

Examen Bachelor « Transformation de phases »

29 juin 2023

Enseignant : Dr Cyril Cayron

Durée : 3 heures 09h15 – 12h15 Salle : ELD020

Matériel autorisé : calculatrice, règle, rapporteur, équerre, et toutes notes écrites de votre main

Consignes : Répondre sur feuilles libres en marquant votre nom et n° Sciper en haut de toutes les pages et en les numérotant. Les réponses peuvent être données en français ou en anglais. Indiquer le nombre total de pages à la fin. Les feuilles d'énoncés doivent être rendues en même temps que les feuilles de réponses.

Barème : il est sur 7, c'est à dire avec 1 point supplémentaire pour tenir compte de la difficulté et de la longueur de l'examen. Le détail des points est indiqué pour chaque question en bleu.

Section I (thermodynamique): 3.5 points

Section II (cristallographie) : 3.5 points

Quelques rappels qui pourront (ou non) être utiles :

1 atm = 101325 Pa, 1 Pa = 1 N/m², 1 J = 1 N.m, 0 K = -273°C

Constante de Boltzmann $k_B = 1,381 \times 10^{-23} \text{ m}^2 \text{ kg s}^{-2} \text{ K}^{-1}$

Constante des gaz parfaits $R = 8,314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$

Nombre d'Avogadro $N_A = 6,022 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$

wt.% = pourcentage massique at.% = pourcentage atomique

Acronymes provenant de l'anglais:

SEM = Scanning Electron Microscope

BSE = BackScatter Electron

EBSD = Electron Back Scatter Diffraction

TEM = Transmission Electron Microscopy

DSC = Differential Scanning Calorimetry

LPBF = Laser Power Bed Fusion

Section I Thermodynamique

Partie A: Questions de cours.

- a. On place dans une enceinte fermée un verre d'eau. Le verre est à double paroi ce qui laisse très peu passer la chaleur. Que se passe-t-il quand on fait le vide dans l'enceinte ? → 0.25
- b. Dans un article (A. Shelyakov et al. Metals, 2023), les auteurs expliquent qu'ils parviennent à produire par trempe sur roue un état amorphe de deux alliages NiTiCu (un à 25%-at Cu et l'autre à 30%-at Cu). Ils étudient ensuite la cristallisation de ces alliages par la technique DSC en chauffant les alliages. Ils écrivent « *It should be noted that an increase in the copper concentration leads to a noticeable decrease in the crystallization onset temperature (from 449.5 °C to 442.1 °C) but causes greater heat release during crystallization (from 28.4 to 30.1 J/g), indicating an increase in the amorphization degree of the alloys* ». Pourriez-vous expliquer/discuter leur raisonnement? → 0.25
- c. Le diagramme de phase du binaire gallium-mercure (Ga-Hg) est donné en Figure 1. Décrivez-le et donnez tous les points remarquables. Que peut-on déduire du point à 200°C – 50% Hg sur les interactions entre les atomes Ga et Hg en phase liquide ? → 0.25

