

Science des Matériaux

Travaux Pratiques

Faculté Sciences Appliquées

2010 - 2011

Stéphane Godet
Loïc Malet

Matières et Matériaux

CHIM-H-300 : Science des Matériaux

Objectifs, moyens et évaluation : 2010-2011

Stéphane Godet et Loïc Malet

Objectifs :

Ce cours d'introduction à la science des matériaux doit permettre d'appréhender les concepts de base qui sous-tendent cette discipline. L'approche spécifique suivie par le cours magistral est du type « bottom-up », c'est-à-dire que les matériaux sont décrits depuis l'échelle atomique jusqu'à l'échelle macroscopique. En partant des atomes constitutifs d'un matériau, on décrira les étapes successives de la formation d'une architecture atomique à la microstructure. La formation des microstructures sera abordée d'un point de vue thermodynamique (équilibre et écart à l'équilibre) et cinétique (diffusion). Le cours permettra de mettre en évidence l'influence de cette microstructure sur les propriétés du matériau (mécaniques, physique).

Moyens

Le cours est basé sur 12 exposés présentant la partie théorique du cours. Les transparents accompagnés de commentaires explicatifs sont à la disposition des étudiants. Un livre de référence est disponible en plusieurs exemplaires à la bibliothèque des Sciences et Techniques.

Les laboratoires ont pour objectif d'aider à la compréhension du cours. Les notions théoriques sont illustrées par de nombreuses manipulations et expériences. Les notes de laboratoires feront le lien entre la partie théorique et pratique du cours.

Nous sommes disponibles pour toute question ou explication complémentaire (sgodet@ulb.ac.be, lmalet@ulb.ac.be)

Evaluation

Evaluation écrite comptant pour 2/3 de la note finale. 1/3 de la note est attribuée sur base des rapports des laboratoires. Les étudiants doivent maîtriser les concepts théoriques et, surtout, être capable de justifier une propriété sur base des caractéristiques microstructurales des matériaux.

Table des matières

Manipulations :

Manipulation 1 :.....	p. 4
The mechanical behaviour of polymers	
Manipulation 2 :.....	p.11
Ténacité et modes de rupture des matériaux	
Manipulation 3 :	p.19
Influence de la structure sur les propriétés des matériaux cristallins	
Manipulation 4 :	p.28
Effet des traitements thermiques sur la structure et les propriétés des matériaux	
Manipulation 5 :	p.41
Influence de l'anisotropie sur les propriétés des matériaux	
Manipulation 6 :	p.48
Structures et propriétés mécaniques des aciers	

Manipulation 1

The mechanical behaviour of polymers

1. Introduction

This lab session illustrates the links between the structure of different polymers and their related mechanical properties. It is also an opportunity to train you to using English in a lab report. The lab notes are quite concise and you are therefore expected to provide clear and precise explanations of the different experiments and of the interpretation of the results.

2. The tensile test and the tensile curve

During a tensile test, a specimen is deformed in a machine in which the displacement of the crosshead and the corresponding load are measured. A diagram of such a machine can be found in Figure 1. From the load and displacement, the engineering stress and strain can be calculated by

$$\sigma_n = F / S_0 \quad \text{engineering stress}$$

$$\epsilon_n = \Delta l / l_0 \quad \text{engineering strain}$$

Where S_0 et l_0 are the initial section and length of the gauge length, respectively.

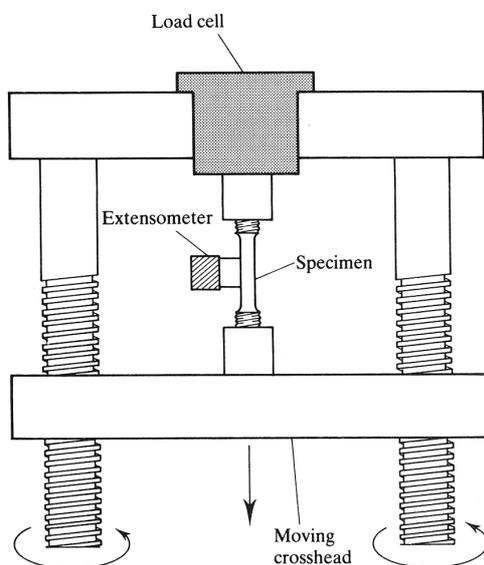


Figure 1: Representation of a tensile machine

Question 1

- a) Measure the useful dimensions of the tensile specimens of Polycarbonate (PC) and PMMA. You can input these data in the Table you will be given during the lab session.
- b) On the tensile curves please indicate:
1. The region where the deformation is elastic
 2. The region where plastic deformation takes place
 3. Young's Modulus.
 4. Yield Strength
 5. The ductility of the material which is measured by its fracture strain
- c) PMMA and PC are both thermoplastics. The glass transition temperature (T_g) of PMMA is about 105 °C and about 145 °C for PC. They are both amorphous. Can you make a sketch of the structure of such polymers? How does it compare to the structure of crosslinked polymers such as elastomers and thermosets?
- d) Can you explain the differences between the mechanical behaviour of PC and PMMA?
- e) Three tensile curves of polyethylene are presented in Figure 2. They were measured at room temperature. Polyethylene (PE) is a semi-crystalline polymer. The three specimens differ by their crystal weight fractions (X_c). Indeed, X_c is 75% for specimen HD, 30 for specimen LL and 15% for specimen UL. The T_g temperature is about -70°C.
1. Can you make a sketch of the structure of this polymer?
 2. Based on the chemical structure of the different polymers, can you explain why polyethylene can crystallize "easily" while it is not the case for PC and PMMA?
 3. Based on the structure of PE, can you explain its mechanical behaviour at temperatures higher than T_g ? In particular, you should discuss the influence of the crystal weight fraction on the mechanical behaviour.

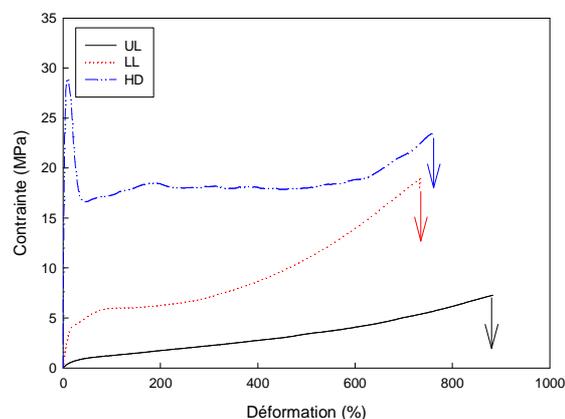


Figure 2: Tensile curves of polypropylene at different temperatures above T_g

3. Young's modulus

Young's modulus (E), also known as the tensile modulus, of a material is a measure of its *stiffness*, i.e. its ability to sustain a load while exhibiting a small *elastic* deformation.

Question 2

- a) Can you give some common examples of materials exhibiting a high stiffness?
- b) From the experimental tensile curve of PC, calculate its Young's Modulus. Compare the value obtained to the theoretical one. Can you explain why the value you have obtained is lower? What went wrong? Can you suggest another experimental set-up?

Compared to metals and ceramics, the Young's Modulus of polymers is quite low. In many applications where a high stiffness is necessary while keeping a low density, polymers are reinforced with fibres that are stiffer. Such a material is called a *composite* material.

We will now try to predict the Young's Modulus of composites. It is in fact a very difficult matter and it requires numerical techniques in most of the cases. However, in specific configurations, an analytical solution can be found.

The first simple case that we can consider is when the composite exhibits a layered structure. This means that the polymer matrix is reinforced by the successive layers of a stiffer material. Two extreme cases can be treated analytically and are presented in Figure 3. The loading direction can either be *parallel* or *perpendicular* to the layers.

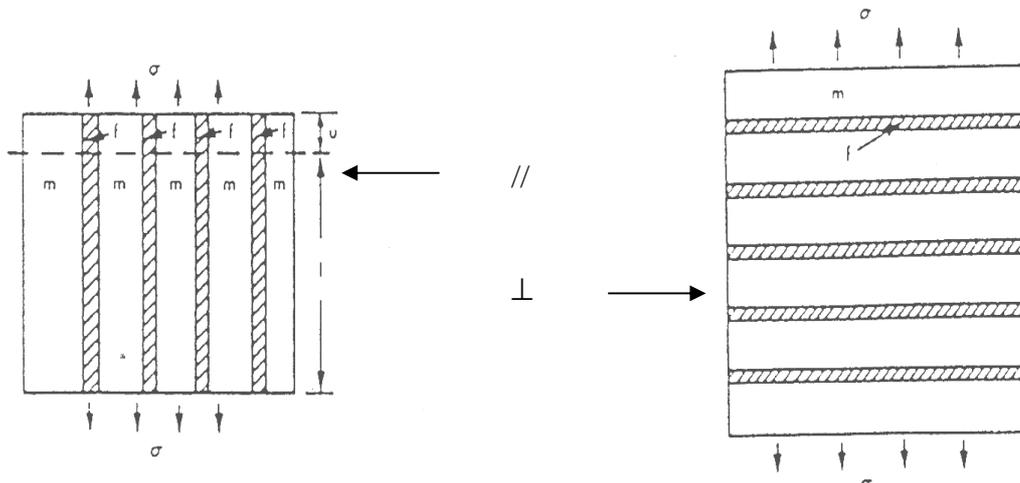


Figure 3. : Layered composite loaded with the tensile axis parallel or perpendicular to the reinforcing layers

Manipulation 1 : The mechanical behaviour of polymers.

Question 3 :

- a) Show that Young's Modulus of a composite, in which the layers are parallel to the loading direction, is given by

$$E_C // = V_A E_A + (1 - V_A) E_B$$

Where V_I is the volume fraction of material I

- b) Show that Young's Modulus of a composite, in which the layers are perpendicular to the loading direction, is given by

$$E_C \perp = \left(\frac{V_A}{E_A} + \frac{1 - V_A}{E_B} \right)^{-1}$$

If we now turn to the case of a fibre reinforced polymer, the same extreme cases can be considered, as can be seen from Figure 4. The Young's modulus of such a composite when loaded parallel or perpendicular to the fibres is given by, respectively:

$$E_C // = (1 - V_f) E_M + V_f E_f$$

$$E_C \perp = (1 - \sqrt{V_f}) E_M + \sqrt{V_f} \left[\frac{(1 - \sqrt{V_f})}{E_M} + \frac{\sqrt{V_f}}{E_f} \right]^{-1}$$

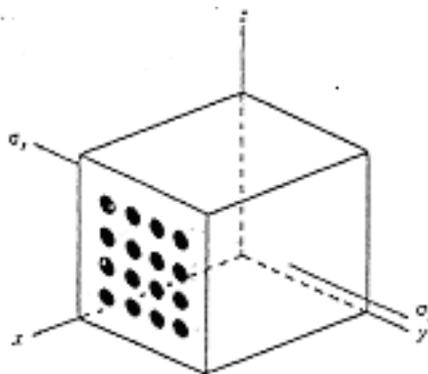


Figure 4 : Schematic representation of a fibre reinforced composite.

Question 4 :

- a) Calculate the corresponding Moduli of a composite consisting of a matrix (thermoset polymer) and glass fibres. Use the following data: $E_M = 4,6 \text{ GPa}$; $E_f = 70 \text{ GPa}$; $V_f = 0,5$

Manipulation 1 : The mechanical behaviour of polymers.

You will now measure experimentally Young's Modulus of this composite. The mechanical test that will be used is a 3-point bending test. Indeed, such a test allows the elastic deformation to be measured more accurately than during a tensile test.

In such a test a specimen consisting of a beam with a rectangular section lies on its two ends while a load is applied in the middle of the sample (see Figure 5). In such a configuration, the maximum elastic displacement (deflection of the beam) and the Young's Modulus are related by:

$$E = \frac{F.L^3}{48.I.H}$$

Where F is the applied load, L is the distance between the two supports, I the second moment of area (area moment of inertia), H the deflection of the beam.

