

**Procès-verbal TP Solidification et DTA sur des Al-Si hypoeutectiques.**

Groupe :

Date :

Assistant(s):

**Buts du travail**

- faire de l'analyse thermique différentielle (ATD) sur des Al-Si hypoeutectiques pour déterminer la pente du liquudus du binaire Al-Si.
- réaliser des coulées en sable de médailles en étain et étudier les notions de modèle permanents ou non et de moules permanents ou non sur les coulées en moule métallique et en cire perdue.
- comprendre les informations présentes dans un diagramme de phases.

**Matériaux étudiés (désignation et composition)**

- 
- 
- 

**Auteur(s)**

| Nom, Prénom | Contribution | Signature |
|-------------|--------------|-----------|
| -           |              |           |
| -           |              |           |
| -           |              |           |
| -           |              |           |
| -           |              |           |
| -           |              |           |

**Les chapitres suivants doivent être déployés sur maximum 4 pages :**

1. Matériaux, méthodes et appareils de mesure
2. Mesures, observations et résultats
3. Exploitation des résultats et discussion critique
4. Conclusion

**Evaluation (partie réservée à l'assistant)**

Matériaux, instruments, méthodes : 3 points

Mesures, observations et résultats : 3 points

Exploitation des résultats et discussion : 4 points

Conclusion : 3 points

Forme : 2 points

Nbre de page au total (sans cette page) :

|  |
|--|
|  |
|  |
|  |
|  |
|  |

Note

Date et signature de l'assistant

Total :

Note = 1 + 5 \* total / 15

## TP Solidification: diagramme de phases Al-Si et coulées d'étain

Venir avec une clé USB pour récupérer les mesures

### 1. Objectifs

- Vérifier le diagramme d'équilibre binaire d'un alliage métallique Al-Si par analyse thermique.
- Comparer les courbes de refroidissement de Al pur, Al-Si hypoeutectique et Al-Si eutectique
- Déterminer la pente du liquidus dans la zone hypoeutectique du diagramme Al-Si
- Evaluer les erreurs de mesure sur les thermocouples et sur la valeur de la pente du liquidus
- Relier la formation de microstructures au diagramme de phase et à la courbe de refroidissement.
- Réaliser une coulée en sable d'étain et décrire succinctement d'autres procédés de coulée tels que la coulée en cire perdue.



Gauche: exemples de pièces coulées en sable. Droite: grappe de modèles en cire perdue.

### 2. Préparation au TP

La connaissance des notions exposées dans les passages ci-dessous est nécessaire à la compréhension du TP : elle se base en premier sur le cours Métaux et Alliages. On pourra aussi consulter :

Introduction à la science des matériaux, 3<sup>e</sup> ed., J.-P. Mercier, G. Zambelli, W. Kurz, PPUR, 1999 :

|         |   |                      |
|---------|---|----------------------|
| Chap. 8 | <i>Alliages et diagrammes de phases</i>               | pp. 197-202, 210-224 |
| Chap. 9 | <i>Transformations de phases et microstructures</i> , | pp. 237-256          |

Solidification, J. A. Dantzig, M. Rappaz, CRCP, 2009 :

|         |                       |           |
|---------|-----------------------|-----------|
| Chap. 8 | <i>Phase Diagrams</i> | pp. 69-86 |
|---------|-----------------------|-----------|