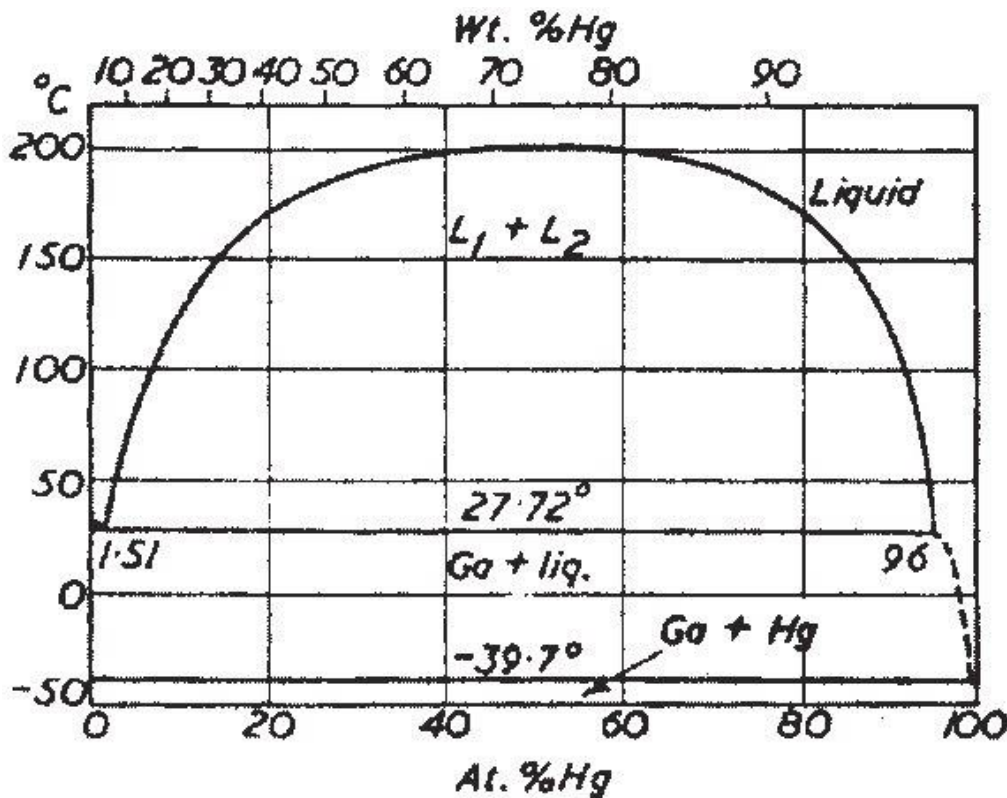


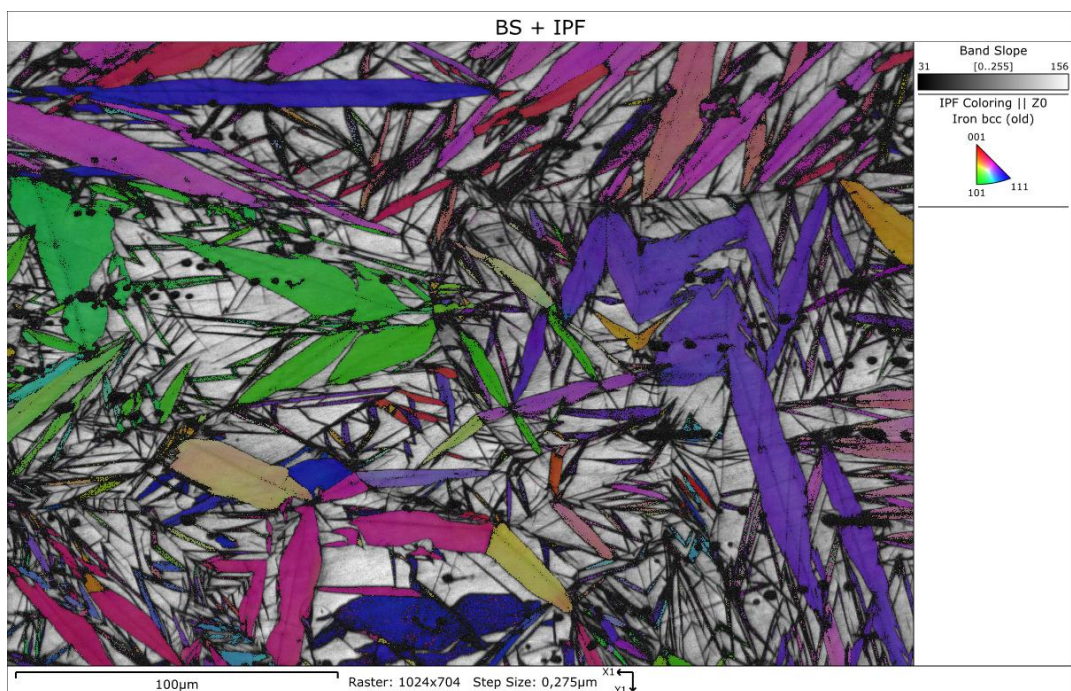
Figure 1 : Diagramme de phase Ga-Hg

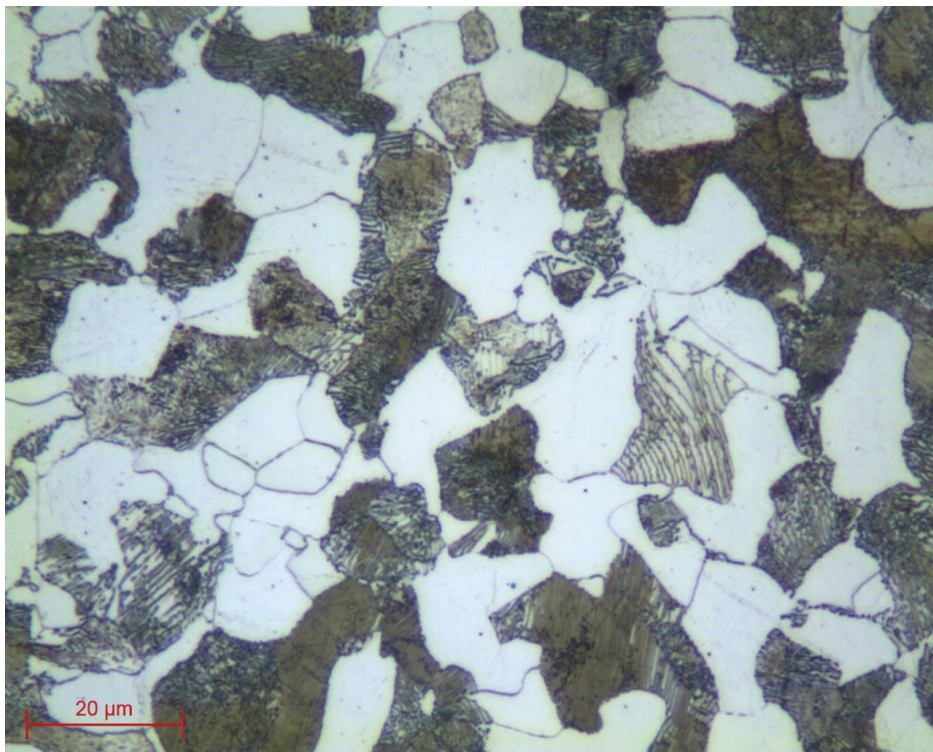
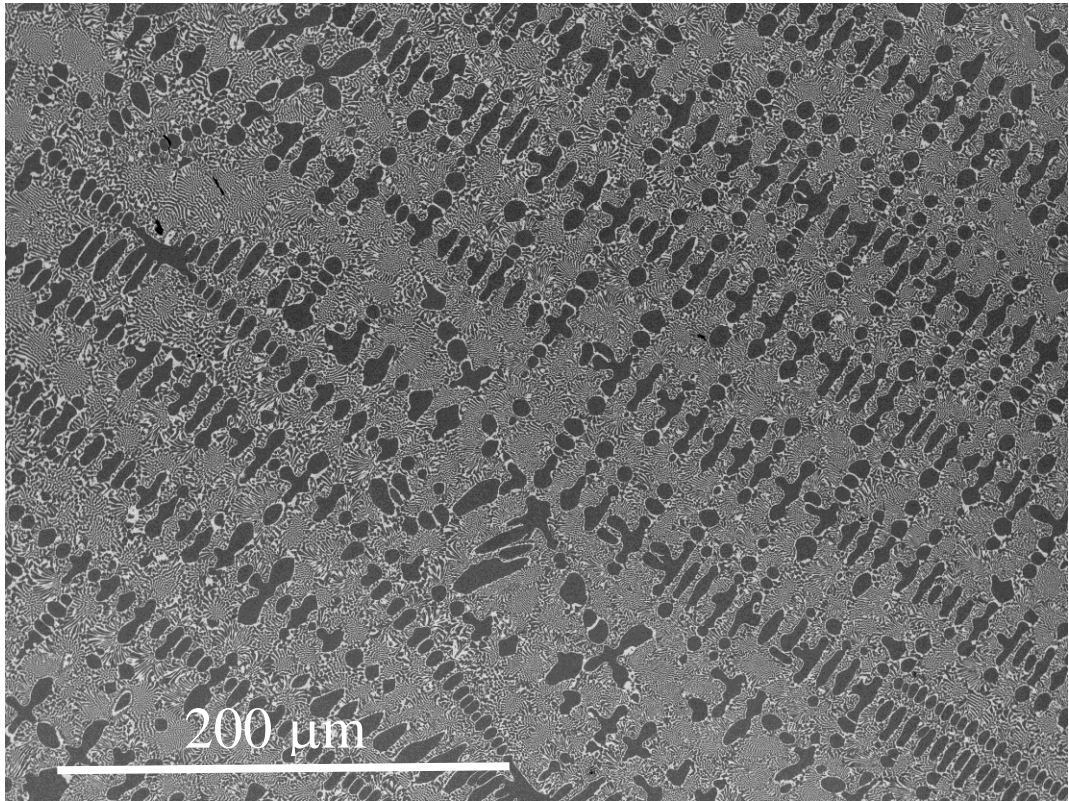
- d. Pourquoi les microstructures d'alliage élaborés par *additive manufacturing*, notamment par la technique LPBF, présentent-elles le plus souvent des grains colonnaires ? En quoi est-ce un problème ? Quelles sont les pistes de recherche développées ces dernières années pour obtenir des grains équiaxes ? → 0.25