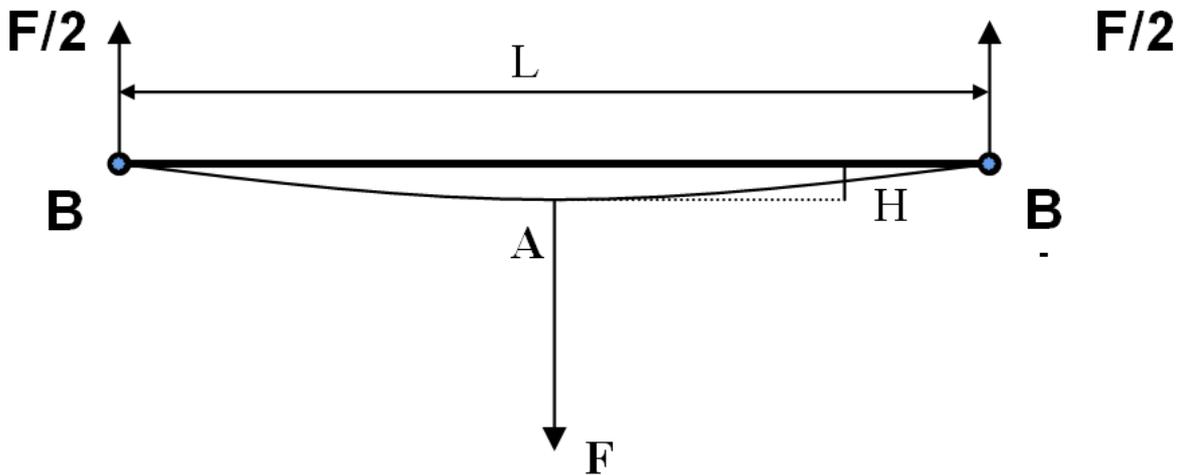


Figure 5: Schematic representation of a 3-pont bending test

Question 5 :

- a) You can now measure the Young's Modulus of the composite (thermoset-glass fibers) in the two configurations (fibres parallel or perpendicular) and compare these values with the calculated ones. As the mechanical properties of polymers also depend on time (we will see that below), you should measure the deflection after a given loading time. In this case, we will use 10 seconds. The dimensions of the rectangular sections are: Transversal : h = 2,85 mm et b = 20,35 mm. Longitudinal : h = 2,85 mm et b = 18,35 mm.

(Remember that for a rectangular section, $I = bh^3/12$)

4. Increasing the ductility and toughness with copolymers

You will now measure the tensile properties of polystyrene (PS) and of a copolymer consisting of two phases: polystyrene and polybutadiene. Both polymers are amorphous. They strongly differ by their T_g values. Indeed, the T_g of PS is about 95°C , while it is about -40°C for polybutadiene. The microstructure of the copolymer can be seen in Figure 6.

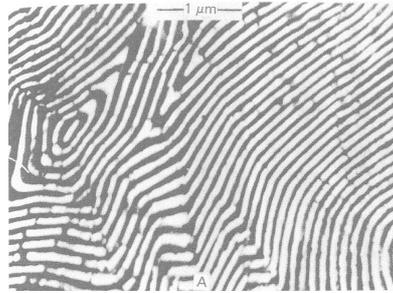


Figure 6: Microstructure of a copolymer polystyrene (white) /polybutadiene (black)

Question 6 :

- As you have already done for PC and PMMA, you will now perform tensile tests on PS and the copolymer PS/polybutadiene. What are the most striking differences? On both curves, indicate how the ductility and of the toughness of both specimens can be measured qualitatively.
- Can you explain the large differences in ductility and toughness properties of those samples, based on their respective microstructure?

5. Effect of time and temperature on the mechanical properties of polymers.

A specificity of polymers is that their mechanical response will depend in a large way on the temperature at which the tests are performed.

Question 7 :

- Can you explain what the glass transition temperature of a polymer is? Do not hesitate to help us understand by using graphs etc...

Another specificity of polymers is that the mechanical properties also depend on the time-scale (strain rate) that you consider. In order to illustrate the strong dependence on the temperature and time-scale, the tensile properties of Polyethylene Terephthalate (PET) corresponding to different temperatures and strain rates are presented in Figure 7. For your information, you should know that the T_g of PET is about 70°C . In this case, PET is completely amorphous.

Manipulation 1 : The mechanical behaviour of polymers.

Question 8:

- a) Compare these curves. In particular, explain why
- the mechanical response changes with the temperature
 - the mechanical response changes with the strain rate
 - straining the specimen at a temperature of 95°C and at a strain rate of 0.01 s^{-1} leads to the same tensile curve than straining at a temperature of 85°C and at a strain rate of 0.001 s^{-1}

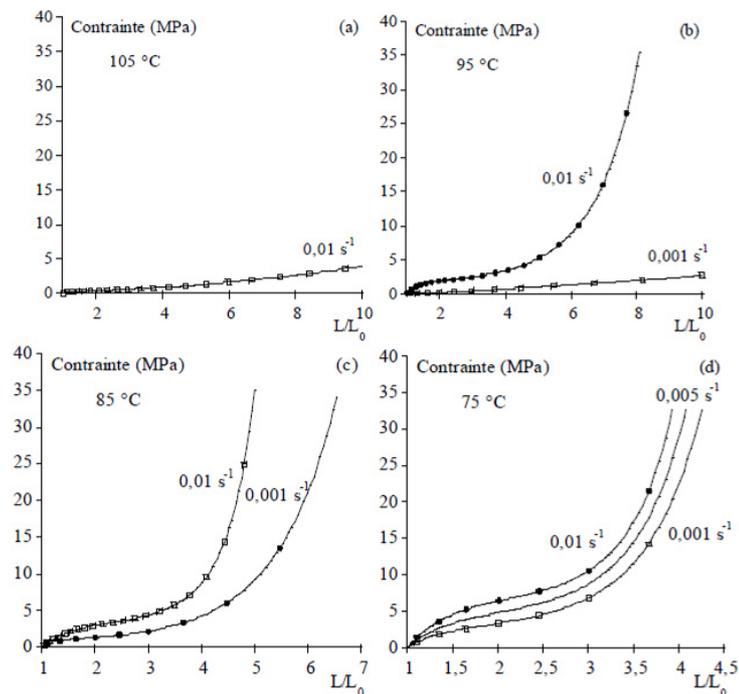


Figure 7: Tensile curves of PET at different temperatures and strain rates

6. Damaging in polymers: the formation of crazes (crazing)

Now that we are reaching the end of the experiments, you will have the possibility to relax a little. In order to help the “pressure” go down, you are asked to bend and unbend a piece of PVC ($T_g = 80^{\circ}\text{C}$). Once you feel more relaxed, answer the following questions:

Question 9:

- a) What is the optical aspect of the region that has undergone plastic deformation. Can you explain the physical reasons of such a change upon deformation? In particular, explain what is “crazing” and do not hesitate to use drawings to illustrate this phenomenon.
- b) Now, before you serve yourself a cup of tea, place the specimen into boiling water. What do you observe? Can you explain what happened based on the microstructural evolution related to the change in temperature?

Manipulation 2

Ténacité et modes de rupture des matériaux

1. Introduction

Les matériaux sont caractérisés par les propriétés mécaniques fondamentales que sont **la rigidité, la résistance et la ductilité**. Une autre propriété fondamentale des matériaux est leur **ténacité**, c'est-à-dire la résistance qu'ils manifestent à la propagation brutale de fissures. On peut évaluer cette ténacité par l'énergie requise pour entraîner la rupture. C'est une propriété d'importance pratique fondamentale car elle détermine la durée de vie d'une pièce soumise à des efforts cycliques. Elle constitue un enjeu majeur pour assurer la sécurité d'utilisation de tout système mécanique (arbre à came, aile d'avion...).

Dans la première partie de la manipulation, nous illustrerons le rôle de différents facteurs pouvant affecter la ténacité comme la température, l'effet d'entaille,....

Dans la deuxième partie de cette manipulation, nous nous intéresserons à la caractérisation des **différents modes de rupture** des matériaux:

- rupture fragile,
- rupture ductile,
- rupture par fatigue,

L'étude des surfaces de rupture correspondant à ces différents modes est appelée **fractographie**. Des études de cas de rupture accidentelle de pièces seront également proposées

2. La ténacité

La mécanique de la rupture permet d'établir pour les matériaux à ductilité limitée une condition pour l'apparition de la rupture brutale dans une pièce contenant préalablement une fissure de longueur a :

$$\sigma_c \cdot (\pi \cdot a_c)^{1/2} = Kc \quad (2.1)$$

Avec : - σ_c la contrainte appliquée

- Kc représente le facteur **critique d'intensité de contrainte** dont l'unité est $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$.

Chaque matériau possède sa propre caractéristique mécanique. Ainsi, la rupture brutale peut se produire dans les deux situations suivantes :

- quand un matériau, contenant une fissure de longueur a , est soumis à une contrainte σ_c ;
- quand, dans un matériau soumis à une contrainte σ_c , une fissure atteint une taille critique a .

On détermine expérimentalement Kc par un essai normalisé sur une éprouvette contenant une fissure préexistante de longueur a .

On peut relier la contrainte critique σ_c à l'énergie de propagation de la rupture G_c qui contient toutes les énergies dissipées pendant la propagation de la fissure.

$$\sigma_c = \left(\frac{E.G_c}{\pi.a_c} \right)^{1/2} \quad (2.2)$$

avec E, le module de Young du matériau.

A partir des relations (2.1) et (2.2), on trouve :

$$K_c = (E.G_c)^{1/2} \quad (2.3)$$

Question 1 :

- a) A partir des documents fournis en séance (K_c de différents matériaux), on vous demande de comparer les différentes familles de matériaux au niveau de leur ténacité.
- b) Montrez à l'aide des documents fournis en séance que l'énergie de propagation de la rupture (G_c) est beaucoup plus élevée dans le PVC (polymère thermoplastique) que dans le verre inorganique (céramique). Quelle propriété mécanique d'un matériau conditionne en grande partie sa ténacité ?

Il existe dans la plupart des matériaux des fissures internes ou superficielles. Ces fissures concentrent les contraintes qui atteignent localement une valeur supérieure à la contrainte nominale appliquée σ_{nom} (**effet d'entaille**, voir figure 2.1).

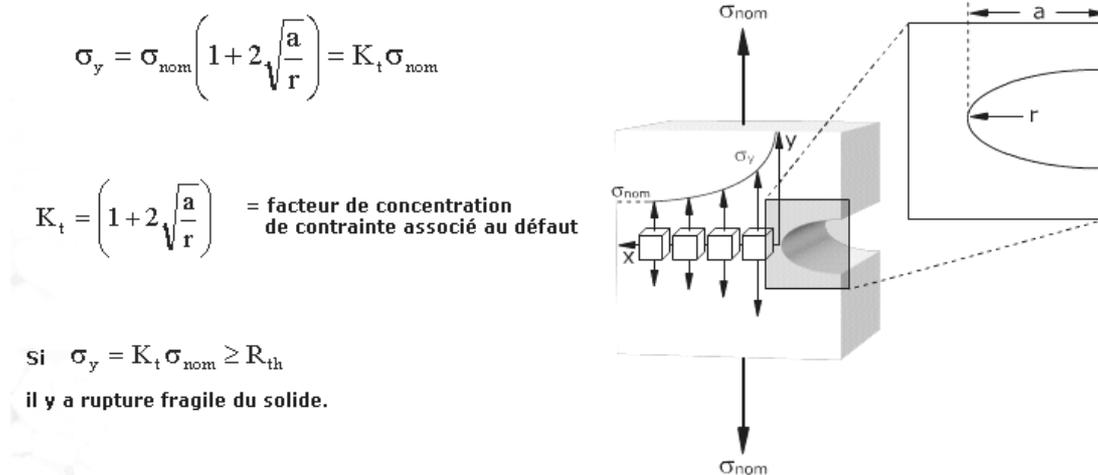


Figure 2.1 : effet d'entaille et calcul du coefficient d'intensité de contrainte.

Cet effet est défini par un **facteur de concentration de contrainte K** qui représente le rapport entre la contrainte locale (σ_y) et la contrainte nominale appliquée (σ_{nom}).

Le facteur de concentration de contrainte dépend de la géométrie de la fissure et principalement de la profondeur (a) et du rayon au fond de la fissure (r). En cours de sollicitation, ce facteur peut donc augmenter suite à la propagation de la fissure. Lorsque ce facteur atteint le **facteur critique de concentration de contraintes (K_c)**, il y a rupture brutale du matériau.

Question 2 :

On illustrera **l'effet d'entaille** sur le comportement à la rupture des matériaux en sollicitant en flexion trois tiges de PVC : l'une lisse et les deux autres comportant des entailles de courbures à fond d'entaille différentes. Comparez les comportements observés et décrivez l'influence du paramètre entaille sur le type de rupture.

La technique de photoélasticité sera utilisée pour illustrer le phénomène de concentration de contrainte dû à la présence d'un défaut macroscopique dans une pièce.

Question 3 :

Décrivez brièvement le principe de la technique de photoélasticité.

Pour évaluer **la ténacité** d'un matériau, on procède à un **essai de résilience**. Cet essai qui mesure la résistance au choc d'une éprouvette entaillée est utilisé dans des conditions bien déterminées (température, vitesse de sollicitation, géométrie de l'entaille). Il s'agit d'un essai effectué dans des conditions très sévères, mais qui permet de bonnes comparaisons quantitatives entre matériaux.

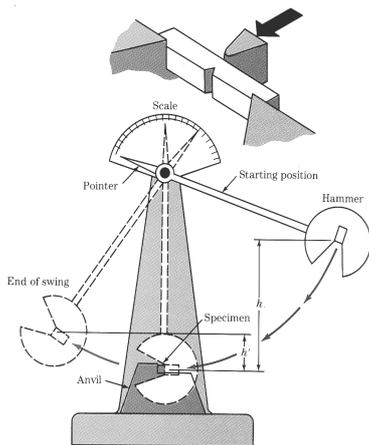


Figure 2.2 : essai de résilience

Au cours de cet essai (voir figure 2.2), on rompt une éprouvette entaillée à l'aide d'un pendule de masse m qu'on laisse tomber d'une hauteur h .

