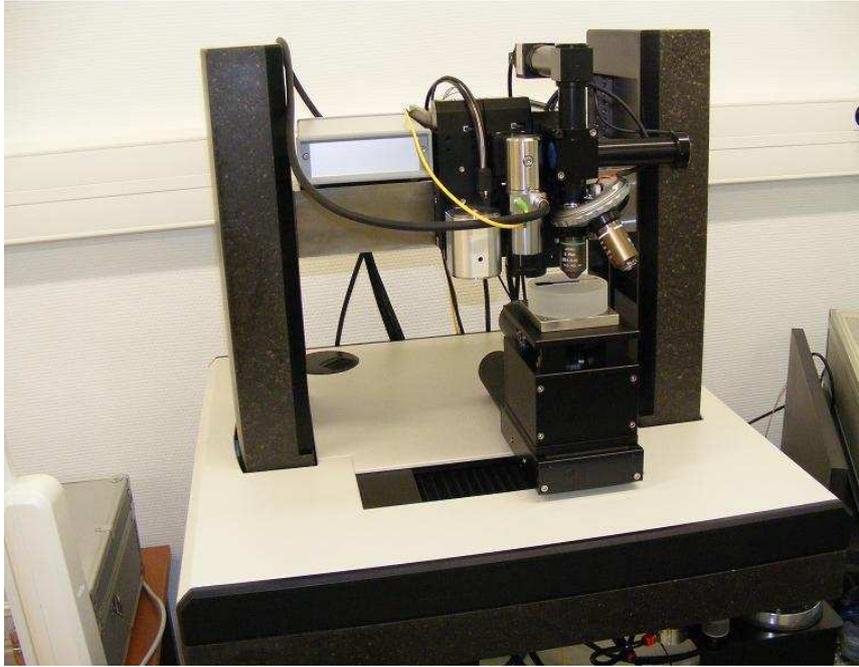


FIG. 1 - Plateforme de nanoindentation avec échantillon, de gauche à droite: modules de microscopie à force atomique (AFM), d'indentation, et de microscopie optique.

La figure 2 représente un essai de nanoindentation sur un échantillon de CuAlBe. Une indentation a été opérée sur le même grain, à une distance suffisante du joint de grain afin d'éviter toute interaction entre les différents champs de contraintes. La première partie des courbes, avant le premier plateau à 0,01 mN, correspond à la solution élastique de Hertz (légèrement perturbée par le perçage du film surfacique d'oxyde existant avant l'essai). La présence de plateaux lors de la charge (« pop-in ») et de la décharge (« pop-out ») indique la réversibilité du phénomène observé, il ne s'agit donc pas de plasticité mais de transformation de phase [8].

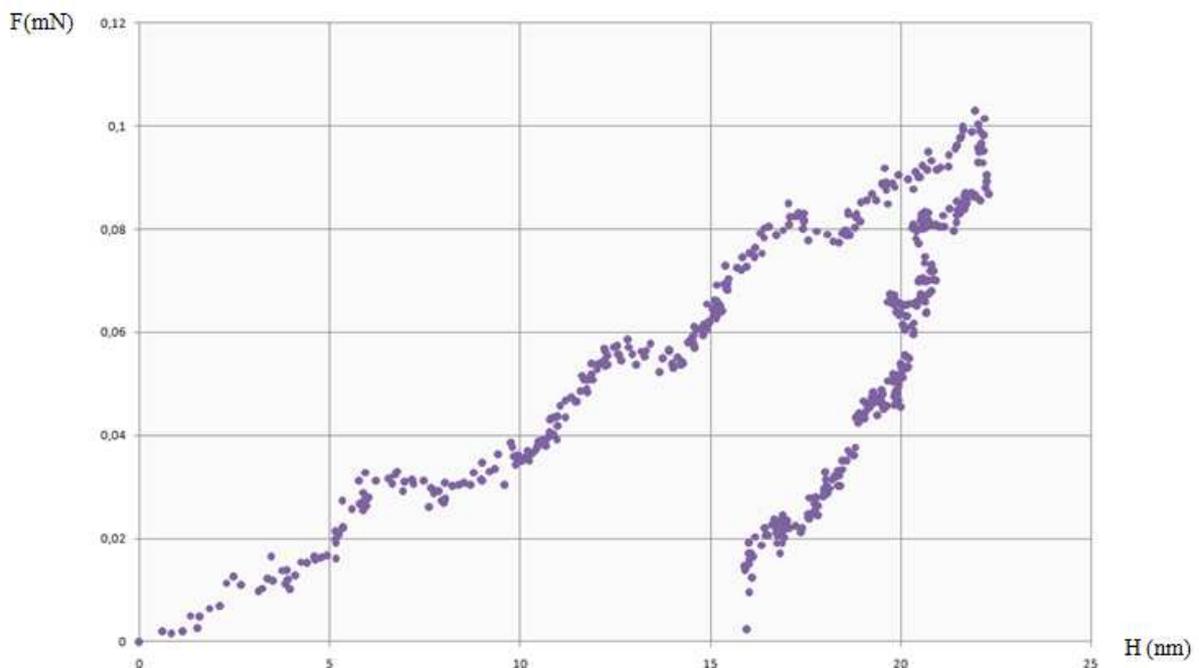


FIG. 2 – Comportement force-déplacement d'un grain de CuAlBe indenté au centre du grain.

La multiplicité des « pop-in » peut provenir de l'apparition de nouvelles variantes ou de la réorientation de variantes déjà existantes. Moyne et al. [9] ont montré que l'indentation d'un film mince austénitique génère de la martensite, alors que celle d'un film mince martensitique entraîne la réorientation de la martensite déjà présente. Ainsi, l'identification des mécanismes est en cours à l'aide d'une approche micromécanique des champs sous la pointe d'indentation.