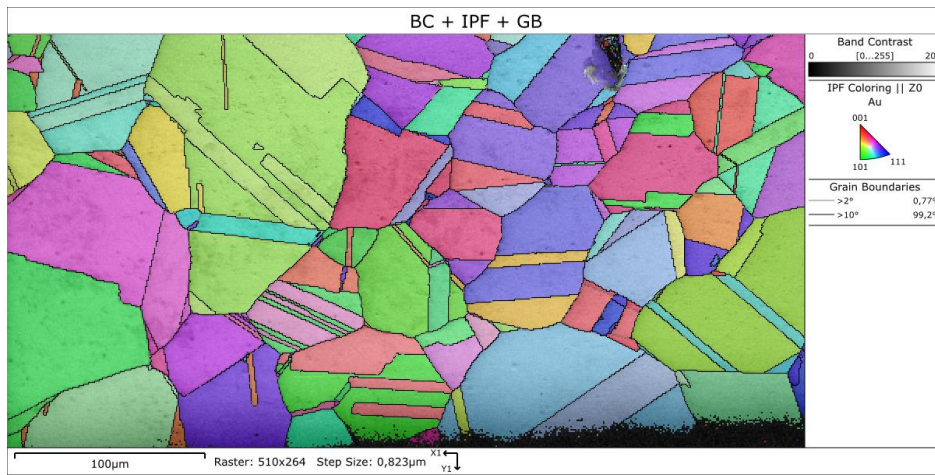
Partie B: Interprétation d'images.

- a. Des images numérotées de 1 à 6 sont montrées en Figure 2. Trouvez pour chacune d'entre elle l'intitulé correct dans la liste suivante de a) à f). Justifiez votre choix en discutant le matériau, sa microstructure et le type d'image. → 1.5

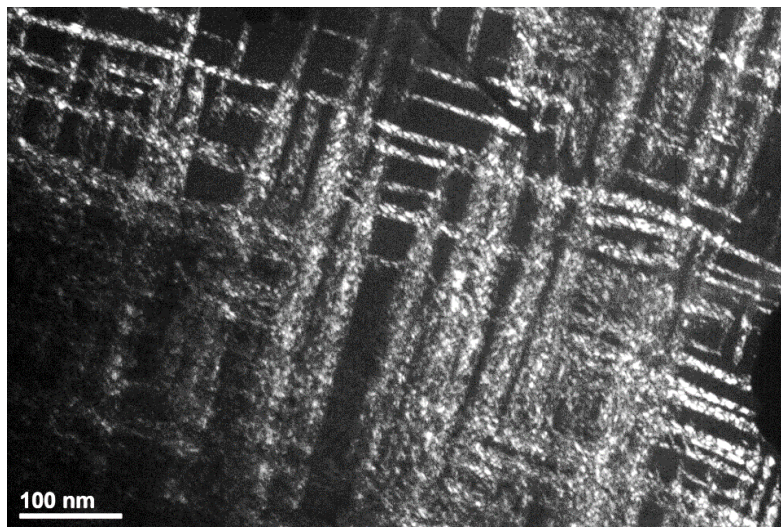
- a) *Image optique d'un acier hypoeutectoïde ferrito-perlitique.*
- b) *Image optique de zirconium pur trempé depuis une température de 1000°C (note : le zirconium, tout comme le titane, présente une transformation de phase cubique centrée à hexagonale compact à 860°C).*
- c) *Image SEM - BSE d'un alliage Ti-42% at Au après solidification en lingot.*
- d) *Carte EBSD d'un acier trempé depuis une température de 1000°C et dans un état austénite-martensitique.*
- e) *Carte EBSD d'un or pur recristallisé.*
- f) *Image TEM en champ sombre de précipités ordonnés AuCu de structure tétragonale L1₀ (note : la formation de la phase L1₀ depuis la phase désordonnée cubique à faces centrées est à la fois diffusive et displacive).*