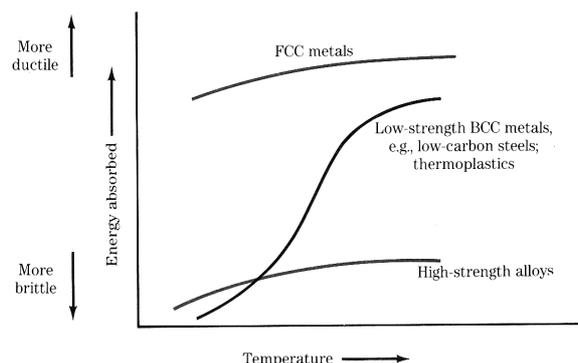
L'entaille fait office d'amorce de fissure. Après avoir rompu l'éprouvette, le pendule remonte à une hauteur h' .

La résilience du matériau est déterminée par l'énergie absorbée W pour sa rupture :

$$W = m.g (h - h') \tag{2.4}$$

On peut constater sur la figure 2.3 que la résilience de certains matériaux (comme les aciers, par exemple) varie fortement avec la température.

Dans le cas de l'acier normalisé, la teneur en carbone influence fortement l'allure de la courbe de résilience comme nous pouvons le voir sur les figures 2.3 et 2.4. La transition ductile-fragile est



nette pour les aciers doux ($\%C < 0,1$) et plus large quand la teneur en carbone croît.
Le faciès de rupture d'une éprouvette de résilience d'un acier doux sera caractéristique suivant la température (voir figure 2.4). Au-delà de la température de transition, la rupture sera ductile et le faciès sera caractérisé par une déformation plastique importante. En dessous de cette température, la rupture sera fragile.

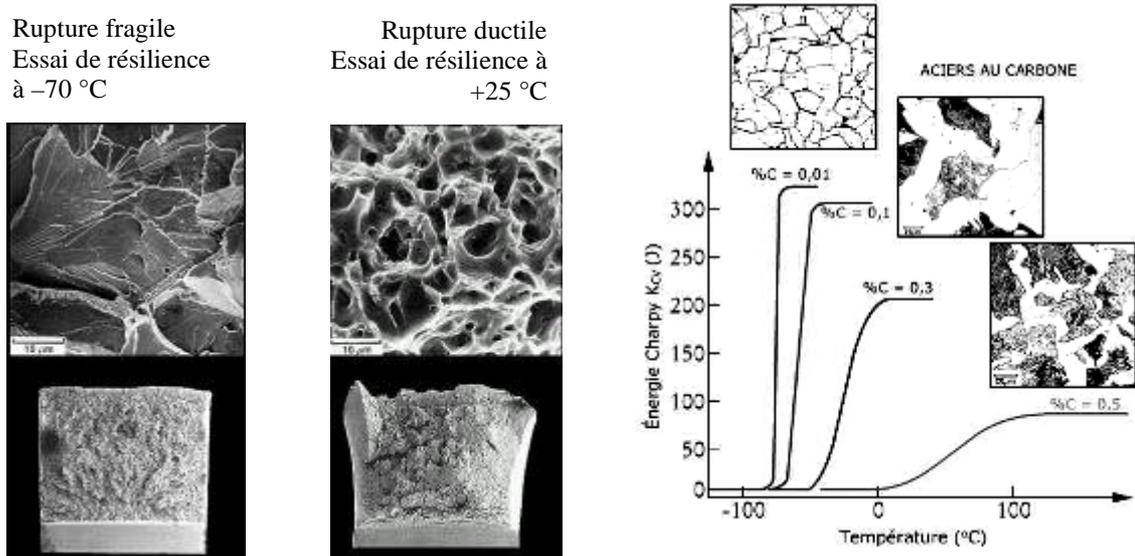


Figure 2.4. : Influence du C sur la courbe de résilience d'un acier.

Des essais de résilience effectués à différentes températures permettent de tracer la courbe de transition fragile (à basse température) ductile (à haute température) pour ces matériaux.

Question 4 :

Deux éprouvettes entaillées en acier doux (0,2 % C) seront soumises à un essai de résilience à l'aide d'un mouton pendule Hounsfield. L'un des essais sera réalisé à température ambiante, l'autre à basse température.

Exprimez pour chaque essai, les valeurs de résilience en joules.

Consultez la courbe de transition fragile-ductile obtenue sur le même acier avec le même appareil afin d'y situer vos mesures. Commentez cette courbe de transition.

Commentez l'influence du C sur l'allure de la courbe de transition fragile-ductile.

3. Analyses de cas de rupture accidentelle de pièces

Dans le cas de la rupture accidentelle d'une pièce, faut-il incriminer l'utilisateur (utilisation en dehors des tolérances) ou le fabricant (mauvaise conception ou pièce défectueuse) ?

Ou bien, est-ce la matière première fournie au fabricant qui est de mauvaise qualité ?

Des phénomènes naturels de dégradation (comme la corrosion) sont-ils intervenus ?

De telles questions se posent souvent. Une expertise afin d'y répondre est rarement facile.

Les principales démarches d'une expertise sont les suivantes :

- **examen visuel d'ensemble** : la position relative des pièces ou morceaux de pièces permet souvent de déterminer où la fracture a pris sa source. D'autre part, les déformations de ces pièces donnent une idée des sollicitations auxquelles elles furent soumises avant rupture.
- **collection de données** : l'«histoire» de la pièce avant rupture et les circonstances de la rupture doivent être relatés avec le plus d'exactitude possible.
- **observation de l'aspect macroscopique de la rupture** :
 - aspect ductile : présence de déformation plastique avant rupture;
 - aspect fragile : absence de déformation plastique avant rupture.

Un aspect ductile signifie soit que les sollicitations ont été trop importantes, soit que le matériau utilisé avait une résistance mécanique trop faible pour l'application envisagée.

Un aspect fragile signifie soit une insuffisance de la ténacité pour les sollicitations subies, soit la présence initiale de défauts dans le matériau, soit l'intervention de phénomènes comme la fatigue ou la corrosion sous tension dans le cas de pièces métalliques.

- **fractographie** : l'étude du faciès de rupture. Cette étude débute par un examen visuel et à l'aide d'une loupe. Si nécessaire un examen à grossissement plus élevé est effectué par **microscopie électronique à balayage**.

Dans un **microscope électronique à balayage** (figure 2.7), un faisceau d'électrons primaires est focalisé sur un échantillon à l'aide de lentilles électromagnétiques. Les électrons réémis sont collectés par un détecteur. Le signal électrique obtenu est amplifié et envoyé vers un écran. Le principe de fonctionnement du microscope vous sera montré au laboratoire.

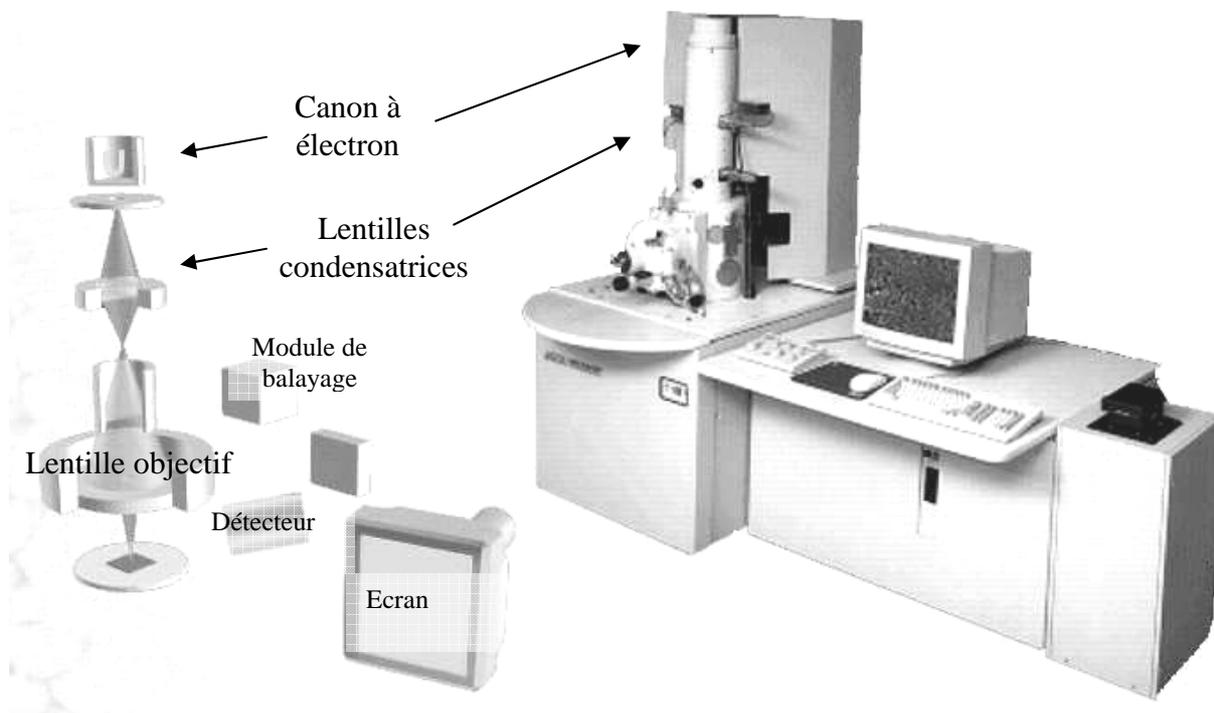


Figure 2.7 : schéma de principe d'un microscope électronique à balayage.

Question 8 :

Décrivez brièvement le principe de fonctionnement d'un microscope électronique à balayage. Quelles sont les informations que l'on peut obtenir avec cet équipement ?

- **examen métallographique** : une analyse métallographique peut apporter d'autres éléments intéressants. En particulier, une coupe perpendiculaire à la surface de rupture met en évidence la microstructure sous-jacente et la présence éventuelle d'autres fissures.

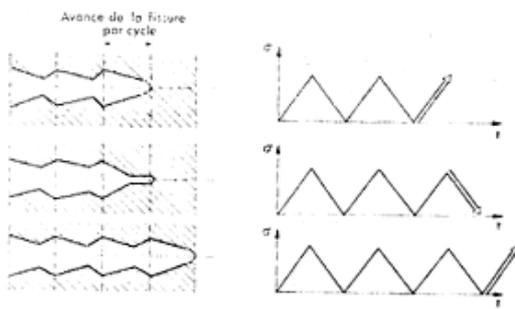
Question 9 :

- Les 4 faciès de rupture caractéristiques seront illustrés par des exemples concrets de pièces rompues. Rapportez de manière synthétique les éléments que vous considérez être les plus importants.
- L'analyse fractographique de 2 surfaces de rupture vous sera demandée : l'examen visuel de la surface de rupture d'une tête de boulon en acier et l'examen par microscopie électronique à balayage d'un robinet en laiton pour bonbonne de gaz. Pour chaque cas, donnez vos conclusions.
- L'analyse d'un cas de rupture accidentelle d'une pelle hydraulique vous sera demandée au cours de la séance (demander à l'assistant). Expliquez la rupture et déterminez-en la cause en justifiant votre interprétation.

4. Etude de la rupture par fatigue

L'utilisation du terme "**fatigue**" pour désigner le phénomène de rupture d'un matériau soumis à des contraintes cycliques date de la deuxième moitié du 19^e siècle. On entend par **endommagement par fatigue** la modification des propriétés des matériaux consécutive à l'application de cycles d'efforts, cycles dont la répétition peut conduire à la rupture des pièces. Généralement, l'endommagement par fatigue ne s'accompagne d'aucune modification apparente de forme ou d'aspect de la pièce, c'est pourquoi bien que la fissuration par fatigue soit progressive, la rupture apparaît brutalement.

Lorsqu'un matériau est soumis à des sollicitations cycliques, les contraintes admissibles doivent être notablement réduites par rapport à celles dont on peut tenir compte en sollicitation statique: la rupture d'un matériau sollicité en fatigue peut en effet se produire pour des contraintes **bien inférieures** à la résistance à la traction et même à la limite élastique dans le cas de matériaux de pureté commerciale.



Ce comportement est lié au fait que la rupture par fatigue est due à la propagation d'une fissure préexistante ou générée au cours des sollicitations répétées (figure 2.8). Une fissure peut apparaître au voisinage de défauts macroscopiques ou microscopiques.

Figure 2.8 : schéma de propagation d'une fissure.



Figure 2.9 : rupture par fatigue d'un alliage d'aluminium après 152.000 cycles.