### 3. Méthode et rappels théoriques

#### 3.1 Analyse thermique différentielle (ATD)

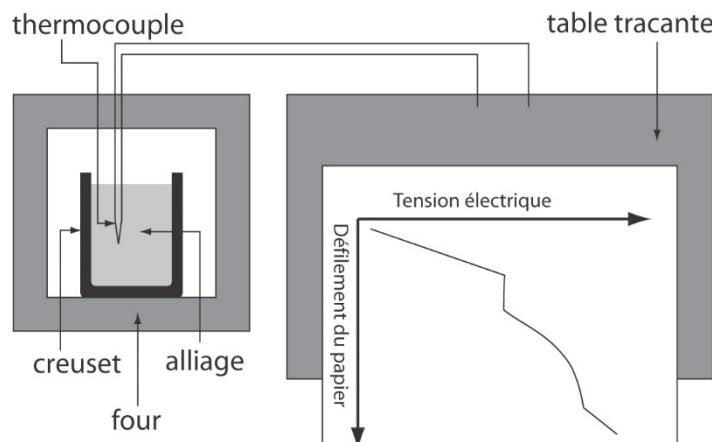
L'analyse thermique consiste à enregistrer la courbe de refroidissement d'un métal ou d'un alliage depuis l'état liquide jusqu'à la température ambiante. La température est mesurée par l'intermédiaire d'un thermocouple. Un thermocouple est constitué par deux fils, chacun d'un alliage métallique différent (on choisit le couple en fonction de la gamme de température à étudier, type K dans le TP). Ces deux fils sont soudés à leurs extrémités appelés point chaud et point froid et la différence de température entre ces deux points engendre par effet Seebeck (effet thermoélectrique) une différence

de potentiel électrique (ddp) dans le circuit électrique constitués des deux fils. Les thermocouples commerciaux sont étalonnés et on dispose de tables ou de formules permettant de convertir la tension en température (calibration du lien entre ddp et  $\Delta T$ ).

On place un creuset contenant l'alliage à étudier dans un four résistif (Figure 1). On porte l'alliage à une température telle qu'il soit totalement liquide. Une fois que cet état est atteint, on éteint le four et on laisse le système évoluer. L'intérieur du four étant chaud et l'environnement froid, il s'établit un flux de chaleur, au travers de la paroi du four, entre l'intérieur et l'extérieur. Ce flux est donné par la loi de Fourier :  $J = -\kappa \text{grad}T$  et est exprimé en  $[\text{Wm}^{-2}]$ . Dans cette expression,  $T$  est la température [K] et  $\kappa$  la conductibilité thermique  $[\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}]$ .

Dans ce montage expérimental, les parois du four sont bien isolantes et on peut donc estimer que la diffusion de la chaleur à l'intérieur du four est bien plus rapide qu'entre l'intérieur et l'extérieur. On peut alors supposer que la température  $T$  à l'intérieur du four est pratiquement homogène et égale à la température de l'alliage. Le flux de chaleur entre l'intérieur et l'extérieur peut alors s'écrire  $J_{in \rightarrow out} = h(T - T_{ext})$  où  $T_{ext}$  est la température extérieure et  $h$  un coefficient de transfert. Le taux d'extraction d'énergie par unité de volume s'obtient facilement selon  $|\dot{H}| = \frac{1}{V} \int_{\text{paroi four}} J_{in \rightarrow out} dS [\text{Wm}^{-3}]$ ,

où  $dS$  est l'élément de surface. L'évolution de la température à l'intérieur du four peut alors être décrite par un simple bilan de chaleur en prenant en compte la transformation de phase (le flux de chaleur sortant permet de faire baisser la température et d'évacuer la chaleur latente dégagée par la solidification) :  $\dot{H} = \rho c_p \dot{T} - L \dot{f}_s$  où  $\rho c_p$  est la capacité calorifique moyenne du contenu du four (alliage + creuset)  $[\text{JK}^{-1}\text{m}^{-3}]$ ,  $L$  est la chaleur latente de l'alliage  $[\text{Jm}^{-3}]$ ,  $T$  est la température de l'alliage [K],  $f_s$  est la fraction solidifiée et le point indique la dérivation par rapport au temps :  $\dot{H}$  est négatif (extraction de chaleur de l'alliage) donc la solidification implique que  $\dot{T}$  est négatif et  $\dot{f}_s$  positif



**Figure 1 Schéma du montage expérimental : la table traçante est remplacée par une acquisition de données NetDAQ.**

A partir de cette équation, on peut distinguer trois cas :

1. On n'est pas en cours de solidification, donc  $\dot{f}_s = 0$  et  $\dot{T} = \dot{T}_{max} < 0$  est constant. On se trouve dans un régime de refroidissement linéaire caractéristique de l'absence de transformation de phase.