4



5



6

Figure 2 : Six images de différents matériaux et microstructures, acquises par différentes techniques

Partie C. Exercice sur diagramme de phase binaire

La **figure 3** ci-dessous représente très schématiquement pour un système Ag-Cu les courbes des énergies de Gibbs des phases solides cubique à faces centrées, l'une riche en Ag notée α -Ag, et l'autre riche en Cu notée α -Cu, ainsi que de la phase liquide à différentes températures. L'axe des x correspond au pourcentage atomique de Cu.

- a. Tracez approximativement le diagramme de phase Ag-Cu entre 20°C et 1083°C en reportant les températures indiquées et les compositions de Cu notées de X_1 à X_{10} et X_E . Les courbes de liquidus et solidus pourront être tracées à la règle et les courbe de solvus à la main. Les valeurs approximatives de la composition atomique de cuivre sont $X_1 = 76\%$, $X_2 = 97\%$, $X_3 = 4\%$, $X_4 = 12\%$, $X_5 = 66\%$, $X_6 = 96\%$, $X_7 = 14\%$, $X_8 = 95\%$, $X_E = 40\%$, $X_9 = 5\%$, $X_{10} = 98\%$. A quel type de transformation de phase liquide-solide ce diagramme correspond-t-il ? → 0.5

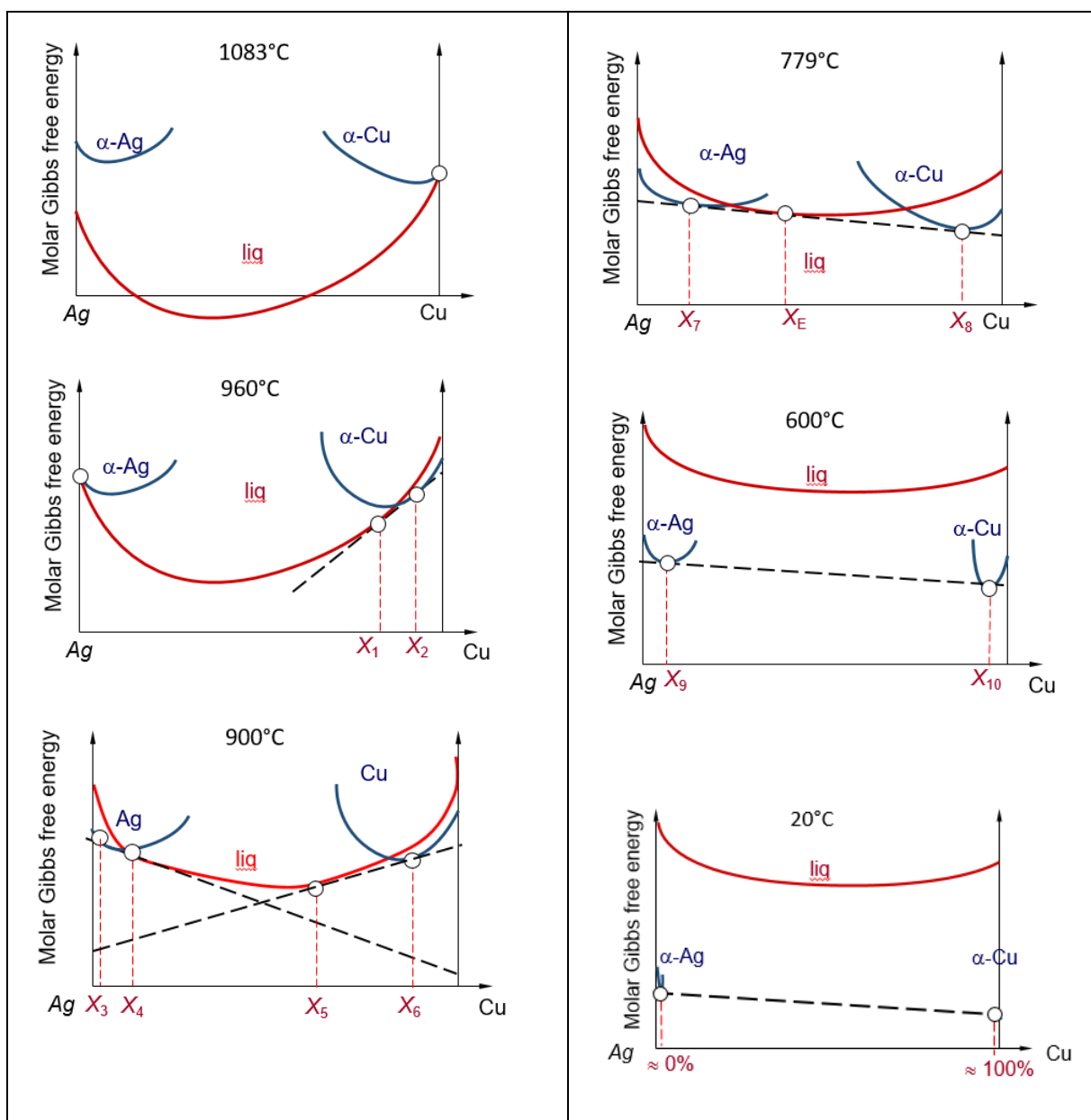