Il existe une grande variété **d'essais de fatigue**, l'éprouvette peut être sollicitée sous contrainte cyclique, sous déformation cyclique, la contrainte appliquée peut varier entre différents extrêmes (tous deux positifs, l'un nul et l'autre positif, l'un négatif et l'autre positif), **le paramètre R, rapport de la contrainte minimale à la contrainte maximale** est utilisé pour caractériser cet aspect des conditions de sollicitation.

Certains matériaux (aciers, alliages de Ti) présentent une limite de fatigue, sous laquelle le nombre de cycles permis est pratiquement illimité, mais les non-ferreux par exemples (alliages Al, alliages Cu) ne possèdent pas une telle limite. On définit dans ce cas, **une limite d'endurance**, correspondant à la contrainte minimale pour produire la rupture par fatigue après un nombre de cycles N donné (voir figure 2.8). Dans ce cas, il faut éviter particulièrement la présence de défauts au sein du matériau et veiller à ce que l'état de surface soit lui aussi exempt de défauts de façon à limiter au maximum l'initiation de fissures.

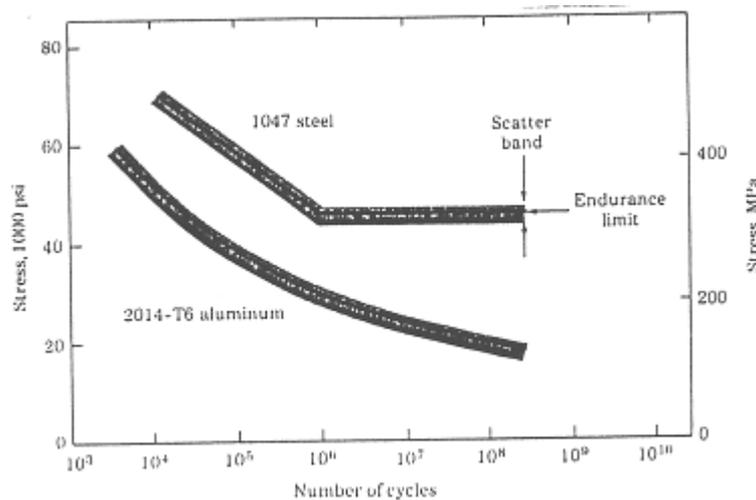


Figure 2.8 : limites d'endurance pour un acier et un alliage d'aluminium.

Par la suite, la mécanique de la rupture a été utilisée pour décrire analytiquement la propagation de la fissure et a permis une étude quantitative de l'initiation de la fissure et de sa propagation lente (cf. **loi de Paris**).

Dans un essai de fatigue, la valeur du **facteur de concentration de contrainte K** varie au cours du cycle et varie aussi avec la longueur « a » de la fissure, soit :

$$K_{Max} = \sigma_{Max} [\pi.a]^{1/2} . \alpha \quad (2.5)$$

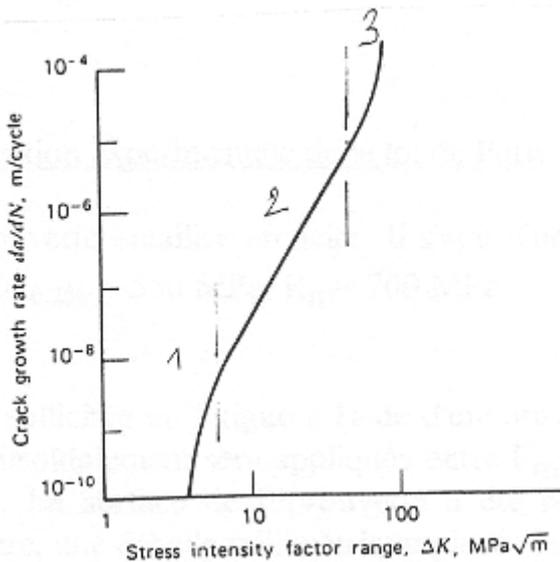
$$K_{Min} = \sigma_{Min} [\pi.a]^{1/2} . \alpha \quad (2.6)$$

$$\Delta K = K_{Max} - K_{Min} = \Delta\sigma [\pi.a]^{1/2} . \alpha \quad (2.7)$$

Avec α un facteur géométrique caractérisant la fissure.

La figure 2.9. donne l'évolution du logarithme de la vitesse de fissuration en fonction du logarithme de ΔK .

On y distingue trois zones pour lesquelles les influences de différents facteurs sont mentionnés:



la zone 1 est fortement dépendante de la microstructure, de la contrainte moyenne et de l'environnement. **La zone 2** est caractérisée par une dépendance importante vis-à-vis de la valeur moyenne de la contrainte et **du paramètre R**, de l'environnement et de la fréquence. Par contre, on observe peu d'influence de la microstructure et de l'épaisseur. La zone 2 correspond à la propagation de la fissure en déformation plane, c'est dans cette zone que **la loi de Paris** est applicable. **La zone 3** est influencée par la microstructure, la contrainte moyenne et l'épaisseur, mais ne subit qu'une faible influence de l'environnement.

Figure 2.9 : évolution de la vitesse de fissuration en fonction de ΔK .

Pour décrire le comportement de la vitesse de propagation de la fissure dans la zone B, Paris a proposé l'équation suivante :

$$\frac{dA}{dN} = f(\Delta K, R) \quad (2.8)$$

Expérimentalement, on trouve généralement une loi de la forme :

$$\frac{dA}{dN} = C.(\Delta K)^m \quad (2.9)$$

où C et m sont des constantes pour un même matériau, m étant généralement compris entre 2 et 4. Cette loi (**loi de Paris**) est très utile pour déterminer la durée de vie d'une pièce présentant une fissure.

Question 10 :

On vous demande d'appliquer les relations de la mécanique de la rupture par fatigue pour un exercice qui vous sera proposé en séance.

Manipulation 3

Influence de la structure sur les propriétés des matériaux cristallins

1. Introduction

Les matériaux cristallins sont généralement produits et utilisés sous forme d'agrégats **polycristallins** composés d'un grand nombre de grains (ou cristaux) de dimension microscopique.

Les propriétés mécaniques et physiques des matériaux cristallins dépendront de la nature du matériau, du type de liaison, de la microstructure (nombre de phases, proportion des phases, diamètre des grains,...) mais aussi du type et du nombre de défauts réticulaires.

On utilise la grande majorité des matériaux dans des structures qui doivent être aptes à supporter des contraintes et dans ce cas, les propriétés principales à considérer et à améliorer sont les propriétés mécaniques.

Les relations entre structure et **propriétés mécaniques** des matériaux métalliques feront l'objet de la première partie de cette manipulation.

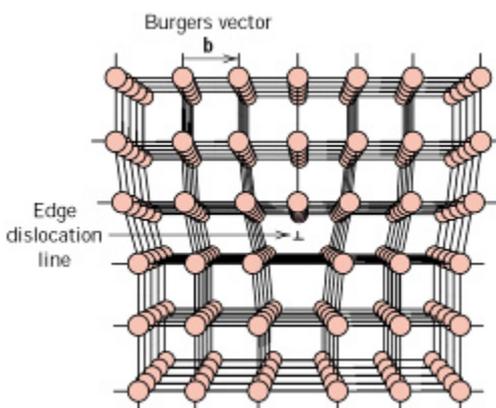
Mais on utilise également les matériaux pour tirer parti de certaines de leurs **propriétés physiques** comme la conductibilité électrique, la conductibilité thermique, les propriétés magnétiques,.....

La propriété physique à laquelle nous nous intéresserons au cours de cette manipulation est la **conductibilité électrique** :

- l'influence de la structure sur la conductibilité électrique de matériaux métalliques sera étudiée ;
- l'influence de la température sur la conductibilité électrique de matériaux conducteurs et d'un semi-conducteur sera mise en évidence.

2. Renforcement des propriétés mécaniques des métaux

Rappelons que la déformation plastique des métaux se produit par déplacement de dislocations (défauts réticulaires linéaires).



Une dislocation est un défaut linéaire autour de laquelle plusieurs atomes ne sont pas parfaitement alignés dans le réseau cristallin. On distingue deux types de défauts linéaires dans un réseau cristallin : **dislocation coin** et **dislocation vis**.

Une **dislocation coin** est caractérisée par l'absence d'un demi-plan d'atomes dans le réseau cristallin. La limite du demi-plan restant représente la ligne de dislocation (figure 3.1).

Figure 3.1 : représentation d'une dislocation coin.

Une **dislocation vis** est le résultat du cisaillement du réseau cristallin. La limite de la zone ayant subi le cisaillement représente la ligne de dislocation (figure 3.2).

Une dislocation est toujours caractérisée par son **vecteur de Burgers (b)**. Ce vecteur est perpendiculaire à la ligne de dislocation pour une **dislocation coin** et parallèle à cette ligne pour une **dislocation vis**.

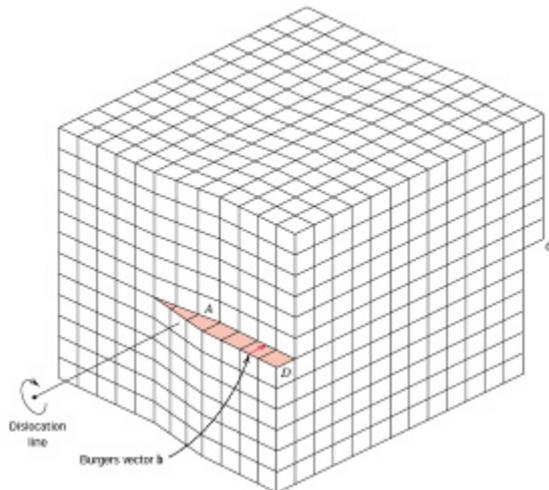


Figure 3.2 : représentation d'une dislocation vis.

Dans les cristaux réels, les dislocations ne sont pas toujours rectilignes et sont constituées d'un ensemble de dislocation coin, vis ou bien mixtes.

La quantité de défaut linéaire dans un métal peut être très importante. Ainsi, pour un métal recuit (donc contenant peu de dislocations) la densité de dislocations est de l'ordre de 10^6 par cm^3 de métal. Le même métal fortement déformé plastiquement en contiendra jusqu'à 10^8 cm^3 !

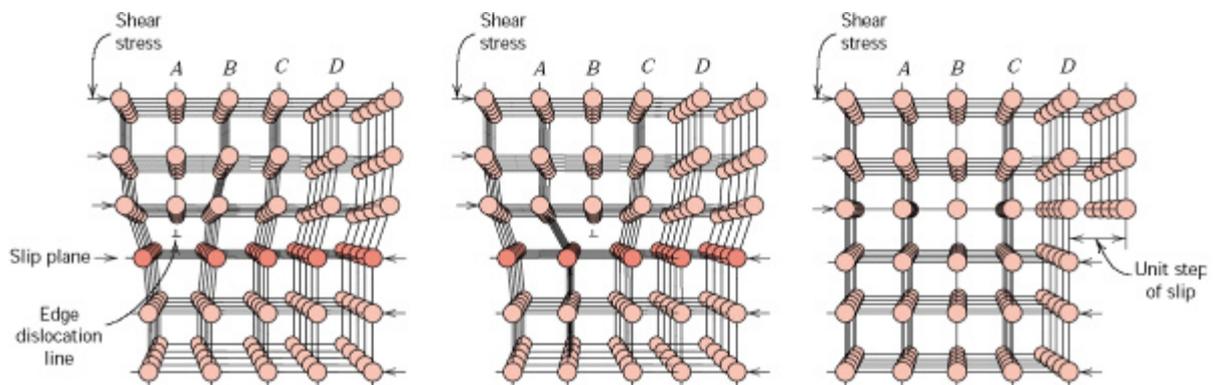
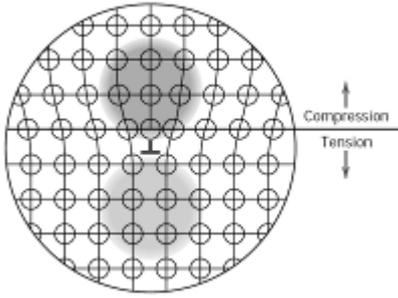


Figure 3.3 : déplacement d'une dislocation coin sous l'action d'une contrainte.

Ces défauts linéaires sont très utiles pour le matériau puisqu'ils vont lui permettre de se déformer plastiquement ! Sous l'action d'une contrainte, les dislocations vont pouvoir se déplacer et atteindre la surface du cristal entraînant une déformation plastique (donc irréversible) du matériau (figure 3.3). La contrainte critique entraînant le déplacement de la dislocation est nettement plus faible que la contrainte de scission théorique pouvant amener la rupture du matériau. Il s'agit de **la limite élastique** du matériau.

Cette **limite élastique** sera d'autant plus grande qu'il y a des défauts dans le réseau. En effet, tout élément qui distord le réseau crée des champs de contraintes qui interagissent avec les champs de contraintes des dislocations qui se déplacent et constituent dès lors des obstacles. Ces derniers s'opposent donc au déplacement des dislocations entraînant un durcissement des métaux.