2. La solidification a lieu et le diagramme de phase indique que la transformation solide – liquide correspond à une seule température (substance pure ou eutectique)\*. On se trouve dans le cas d'une **transformation de phases isotherme** marquée par un plateau dans la courbe de refroidissement.
3. La solidification a lieu et le diagramme de phase indique que la transformation solide – liquide correspond à une gamme de température (alliage). C'est le cas d'une **transformation non isotherme** caractérisée par un changement de pente dans la courbe de refroidissement.

### 3.2 Diagramme de phase

Dans ce TP, on étudie un système eutectique classique, à savoir les alliages binaires Al-Si. On va distinguer dans cette introduction quatre types distincts d'alliages binaires AB comme représenté à la Figure 2. Dans tous les cas, on va analyser la solidification des alliages à partir d'une température  $T_0$  à laquelle l'alliage est entièrement liquide (on rappelle que le liquide est une phase à part entière)

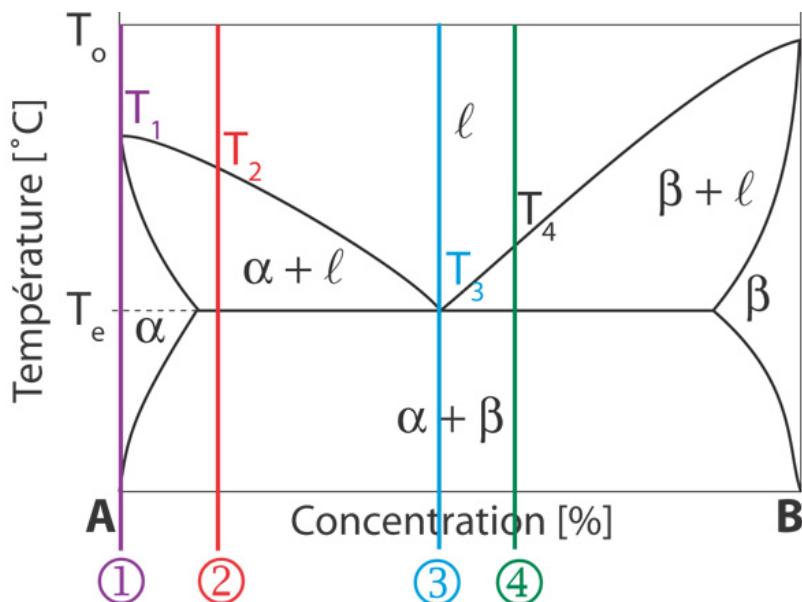


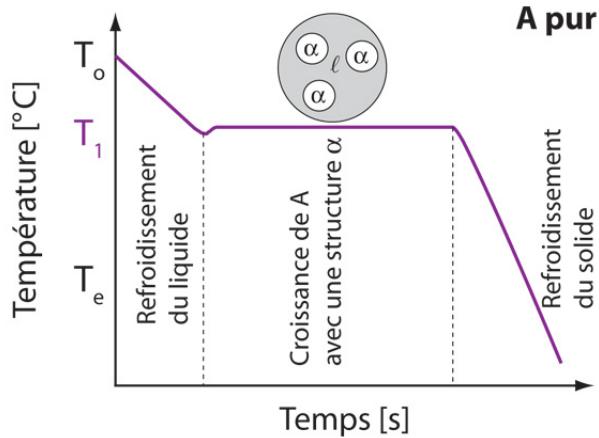
Figure 2 Diagramme de phases binaire AB

Commençons par traiter le cas du composant A pur (composition 1 sur la Figure 2). La courbe de refroidissement obtenue est représentée schématiquement à la Figure 3. Entre  $T_0$  et  $T_1$ , le liquide se refroidit sans qu'il y ait solidification et on observe donc un refroidissement linéaire.  $T_1$  représente la température de fusion de A et, quand la température du liquide atteint cette valeur, la solidification commence. On est en présence d'une transformation de phase isotherme. Il est important de comprendre que la solidification **commence au début du plateau et se termine à la fin du plateau**. Pendant le plateau, il y a croissance de la phase solide et  $f_s$  passe continûment de 0 à 1. Dès que la température recommence à diminuer, c'est que la solidification est terminée et le solide se refroidit, à nouveau linéairement.