### 3. Modélisation micromécanique

Lors d'un essai de nanoindentation, la contrainte augmente sous l'indent, il y a alors apparition de martensite sous forme de variantes. Il existe 24 variantes possibles de martensite d'orientation différente et présentant différents efforts critiques d'activation. On étudie les mécanismes d'apparition de la première variante de martensite. Il s'agit de déterminer la force critique d'activation minimale correspondant à l'effort nécessaire pour activer la première variante :

$$F_c = \sigma_{ij}(r)\varepsilon_{ij}^T(r),$$

où  $\sigma$ ,  $\varepsilon^T$  et  $r$  sont respectivement, la contrainte sous l'indent, la déformation de transformation et la position spatiale par rapport à l'indent. La déformation de transformation  $\varepsilon^T$  dépend de la formation de martensite donc des différentes variantes en présence et de leur orientation :

$$\varepsilon_{ij}^{Ts} = \frac{1}{2}g(n_i^s m_j^s + n_j^s m_i^s)$$

Afin de pouvoir déterminer cette déformation, issue du critère énergétique de Patel et Cohen [10], il est nécessaire de connaître la normale au plan d'habitat  $\underline{n}$  et la direction de transformation  $\underline{m}$  pour chacune des variantes de martensite de l'alliage CuAlBe et l'intensité du glissement  $g$ . Ces orientations peuvent être obtenues en adaptant la théorie de la transformation martensitique de Wechsler et al. [11] à la structure cristallographique de l'alliage CuAlBe. La transformation de phase dans cet alliage correspond au passage d'un réseau parent d'austénite de maille D03 à un réseau 18R modifié de martensite [12].

La contrainte sous la pointe d'indentation peut être déterminée par la théorie de la mécanique du contact [13]. Afin de simplifier les calculs, la forme du bout de l'extrémité de l'indent de type Berkovich est considérée comme sphérique et le problème est supposé axi-symétrique. Le modèle micromécanique [5] est adapté aux alliages à mémoire de forme. Pour cela des calculs discrets d'énergie sont effectués et l'expression de l'énergie libre de Gibbs est modifiée afin de prendre en compte les effets de longueurs internes. Les résultats sont comparés aux forces critiques d'apparition d'évènements de type « pop-in » et les excès d'énergie générés par ces évènements seront également quantifiés.

### 4. Conclusion et perspectives

Cette étude a pour but, à l'aide de réponses obtenues en nanoindentation dans des grains d'alliage CuAlBe, d'étudier à l'aide de la micromécanique des champs discrets et la théorie du contact les mécanismes fins d'activation des variantes à l'échelle intra-granulaire qui s'opère sous l'indent. La valeur expérimentale de la force critique locale d'apparition de la première variante est comparée à la force d'activation des variantes obtenue à l'aide de la mécanique du contact et des propriétés cristallographiques de la transformation martensitique afin de comprendre et de modéliser l'apparition de variantes sous l'indent.

## Références

- [1]Zhang P., Ma A., Lu S., Liu G., Lin P., Jiang J., Chu C., Effect of grain refinement on the mechanical properties of Cu-Al-Be-B shape memory alloy, *Materials and Design*, 32, 348-352, 2011.
- [2]Montecinos S., Cuniberti A., Sepúlveda A., Grain size and pseudoelastic behavior of a Cu-Al-Be alloy, *Materials Characterization*, 59, 117-123, 2008.
- [3]Cuniberti A., Montecinos S., Lovey F.C., Effect of  $\gamma_2$ -phase precipitates on the martensitic transformation of a  $\beta$ -CuAlBe shape memory alloy, *Intermetallics*, 17, 435-440, 2009.
- [4]Ishida A., Sato M., Thickness effect on shape memory behavior of Ti-50.0at.%Ni thin film, *Acta Materialia*, 51, 5571-5578, 2003.
- [5]Collard C. Favier V., Berbenni S., Berveiller M., Role of discrete intra-granular slip bands on the strain-hardening of polycrystals, *International Journal of Plasticity*, 26, 310-328, 2010.
- [6]Siredey N., Patoor E., Berveiller M., Eberhardt A., Constitutive equations for polycrystalline thermoelastic shape memory alloys. Part I. Intragranular interactions and behavior of the grain, *International Journal of Solids and Structures*, 36, 4289-4315, 1999.
- [7]Oliver W.C., Pharr G.M., An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *Journal of Materials Research*, 7, 1564-1583, 1992.
- [8]Frick C.P., Lang T.W., Spark K., Gall K., Stress-induced martensitic transformations and shape-memory at nanometer scales, *Acta Materialia*, 54, 2223-2234, 2006.
- [9]Moyne S., Poilane C., Kitamura K., Miyazaki S., Delobelle P., L'excellent C., Analysis of the thermomechanical behavior of Ti-Ni shape memory alloy thin films by bulging and nanoindentation procedures, *Materials Science and Engineering*, A273-275, 727-732, 1999.
- [10]Patel J.R., Cohen M., Criterion for the action of applied stress in the martensitic transformation, *Acta Metallurgica*, 1, 531-538, 1953.
- [11]Wechsler M.S., Lieberman D.S., Read T.A., On the theory of the formation of martensite, *Journal of Metals*, 1503-1515, 1953.
- [12]Moreau F., Etude par diffraction des rayons X des effets du cyclage pseudo-élastique de l'alliage à mémoire de forme Cu-Al-Be, thèse de l'université de Metz, 1998.
- [13]Johnson K.L., *Contact mechanics*, Cambridge University Press, 1985.