Sur la figure 3.4, nous pouvons bien observer que la présence d'une dislocation coin induit des contraintes locales dans le réseau. La partie supérieure est en compression tandis que la partie inférieure se trouve en traction.

Dès lors une dislocation représente aussi un obstacle pour les autres dislocations.

Figure 3.4 : déformations du réseau autour d'un dislocation.

Lors de la déformation plastique d'un métal, en plus du déplacement des dislocations existantes, on va également assister à une augmentation de la densité de dislocations : **phénomène des sources de Frank-Read.**

Si la densité de dislocations augmente, la contrainte critique nécessaire pour continuer à déformer plastiquement le matériau (**limite élastique**) augmente également. Il s'agit de l'**écrouissage** du matériau (phénomène de consolidation, voir manipulation 1).

Donc, l'accroissement de la résistance des métaux peut être réalisé en mettant en oeuvre différents procédés :

- la déformation à froid qui provoque **un écrouissage** du matériau par accroissement de la densité des dislocations (manipulation 3) ;
- **l'addition d'éléments d'alliage en solution solide** (voir manipulation 4) ;
- la formation de précipités dans des solutions solides sursaturées (durcissement structural) ;
- l'incorporation d'une deuxième phase rigide en faible proportion ; ...

A cela s'ajoute l'effet d'un traitement thermique provoquant un affinement des grains : **loi de Hall et Petch** (voir manipulation 4).

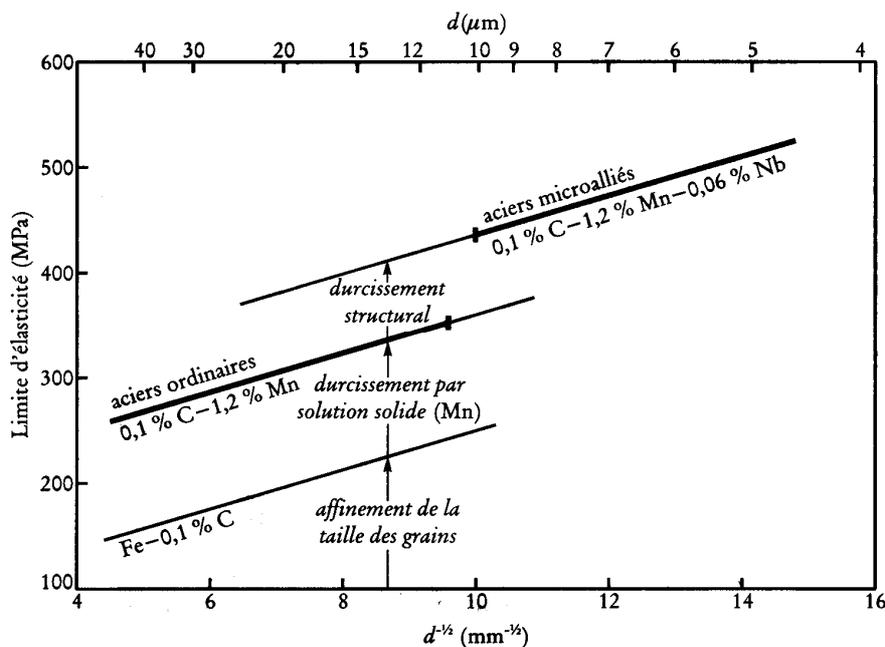


Figure 3.5. : Durcissement d'un acier doux (limite élastique en fonction du diamètre d des grains).

Manipulation 3 : Influence de la structure sur les propriétés des matériaux cristallins

Sur la figure 3.5, nous pouvons observer l'effet de certains durcissements sur la limite élastique de divers acier doux.

Durant cette séance, nous nous limiterons au renforcement des propriétés mécaniques par **écrouissage**. Ce phénomène sera étudié sur l'acier doux (0,15% C) et l'on utilisera pour ce faire une éprouvette plate polycristalline à section variable.

Question 1 :

On dispose d'une éprouvette trapézoïdale en acier doux soumise après usinage à un traitement de normalisation de 30 min à 920°C, suivi d'un refroidissement à l'air.

L'éprouvette trapézoïdale comporte des traits gravés distants de 1 cm et délimitant 10 tronçons.

a) Numérotez les tronçons de 1 à 10 à partir de la plus petite section et relevez les dimensions utiles de l'éprouvette : épaisseur, largeur moyenne des tronçons extrêmes, distance entre les deux repères extrêmes.

Mentionnez vos résultats dans le tableau mis à votre disposition.

b) Réalisez l'essai de traction sur cette éprouvette jusqu'à la rupture à l'aide de la machine de table "Tenacimètre Hounsfield".

Durant l'essai, il faut bien observer la face polie de l'éprouvette afin de voir apparaître et progresser la bande de Lüders. Etablissez la corrélation entre l'allure de la courbe relevée et les manifestations macroscopiques accompagnant la traction.

Evaluez la limite élastique apparente R_e et la résistance à la traction R_m de cet acier doux sur la courbe de traction.

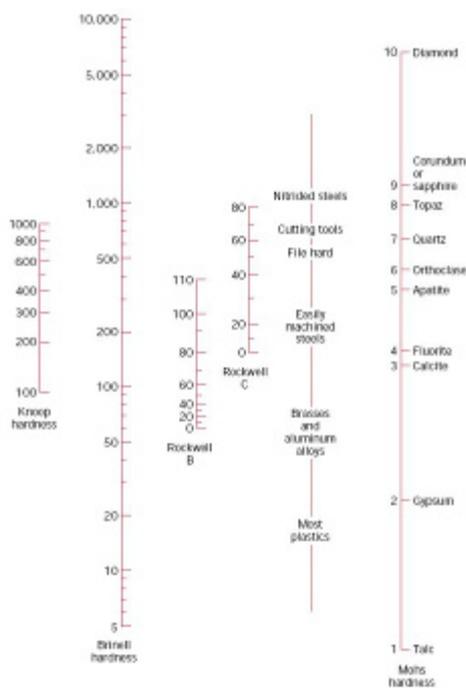
L'essai de dureté est un essai mécanique simple qui mesure la résistance à la déformation plastique généralisée. Cet essai présente les avantages d'être reproductible et rapide à exécuter. Le principal défaut réside dans la mesure locale de cet essai. Ce qui rend l'essai très sensible à la microstructure.

Test	Indenter	Shape of Indentation		Load	Formula for Hardness Number ^a
		Side View	Top View		
Brinell	10-mm sphere of steel or tungsten carbide			P	$HB = \frac{2P}{\pi D[D - \sqrt{D^2 - d^2}]}$
Vickers microhardness	Diamond pyramid			P	$HV = 1.854P/d_1^2$
Knoop microhardness	Diamond pyramid			P	$HK = 14.2P/d_1^2$
Rockwell and Superficial Rockwell	<ul style="list-style-type: none"> Diamond cone $\frac{1}{16}, \frac{1}{8}, \frac{1}{4}, \frac{1}{2}$ in. diameter steel spheres 			<ul style="list-style-type: none"> 60 kg_f 100 kg_f 150 kg_f 	<ul style="list-style-type: none"> Rockwell Superficial Rockwell

^a For the hardness formulas given, P (the applied load) is in kg, while D , d , d_1 , and f are all in mm.

Figure 3.6. : Caractéristiques des principales méthodes de mesure de la dureté.

Manipulation 3 : Influence de la structure sur les propriétés des matériaux cristallins



Les méthodes de mesure de la dureté sont basées sur la pénétration forcée d'un indenteur très dur à la surface du matériau.

Il existe plusieurs méthodes de mesure de dureté. On trouvera un résumé de celles-ci dans la figure 3.6. Chaque méthode possède sa propre échelle de dureté. Sur la figure 3.7, on trouvera les correspondances entre les différentes échelles.

Il est possible, également, pour les aciers doux et faiblement alliés de faire le lien entre la dureté et la résistance mécanique du matériau (voir figure 3.8).

Figure 3.7. : Correspondance entre les échelles de dureté.

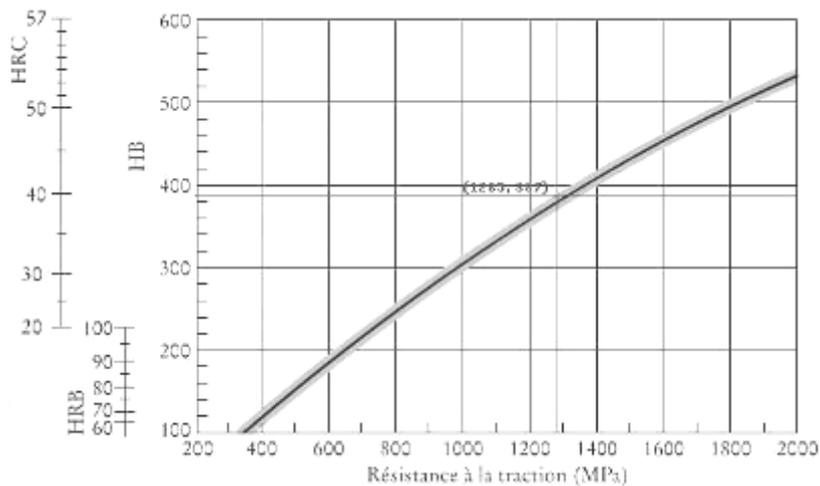


Figure 3.8 : Corrélation entre les mesures de dureté (HRB et HRC) et la résistance à la traction pour un acier faiblement allié.

Question 2 :

Mesurez la dureté Rockwell B (HR_B) au centre de chaque tronçon de l'éprouvette trapézoïdale et complétez le tableau mis à votre disposition.

A l'aide de la figure 3.8, estimez la résistance à la traction maximale présentée par cette éprouvette en acier doux après l'essai de traction.

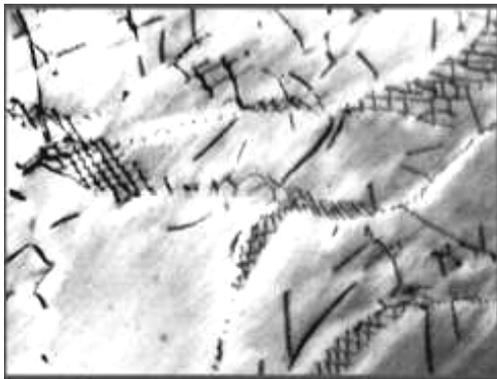
Question 3 :

a) Estimez l'allongement final (ϵ) de chaque tronçon de l'éprouvette trapézoïdale. Évaluez la contrainte σ (à charge maximale) dans chaque tronçon (prenez la section moyenne de chaque tronçon). Représentez graphiquement l'évolution de la contrainte moyenne σ , de la dureté et de l'allongement final ϵ en fonction de la position des tronçons.

Interprétez les résultats et indiquez vos conclusions.

b) Dans quel tronçon se situe la limite entre le domaine élastique et plastique de l'éprouvette ? Pourquoi ? Comparez la contrainte de ce tronçon (à charge maximale) avec la limite élastique R_e déterminée à partir de la courbe de traction.

La déformation plastique du matériau métallique va donc entraîner une augmentation de la densité des dislocations.



Nous pouvons visualiser sur la figure 3.9, la densité et la répartition des dislocations par un examen au microscope électronique à transmission (voir manipulation 4).

Cette technique nécessite la réalisation d'échantillons très minces (épaisseur inférieure à $1 \mu\text{m}$) transparents au faisceau d'électrons.

Figure 3.9 : Réseau de dislocations dans du Fe.

Question 4 :

Des lames minces ont été réalisées à partir de deux éprouvettes trapézoïdales : l'un correspond à l'état initial normalisé et l'autre a été prélevé après déformation plastique dans le tronçon le plus écroui. (ces documents sont fournis en séance)

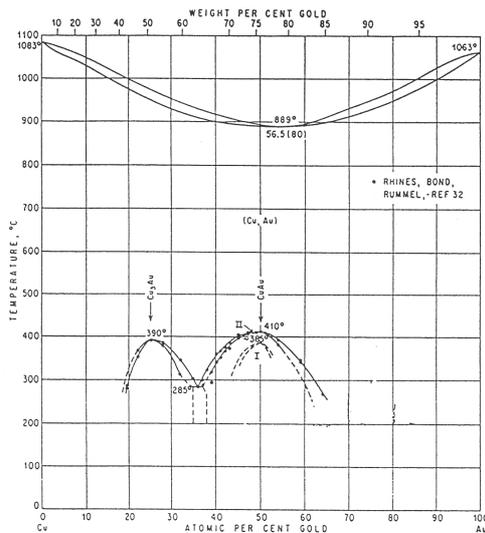
-A partir des micrographies électroniques correspondantes, commenter l'effet de la déformation plastique sur la densité et la répartition des dislocations.

-Expliquez ensuite pourquoi la déformation plastique permet de durcir le matériau.