Le cas de l'alliage hypoeutectique (composition 2 sur la Figure 2, à gauche du point eutectique) est plus intéressant. Comme illustré à la Figure 4, on retrouve évidemment le refroidissement linéaire initial du liquide. Ensuite, comme cela est visible sur le diagramme de phase, il existe une température  $T_2$  (dépendant de la composition de l'alliage et dite température de liquidus) en dessous de laquelle

\* Pour une substance pure (absence de soluté) ou eutectique (diffusion de soluté entre les lamelles eutectiques, i.e. à très courte distance), c'est la diffusion de chaleur qui « contrôle » la solidification. Dans ce cas, l'extraction de chaleur compense directement le rejet de chaleur latente et  $\dot{T} = 0$ , d'où l'apparition d'un plateau de température.

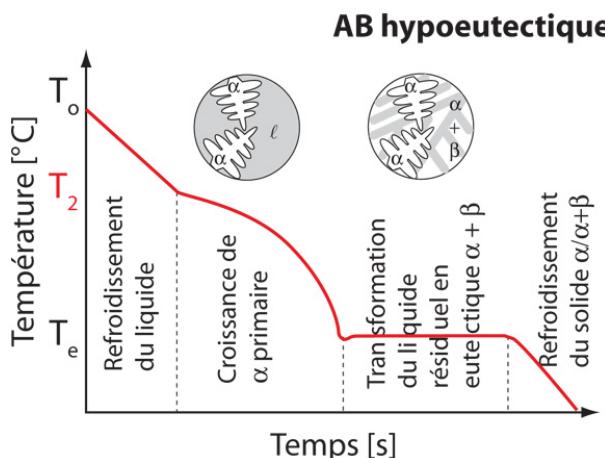
une certaine fraction de phase solide  $\alpha$  (donnée par la règle des leviers) doit se former au sein de la phase liquide. A  $T_2$ , il y a donc apparition de phase  $\alpha$  (changement de pente) dite phase primaire dans ce cas. La transformation  $\alpha \rightarrow \text{liquide}$  est une transformation non isotherme et la croissance de la phase  $\alpha$  (augmentation de la fraction solide) a lieu pendant que la température diminue.



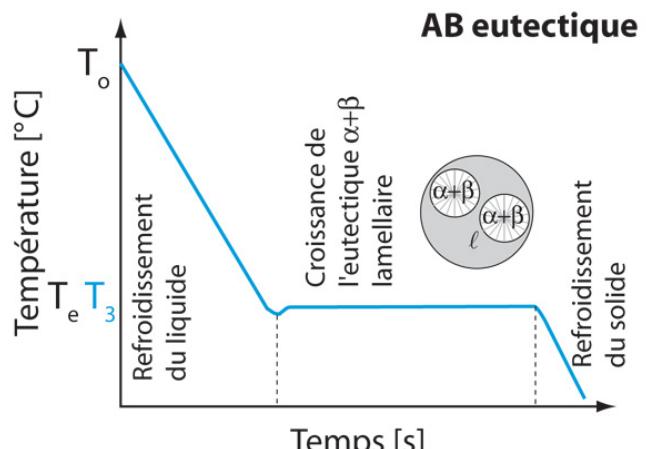
**Figure 3 Courbe de refroidissement du composant pur**

D'autre part, le diagramme de phase indique qu'en dessous de la température eutectique  $T_e$ , le liquide ne doit plus exister. Ainsi, quand  $T$  atteint  $T_e$ , le liquide restant se transforme en un solide biphasé : l'eutectique  $\alpha+\beta$ . La transformation eutectique est isotherme et dure donc pendant tout le plateau observé sur la courbe de refroidissement. Il faut noter qu'on peut estimer, par la règle des leviers, la quantité de liquide résiduel à  $T_e + \varepsilon$  (où  $\varepsilon$  est petit). Comme tout ce liquide doit se transformer en solide eutectique, cette fraction est une bonne approximation de la fraction d'eutectique dans le solide final.