Figure 3: Courbes d'énergie de Gibbs pour le système Ag-Cu à différentes températures

- b. Nous voulons faire un mélange de 6 g de cuivre et 94 g d'argent par fusion. Donnez la valeur approximative de la température minimum à atteindre pour faire le mélange total? Prenez 63.5 g.mol^{-1} pour la masse molaire du Cu, et 107.9 g.mol^{-1} pour l'Ag. → 0.25
- c. Avec la composition de la question précédente, quelles sont les différentes microstructures de solidification auxquelles on peut s'attendre en fonction de la vitesse de refroidissement ? → 0.25

Section II Cristallographie

Nous considérons la transformation de phase entre la phase γ carrée simple et la phase α rectangulaire centrée obtenue par une distorsion angulaire de 10° (l'angle de 90° est réduit à 80°) comme illustré sur la figure 4 ci-dessous. La base cristallographique de la phase γ est donnée par $(\mathbf{a}^\gamma, \mathbf{b}^\gamma)$, et celle de α par $(\mathbf{a}^\alpha, \mathbf{b}^\alpha)$. Les disques représentent les atomes et la couleur (bleu ou saumon) la phase. Nous supposons $\|\mathbf{a}^\gamma\| = \|\mathbf{b}^\gamma\| = \|\mathbf{a}^{\gamma'}\| = \|\mathbf{b}^{\gamma'}\| = 1$.