3. Influence de la structure sur les propriétés électriques des matériaux cristallins

L'arrangement cristallin influence énormément la résistivité d'un alliage métallique. Ce phénomène peut être illustré avec l'alliage Cu-Au dont le diagramme d'équilibre Cu-Au est représenté figure 3.10.

Au pur et Cu pur ont une structure cubique à faces centrées (voir manipulation 1). Entre les deux, on a, pour n'importe quelle composition d'alliage à l'état solide, une **solution solide de substitution désordonnée** (voir manipulation 4) dont la maille reste CFC. La solution est désordonnée si les atomes Au et Cu sont disposés **au hasard** aux nœuds du réseau cristallin.



Pour des compositions proches des formules simples $AuCu$ et $AuCu_3$, on peut transformer, par refroidissement lent en dessous d'une température critique, la solution solide désordonnée en une **solution solide ordonnée** dans laquelle les atomes d'un même type se répartissent, plus ou moins parfaitement, sur les mêmes nœuds dans toutes les mailles (fig. 3.10).

Fig. 3.10 : Diagramme d'équilibre Cu-Au

A la figure suivante, on trouvera l'agencement des atomes Au et Cu dans les **alliages ordonnés**.

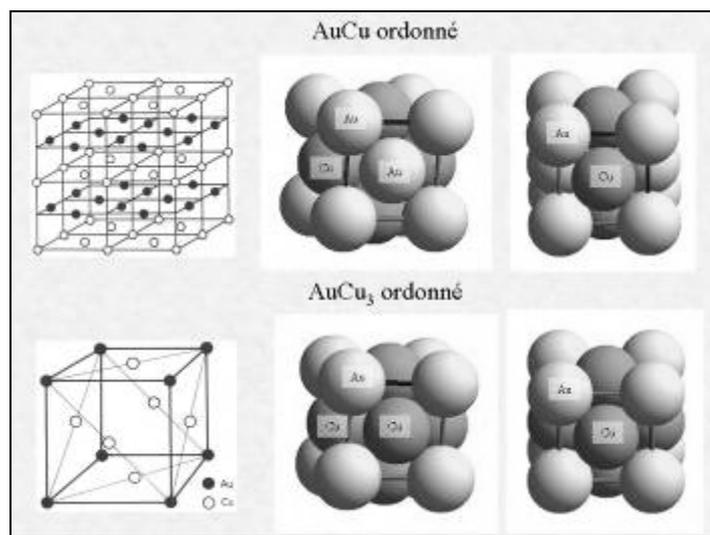


Figure 3.11 : arrangements cristallins des alliages AuCu et AuCu₃ ordonnés.

Question 5 : (avec l'assistant)

- a) A partir des mesures de résistance de fils fins, déterminez la **résistivité** électrique des échantillons suivants:
- Cu pur,
 - Au pur,
 - A, A' : 25 % (atomique) Au - B, B' : 50 % Au
 - C, C' : 75 % Au - D, D' : 33 % Au
- (A, B, C, D) ont été portés à 650°C puis trempés et (A', B', C', D') ont été portés à 650°C puis refroidis dans le four fermé.
- b) Représentez dans un diagramme l'évolution de la résistivité électrique en fonction de la composition chimique (en % atomique). Discutez l'influence de la structure sur la résistivité électrique des alliages *Au-Cu*. En particulier, commentez l'influence du paramètre « ordre ».

4. Variation de la résistivité électrique en fonction de la température

L'influence de la température sur un réseau cristallin peut-être expliqué à partir du modèle proposé par Debye en 1912. Selon cette théorie, les états énergétiques des atomes qui vibrent sous l'effet de l'agitation thermique sont quantifiés. De plus, les vibrations d'un atome ne sont pas indépendantes de celles de ses voisins mais elles y sont couplées. L'énergie interne due aux vibrations atomiques est celle d'une série d'ondes élastiques dont la fréquence dépend du module de Young et de la masse volumique du matériau. D'après la théorie, cette énergie est quantifiable et porte le nom de **phonons**.

Au-dessus d'une température caractéristique (appelée température de Debye : T_d), tous les modes de vibration possibles sont excités et **le nombre de phonons croît linéairement en fonction de la température.**

La résistivité électrique d'un métal est directement liée au libre parcours moyen de l'électron (λ). Lorsque l'agitation thermique augmente, le nombre de chocs entre les électrons et les atomes du réseau croît, ce qui **diminue** sensiblement λ .

L'expérience montre que, pour des températures supérieures à $0,2 T_d$, **la résistivité croît linéairement en fonction de la température** T selon la formule suivante :

$$\frac{\rho(T)}{\rho(T_0)} = (1 + \beta \Delta T) \quad (3.1)$$

avec $\Delta T = T - T_0$ et $T_0 > 0,2 T_d$.

Le coefficient β dépend de la composition du matériau et T_0 représente la température ambiante.

Question 6 :

A partir des valeurs de résistance fournies au laboratoire réalisées sur des fils de Fe pur et de Kanthal (22% Cr, 5% Al, 0,5% Co, reste Fe), vérifiez graphiquement sur le même graphe que la relation (3.1) est vérifiée (T_d du Fer pur = 420 K, $T_0 = 298$ K).

Comparez le coefficient β pour le Fe pur et l'alliage et expliquez la différence.

Manipulation 3 : Influence de la structure sur les propriétés des matériaux cristallins

Dans le cas d'un semi-conducteur intrinsèque, la largeur de la bande interdite (E_g) est suffisamment faible pour que, sous l'effet de l'agitation thermique, certains électrons de la bande de valence puissent passer dans la bande de conduction. On peut montrer que la conductibilité électrique du semi-conducteur est :

$$\frac{\sigma(T)}{\sigma_0} = \exp\left(\frac{-E_g}{2.k.T}\right) \quad (3.2)$$

avec σ_0 fonction de la charge, de la mobilité et du nombre de trous et d'électrons.

$$k = 1,381.10^{-23} \text{ J/K}$$

$$1 \text{ eV} = 1,602.10^{-19} \text{ J}$$

Question 7 :

A partir des valeurs de résistance fournies au laboratoire, comparez le comportement du semi-conducteur à celui des matériaux métalliques.

Calculez la largeur de la bande interdite (E_g) du Germanium.

Remarque : on considère que la dépendance de la conductivité électrique par rapport à la température dans le domaine étudié est dominée par la dépendance exponentielle ; en première approximation, σ_0 est constant.

Manipulation 4

Influence des traitements thermiques sur la structure et les propriétés des matériaux

1. Introduction

L'objectif des **traitements thermiques** est d'améliorer certaines propriétés d'un matériau en modifiant sa structure. Il n'est généralement pas possible d'améliorer toutes les propriétés au cours d'un même traitement. Ainsi, par exemple : une augmentation de dureté ou de résistance mécanique va de pair avec une diminution de la ductilité.

Pour les matériaux métalliques, on peut distinguer 2 grandes catégories de traitements thermiques :

- Les traitements thermiques conduisant à une modification de la nature et (ou) des quantités relatives des phases présentes. Selon les propriétés à améliorer, ces traitements conduisent soit à l'obtention des phases décrites par le diagramme d'équilibre à partir d'une structure métastable soit, inversement, à l'obtention d'une structure métastable à partir des phases d'équilibre.

Ces types de traitements sont couramment utilisés pour les aciers et sont étudiés au cours de la manipulation 6.

- Les traitements thermiques conduisant à une nouvelle structure possédant une énergie libre inférieure sans modification de la nature et de la quantité relative des phases présentes. C'est en particulier, le cas du **désécrouissage** pour lequel un traitement thermique de recuit provoque les phénomènes de **restauration** et de **recristallisation**.

Ces traitements constitueront l'objet principal de cette manipulation.

Pour les céramiques, les traitements thermiques constituent une étape importante de leur élaboration. Il faut citer, en particulier, le frittage et la vitrification. Ces traitements seront étudiés dans des cours de spécialisation.

Après l'élaboration, des traitements thermiques conduisant à des transformations de phases sont parfois effectués sur les céramiques cristallines ; en revanche, celles-ci ne pouvant subir que très peu de déformation plastique, le désécrouissage est sans objet et n'est pas pratiqué.

La production et la mise en forme des matériaux polymères se font principalement par des procédés thermomécaniques qui associent un traitement thermique et un traitement mécanique.

2. Définition d'une solution solide

Dans une **solution solide**, les différents atomes occupent des positions statistiquement aléatoires. Une telle solution solide est parfaitement homogène (du moins à l'échelle de quelques distances atomiques).

Les différents types de solutions solides peuvent se classer comme suit :

Solution d'insertion (figure 4.1) : il s'agit d'une solution solide où l'atome dissous occupe les interstices (ou site interstitiels) du réseau du solvant. La solution interstitielle ne peut donc exister que lorsque les atomes du soluté **sont très petits** par rapport à ceux du solvant.

Exemple (figure 4.2) : le carbone dans le Fe γ (Austénite) (voir manipulation 6).

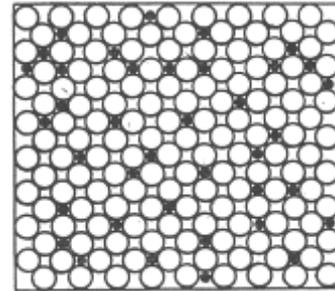
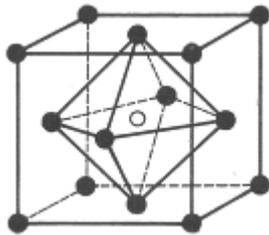


Figure 4.1. solution solide d'insertion



Un atome en insertion occupe certains sites de la mailles cristallines. On appelle **sites** (interstitiels) les espaces libres laissés entre les atomes du réseau

Figure 4.2 : atome de C dans le Fe γ

Dans les réseaux cubiques centrés (CC) et cubiques faces centrées (CFC), il existe deux types de sites : **sites octaédriques** et **tétraédriques** (voir figures 4.3).

Ces sites sont au centre d'un octaèdre ou d'un tétraèdre dont les sommets sont occupés par les atomes de la matrice. La taille des éléments qui peuvent entrer en solution solide d'insertion doit de l'ordre de grandeur des sites disponibles.

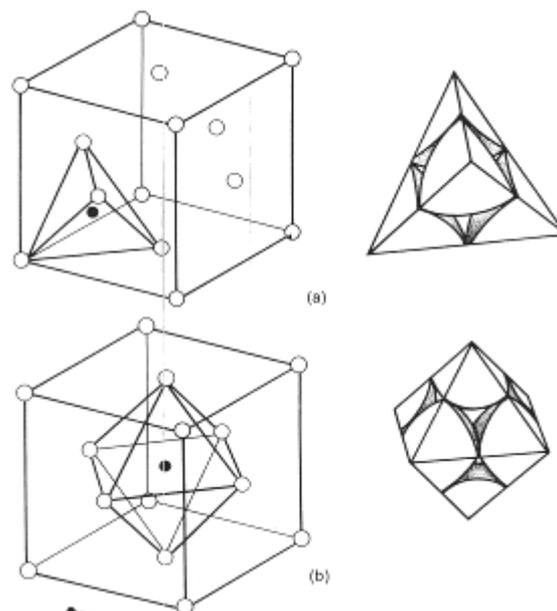


Figure 4.3 : sites interstitiel dans un CFC (a) tétraédrique et (b) octaédrique.

La solubilité dans le cas d'une solution solide interstitielle est généralement limitée à quelques %.

Question 1 :

Le carbone dans le Fe est un défaut en insertion dans la maille cristalline du Fe. A haute température, la maille cristalline est du type CFC (austénite, voir manipulation 6).

Quelle est le type de site occupé préférentiellement par le carbone dans cette maille et pourquoi ?

Quelle pourrait être la solubilité maximale théorique (% en poids) du C dans l'austénite ?

Masse atomique C = 12 uma.

Masse atomique Fe = 55,8 uma.

Rayon du site : 0,052 nm.

Rayon de l'atome de carbone : 0,091 nm. Rayon de l'atome de Fe : 0,125 nm.

Comment pourriez-vous expliquer qu'en réalité cette solubilité maximale ne dépasse pas 2,11 % à 1148 °C (voir diagramme Fe-C, manipulation 6) ?

Solution de substitution désordonnée (figure 4.5) : dans ce cas, à quelques atomes de l'élément solvant sont substitués des atomes de l'élément dissous. Cette substitution est répartie d'une façon statistiquement homogène.