En résumé, la **croissance de  $\alpha$  commence au changement de pente et dure jusqu'au moment où la température eutectique est atteinte**. Elle s'arrête alors et le **liquide restant à composition eutectique commence sa transformation en  $\alpha+\beta$  au début du plateau de température et la termine à la fin de ce plateau**. La **solidification a donc commencé au premier changement de pente et se termine à la fin du plateau**.



**Figure 4 Courbe de refroidissement d'un alliage hypoeutectique**



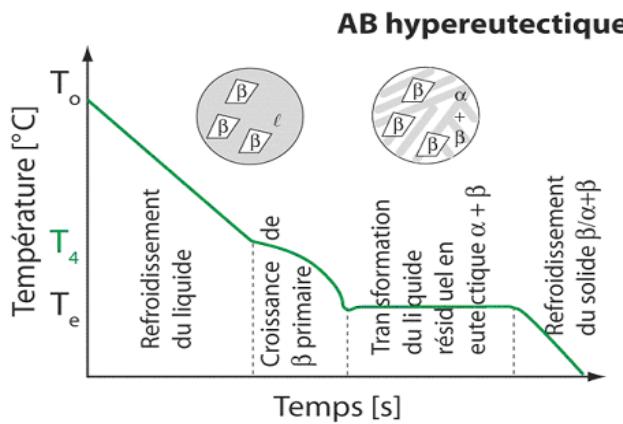
**Figure 5 Courbe de refroidissement de l'alliage eutectique**

Le cas de l'alliage eutectique (composition 3 sur la Figure 2) est très proche du cas du composant pur comme le montre la Figure 5. En effet, la transformation de la phase liquide en un solide biphasé  $\alpha+\beta$

est isotherme. La **solidification commence donc au début du plateau** et est **terminée à la fin de ce dernier**.

Si l'alliage est hypereutectique (composition 4 sur la Figure 2, à droite du point eutectique) on se rapproche du cas hypoeutectique. En effet, comme cela est visible sur la figure 6, la **solidification commence au premier changement de pente** dans la courbe de refroidissement. On a d'abord une transformation non isotherme, à savoir l'apparition de phase primaire. Cette transformation commence à une température  $T_4$  donnée par le diagramme de phase et fonction de la composition.

La grande différence avec le cas hypoeutectique est que la phase primaire est la phase  $\beta$  dans ce cas. La croissance de la phase primaire se termine quand  $T$  atteint  $T_e$ , température à laquelle la transformation isotherme du liquide résiduel en eutectique  $\alpha+\beta$  a lieu. **La solidification est donc terminée dès la fin du plateau.**



**Figure 6 Courbe de refroidissement d'un alliage hypereutectique**

#### 4. Déroulement du TP

Pendant le chauffage à 700°C des échantillons (env. 1h) dans le four de façon à atteindre l'état liquide, on fera une revue rapide des motivations du travail et un bref exposé sur la solidification des alliages binaires eutectiques et sur le principe de l'analyse thermique différentielle (le terme **differentiel** vient du fait que pour bien mettre en évidence les changements de pente de la courbe de refroidissement  $T(t)$ , on peut calculer de manière approchée la dérivée  $dT/dt$  qui mettra en exergue ces changements de pente ; dans les alliages étudiés dans le TP, cela n'est pas nécessaire car les ruptures de pente sont très marquées). Une fois les 700°C atteints, on mettra en route l'acquisition de données NetDAQ pour enregistrer les signaux des thermocouples, on éteindra le four et on ouvrira sa porte. Durant le refroidissement des creusets (env. 1h), on réalisera la coulée en sable de petites pièces style médailles ou pièces de monnaie en étain et on décrira la coulée en cire perdue et en moule métallique. Le TP se terminera par la relecture des courbes de refroidissement mesurées et par une analyse rapide de chacune des courbes. Enfin, les mesures seront remises aux étudiants.