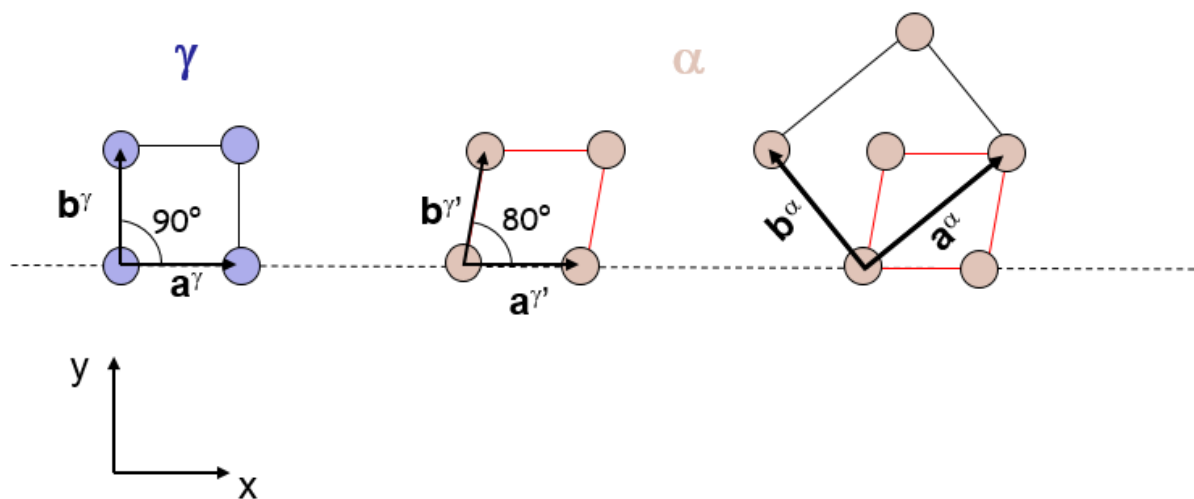


Figure 4: Transformation de phase entre la phase γ carrée simple et la phase α rectangulaire centrée obtenue par une distorsion angulaire de 10°

Note: Les solutions pourront être données de manière exactes sous forme de cosinus et sinus ou sous forme numérique avec 3 chiffres après la virgule.

Partie A. Les matrices de transformation

- Déterminez les trois types de matrices de transformations, à savoir la matrice de correspondance $\mathbf{C}^{\alpha \rightarrow \gamma}$, la matrice de distorsion \mathbf{F}^{γ} , et la matrice de passage (aussi appelée matrice d'orientation) $\mathbf{T}^{\gamma \rightarrow \alpha}$. → 0.5
- Déterminez le changement volumique molaire de cette transformation. Si on effectuait un suivi par dilatométrie de la transformation de phase $\gamma \rightarrow \alpha$ observerait-on une augmentation ou une diminution du volume de l'échantillon? → 0.25
- La direction $\mathbf{u} = [1,1]_{\gamma}$ devient par distorsion la direction \mathbf{u}' . Quelles sont les coordonnées de \mathbf{u}' dans la base initiale $(\mathbf{a}^{\gamma}, \mathbf{b}^{\gamma})$? et dans la base finale $(\mathbf{a}^{\alpha}, \mathbf{b}^{\alpha})$? → 0.25
- Le plan $\mathbf{p} = (1,1)_{\gamma}$ devient par distorsion le plan \mathbf{p}' . Quels sont les indices de Miller de \mathbf{p}' dans la base initiale $(\mathbf{a}^{\gamma}, \mathbf{b}^{\gamma})$? et dans la base finale $(\mathbf{a}^{\alpha}, \mathbf{b}^{\alpha})$? → 0.25

Partie B. Métrique

- Déterminez le tenseur métrique de la phase α . → 0.25
- Calculez l'angle entre les directions $\mathbf{u} = [1,1]_{\alpha}$ et $\mathbf{v} = [1,2]_{\alpha}$. → 0.25
- Calculez l'angle entre les plans $\mathbf{p} = (1,1)_{\alpha}$ et $\mathbf{q} = (1,2)_{\alpha}$. → 0.25

Partie C. Variants

- La figure ne présente qu'un seul variant. Combien y-a-t-il en fait de variants d'orientation pour cette transformation? Dessinez les «à la main». → 0.25
- Supposons que la base (\mathbf{x}, \mathbf{y}) de l'échantillon et la base cristallographique $(\mathbf{a}^{\gamma}, \mathbf{b}^{\gamma})$ de la phase γ coïncident parfaitement comme indiqué sur la figure. Calculer la matrice de distorsion \mathbf{F}_i^{γ} de chaque variant i dans la base (\mathbf{x}, \mathbf{y}) . → 0.5
- Si on applique et on maintient une contrainte de compression le long de l'axe \mathbf{x} à la phase γ métastable qui se transforme en phase α sous contrainte, quel(s) variant(s) α seront préférentiellement formés? Même question pour une contrainte de cisaillement parallèle à l'axe \mathbf{x} . Discuter le résultat en fonction du sens de cisaillement. → 0.5
- Si on relâche la contrainte appliquée à la question précédente, est-ce que l'échantillon reviendra à sa forme initiale, autrement dit est-ce que le matériau est superélastique? Pourquoi ? → 0.25