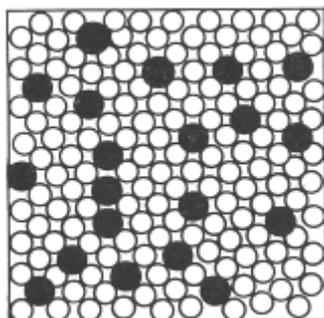


Figure 4.5. : Solution solide de substitution désordonnée

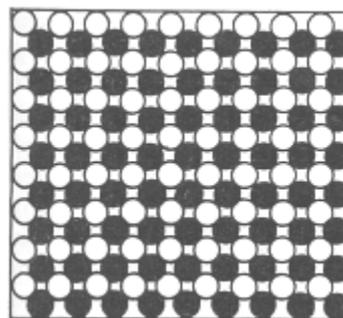


Figure 4.6. Solution solide de substitution ordonnée (AuCu)

Pour ce type de défaut (substitution), la solubilité peut être très importante et varier de 0 à 100 % comme pour les alliages AuCu

Solution de substitution ordonnée, appelée surstructure (figure 4.6) : dans la plupart des solutions de substitution, la distribution des atomes est arbitraire ou désordonnée. Néanmoins, dans certains systèmes binaires, les atomes dissemblables occupent des positions symétriques. Dans ce cas, la solution de substitution est dite **ordonnée**.

Exemples : les alliages AuCu et AuCu₃. (voir manipulation 3).

Certains alliages ne sont des solutions solides qu'à des hautes températures. Néanmoins, à partir d'un traitement adéquat, il est possible de conserver cette solution solide à température ambiante.

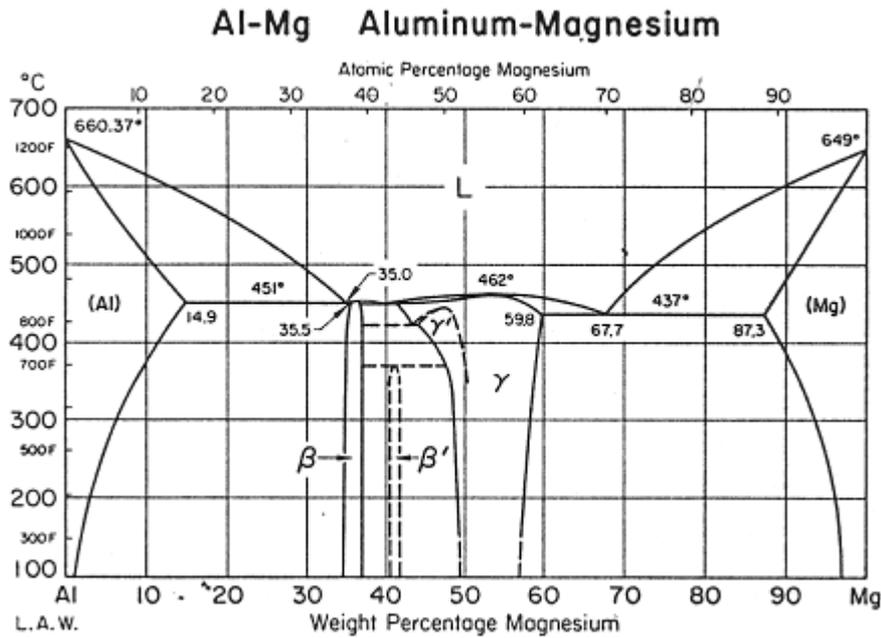


Figure 4.7. : Diagramme de phases Al - Mg

Question 2 :

Pour obtenir une solution solide sursaturée en Mg, l'alliage Al-Mg 5% (en poids) a subi un refroidissement rapide après un traitement de mise en solution.

En consultant le diagramme de phases de l'alliage donné figure 4.7, proposez une température de traitement permettant la mise en solution du magnésium à l'état solide.

De quel type de solution solide s'agit-il et pourquoi?

Le principal intérêt d'avoir une **solution solide** est de **durcir le matériau**.

Sur la figure 4.8, on peut observer l'effet de l'ajout de magnésium dans la phase solide d'aluminium sur la courbe de traction de l'alliage.

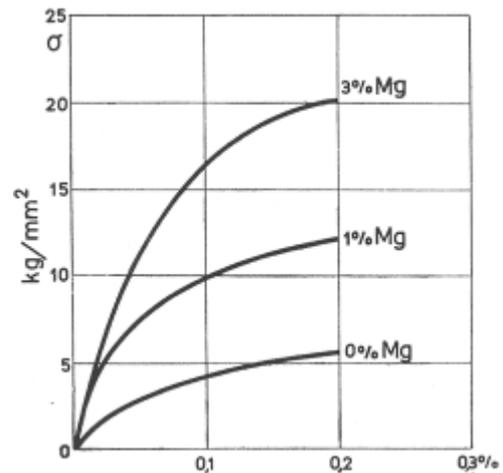


Figure 4.8 : influence de la teneur en Mg sur le comportement mécanique de l'aluminium (solution solide AL-Mg).

Question 3 :

Justifiez la différence de la limite élastique entre l'aluminium pur et les solutions solides Al-Mg.

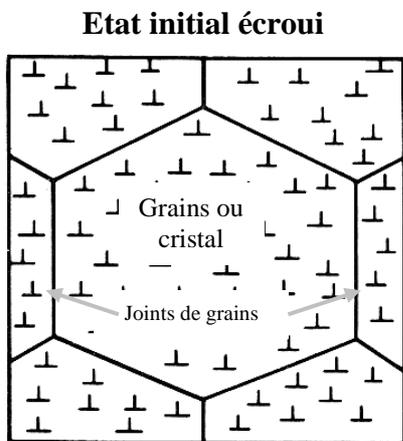
3. Restauration et recristallisation dans un matériau cristallin

La déformation plastique des matériaux cristallins s'accompagne d'une augmentation de la densité des défauts réticulaires .

Il s'agit essentiellement des défauts ponctuels (lacunes) et des défauts linéaires (dislocations) ; ces défauts produisent une distorsion du réseau et **accroissent dès lors l'énergie interne du matériau**.

Le traitement thermique, dit aussi **recuit**, d'un métal écroui va permettre au matériau de diminuer son énergie interne et donc son énergie libre. La diminution d'énergie interne se produit par **diminution de la densité de défauts réticulaires** et dans certains cas par diminution de la densité des joints de grains.

Les figures suivantes représentent schématiquement des grains tels qu'on peut les observer au microscope électronique à transmission ; les « T » renversés figurent les dislocations.

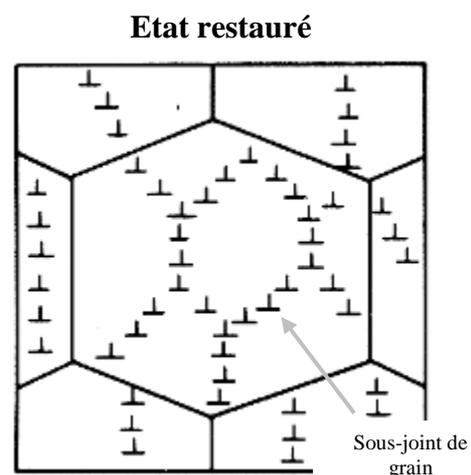


L'échantillon initialement écroui, contient une densité de dislocations importantes (voir manipulation 3).

Au cours du recuit l'échantillon cristallin initialement écroui va subir un **désécrouissage** en passant par un état restauré et recristallisé

La première étape du désécrouissage est la restauration.

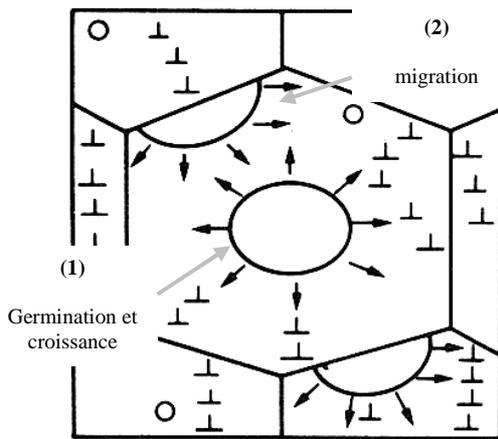
Ce terme désigne tout changement qui n'implique pas une modification de la microstructure par migration de joints de grain. Le contour de grains et leur nombre n'est pas modifié par le traitement thermique.



Cette étape permet la relaxation de l'énergie de déformation totale :

- par diminution de la densité des défauts ponctuels
- par diminution de la densité des dislocations et regroupement des dislocations restantes en sous-joints. Ce réarrangement de la répartition des dislocations est observé lorsqu'il n'y a pas, initialement, de sous-structure d'écrouissage.
- par affinement des sous-joints dans le cas où une sous-structure d'écrouissage serait présente

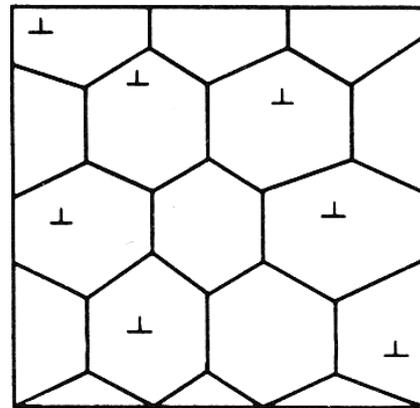
Début de la recristallisation



La deuxième étape du désécrouissage est la **recristallisation**, c'est-à-dire l'**apparition de nouveaux grains** et leur grossissement dans la matrice écrouie.

La recristallisation se produit si elle conduit à une diminution de l'énergie libre du matériau; il faut tenir compte dans le bilan énergétique de la diminution de l'énergie de déformation du réseau associée à la diminution de la densité des dislocations et à l'accroissement de l'énergie des joints de grains résultant de la formation de nouveaux grains.

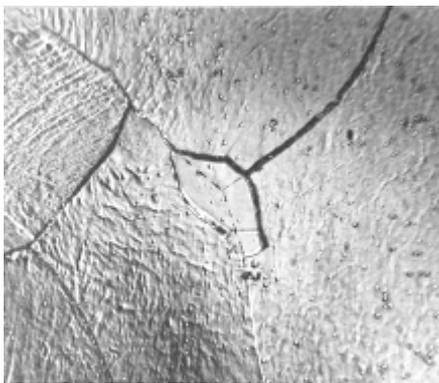
Fin de la recristallisation



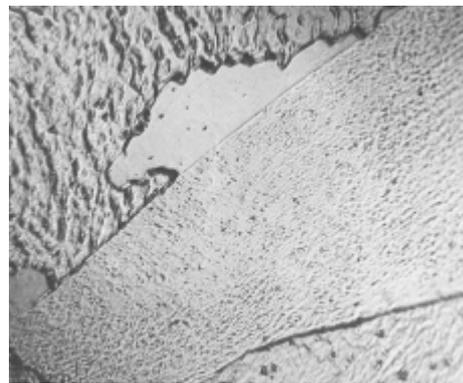
Ces nouveaux grains, où la densité de dislocations est faible, grossissent jusqu'à ce que la totalité du métal soit constituée de grains recristallisés.

Les deux mécanismes de recristallisation sont:

- (1) germination et croissance (figure 4.9 (a)).
- (2) migration induite de joint de grain (figure 4.9 (b)).



(a)



(b)

Figure 4.9 : recristallisation par germination et croissance (a) et par migration induite de joints de grains (b)

On trouvera aux figures 4.10, les micrographies d'un laiton écroui après différents temps de traitement.

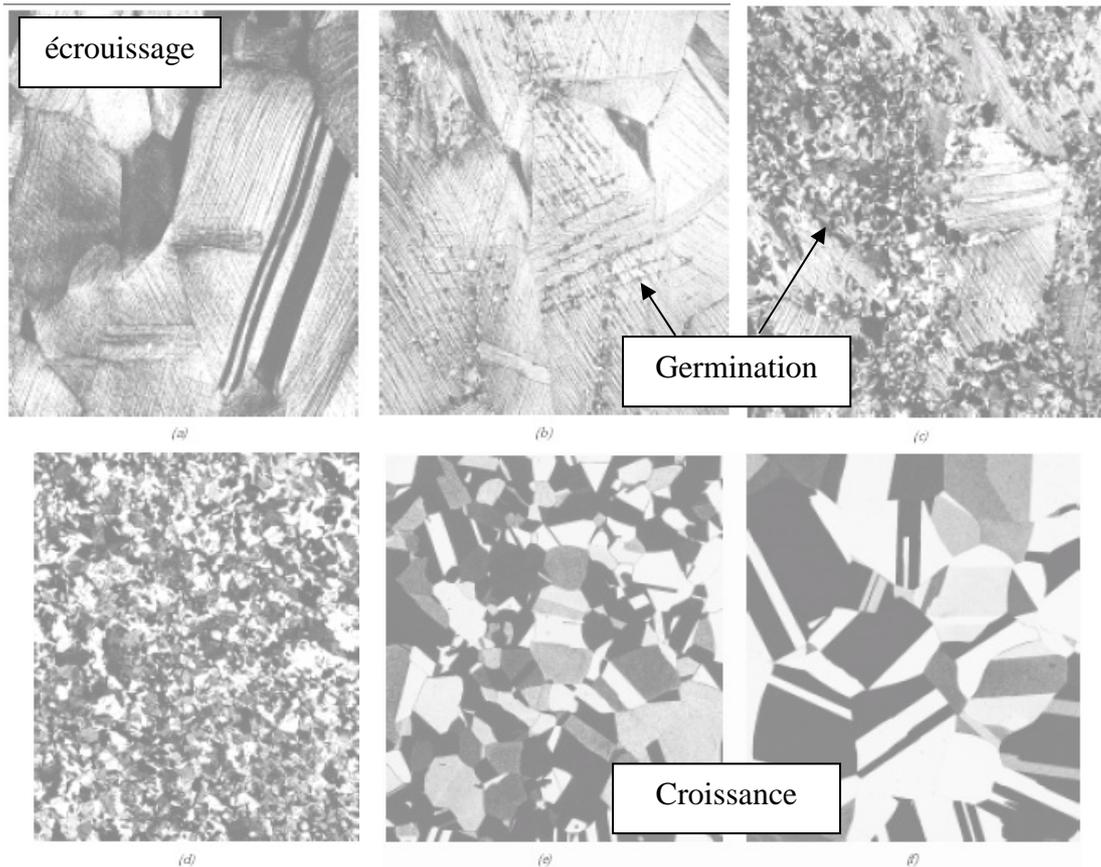


Figure 4.10 : micrographies d'un laiton. (a) laminé à 33 %, recuit à 580 °C pendant 3s (b), 4s (c), 8s (d), 15 min (e) et 10 min à 700 °C (f).