##### 4.1 Etude par analyse thermique différentielle (ATD) d'alliages Al-Si hypoeutectiques

- Discuter la forme des courbes de refroidissement mesurées avec la séquence de formation des phases et les microstructures résultantes décrite dans le paragraphe 3.
- Evaluer l'erreur sur la mesure de température de chaque thermocouple en comparant les mesures aux deux **invariants du diagramme de phase, 660°C (Al pur) et 577°C (plateau eutectique)**.
- Pour chaque binaire Al-Si, on mesurera les températures liquidus et eutectique
- A l'aide des différents couples température de liquidus – composition en Si, déterminer la pente du liquidus, **m en °C/%pdsSi** à l'aide d'une régression linéaire dans Excel. On fera plusieurs régressions linéaires pour estimer une erreur absolue sur la valeur de m. On donnera le facteur de qualité de la régression, R, pour les divers cas. La composition en Si est supposée exacte.

- La conclusion indiquera comment on a mesuré  $m$ , quelle valeur on propose pour  $m$  avec son erreur de mesure et enfin comment la valeur proposée de  $m$  se compare avec les valeurs de la littérature ou du diagramme de phase Al-Si présenté ci-après.

#### 4.2 Coulée en sable, en moule métallique et en cire perdue

- Réaliser un moule en sable autour d'un modèle permanent puis procéder à la coulée
- Aborder la coulée en moule métallique et à la cire perdue (pour la production d'aubes de turbine monocristalline) et comprendre les notions d'**empreinte**, de **modèle permanent et non permanent** et de **moule permanent ou non permanent**.

#### 5. Indications pour le rapport

- Le rapport se compose de la page de garde avec la date, les noms et signatures des participants **et de 4 pages maximum** de rapport proprement dit. Un rapport par groupe sera rendu.
- Le délai de dépôt du rapport sur Moodle est d'une semaine.
- La note n'est pas proportionnelle à la quantité mais bien à la qualité.
- Le rapport doit être écrit dans un Français (ou Anglais) correct avec un minimum de fautes d'orthographe (surtout pour les gens dont c'est la langue maternelle).
- Le rapport sera structuré selon le schéma classique d'un rapport scientifique
  - introduction,
  - méthodes expérimentales (matériaux, instruments, ...),
  - résultats des mesures (toutes les courbes de refroidissement sur un même diagramme)
  - exploitation et discussion des résultats: détermination de  $m$  avec son erreur
  - et conclusion.

La description des différents types de coulée se limitera à quelques phrase et/ou photo suivant la place disponible dans le rapport.

**On prendra le ddp AlSi ci-dessous comme référence.** Le % atomique sera transformé en %poids à l'aide des masses molaires de Si et Al :  $M_{\text{Si}} = 28 \text{ g/mol}$  et  $M_{\text{Al}} = 27 \text{ g/mol}$ .

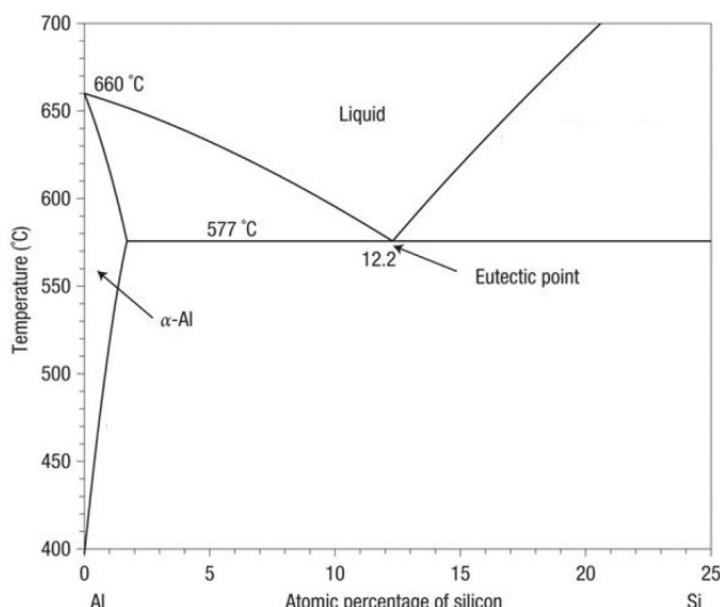


Diagramme de phase Al-Si