La recristallisation ne permet pas seulement d'éliminer l'écrouissage mais permet également de contrôler la taille des grains d'un métal; la taille des grains recristallisés est en effet directement liée à l'écrouissage initial, c'est-à-dire à l'énergie de déformation emmagasinée.

La recristallisation peut-être contrôlée par l'évolution des propriétés mécaniques et des propriétés électriques, par l'apparition d'une texture d'orientation d'ensemble de recristallisation, par l'aspect des spectres de diffraction et par l'évolution de la structure visualisée en microscopie optique et en **microscopie électronique à transmission**.

Dans un microscope électronique à transmission, un faisceau d'électrons accélérés par une différence de potentiel traverse un échantillon. Cette technique nécessite la réalisation d'échantillons très minces (épaisseur inférieure à 1 μm) transparents aux électrons. Le principe de fonctionnement du microscope vous sera présenté au laboratoire.

Après recristallisation complète, l'accroissement de la température ou l'accroissement de la durée du traitement peuvent conduire à un **grossissement homogène des grains**. Ce processus favorise la diminution de l'énergie libre de l'échantillon, car il conduit à une diminution de l'énergie associée aux joints de grains.

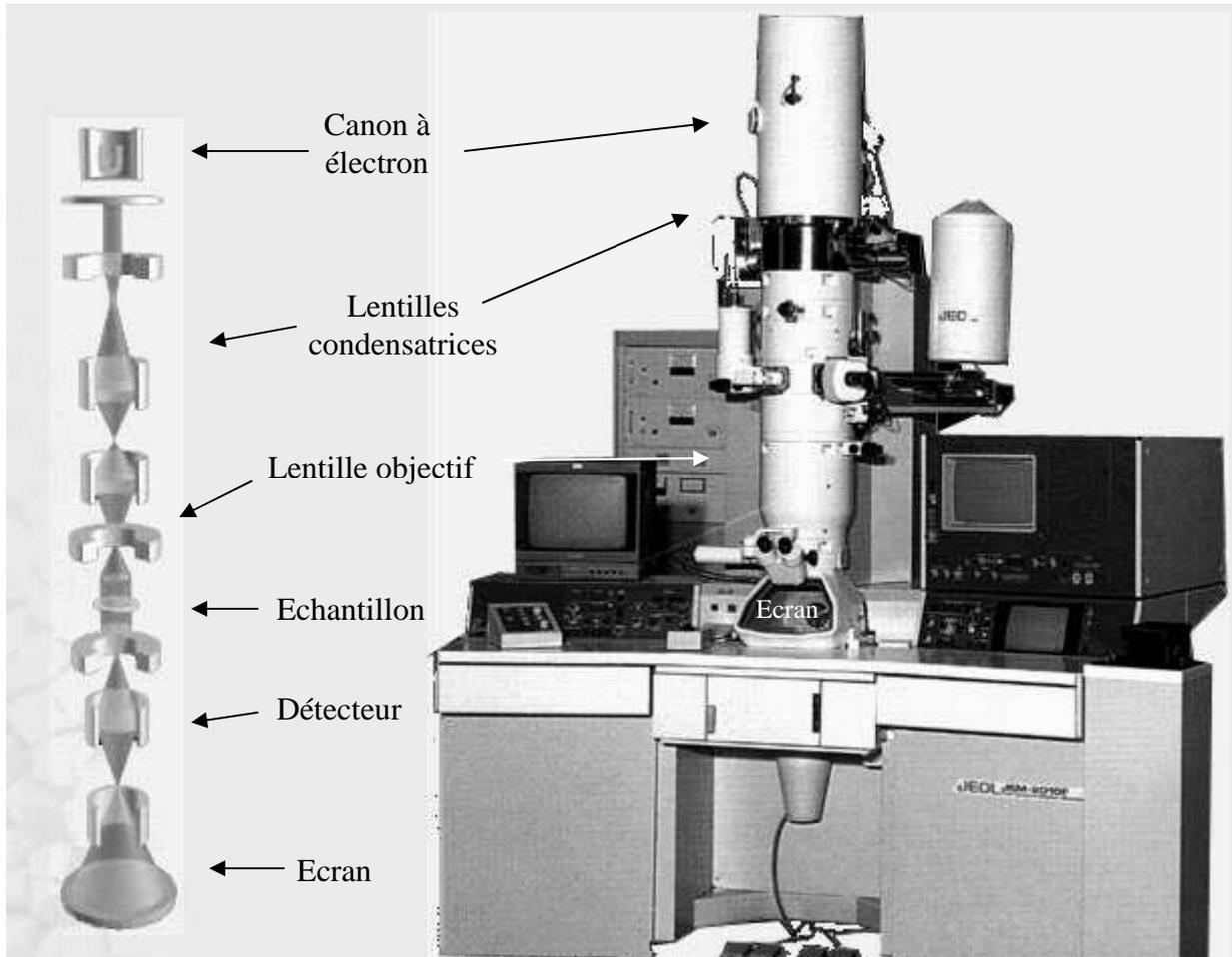
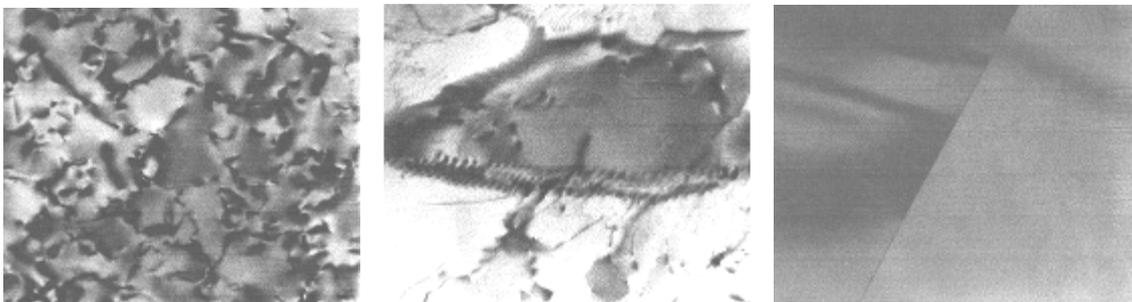


Figure 4.10. : Principe général de fonctionnement d'un microscope électronique à transmission.

4. Effets de traitements thermiques sur l'état structural et le comportement en traction de l'alliage Al-Mg (5% en poids)

Des lames minces ont été réalisées pour trois états différents de l'alliage Al-Mg 5% :

- laminé, $\epsilon = 50\%$
- laminé, $\epsilon = 50\%$, puis recuit 2h à 180°C
- laminé, $\epsilon = 50\%$, puis recuit 5 min. à 380°C



(a)

(b)

(c)

Figure 4.11 : Micrographies de l'alliage Al-Mg (5%) : laminé à 50 % (a) puis recuit 2h à 180°C (b), laminé puis recuit 5 min à 380°C (c) (72.000 X).

Manipulation 4 : Influence des traitements thermiques sur la structure et les propriétés des matériaux

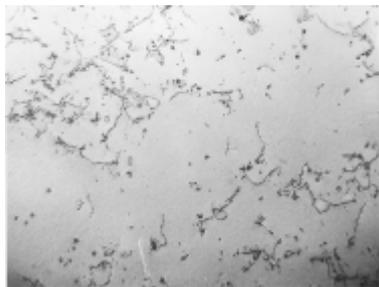
Les micrographies électroniques en transmission sont visibles aux figures 4.11 pour ces trois états.

Question 4 :

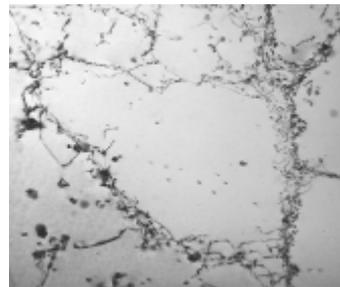
Définissez et décrivez les trois états structuraux obtenus (voir figures 4.11).

A température ambiante, certains matériaux sont capables de recristalliser (plomb, étain et zinc) ou de se restaurer tel l'aluminium pur.

Sur les figures 4.12, on observera la micrographie de l'aluminium pur non déformé et celle de l'aluminium déformé à 5 %. Sur cette dernière, la restauration du matériau est clairement visible.

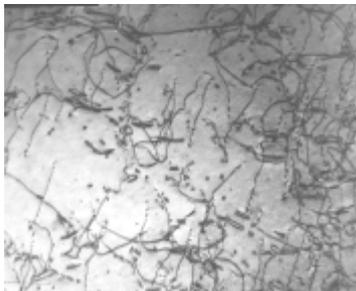


(a)



(b)

Figure 4.12 : micrographies de l'aluminium pur non déformé (a) et déformé à 5 % (b).



Par contre, l'alliage Al-Mg (5%) ne se restaure pas à température ambiante comme on peut l'observer sur la figure 4.13.

Figure 4.13 : micrographie de l'alliage Al-Mg déformé à 5 %.

Question 5 :

Expliquez pourquoi l'aluminium pur restaure à température ambiante et pas l'alliage Al-Mg (5%) ?

Durant la séance, une analyse structurale par microscopie électronique en transmission d'un alliage Al-Mg 5% sera effectuée à l'aide du microscope électronique Philips de modèle CM 20.

Question 6 :

Rapportez de manière synthétique les observations réalisées et identifiez l'état structural de l'alliage analysé.

Manipulation 4 : Influence des traitements thermiques sur la structure et les propriétés des matériaux

Le processus de **recristallisation** modifie profondément la microstructure du matériau métallique et influence donc ses **propriétés mécaniques**

Question 7 :

Deux éprouvettes d'alliage Al-Mg 5% ont été déformées en traction d'environ 20%. L'essai de traction a été arrêté et les éprouvettes ont été retirées de la machine de traction. Aucun traitement thermique n'a été réalisé sur l'éprouvette 1. Par contre un recuit de 30 min. à 550°C a été appliqué sur l'éprouvette 2. L'essai de traction a ensuite été reconduit jusqu'à rupture sur ces mêmes éprouvettes

On dispose des courbes de traction réalisées sur les deux éprouvettes (fournies en séance). Commentez et proposez une interprétation des comportements mécaniques observés.

5. Influence du traitement thermique sur l'état structural

L'objectif de la manipulation est de déterminer l'influence que peuvent avoir différents facteurs comme **la température**, **la durée du traitement thermique** et **l'écroutissage initial**, sur l'état structural d'un métal traité thermiquement.

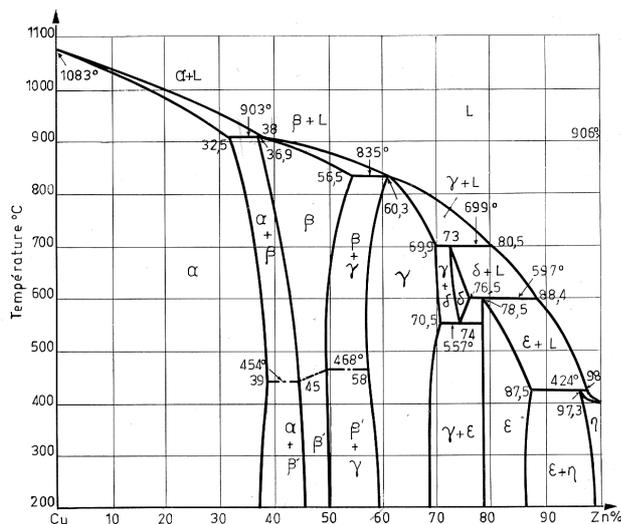


Diagramme d'équilibre cuivre-zinc (d'après Metals Handbook, éd. 1948).

Le laiton 70/30 a été choisi comme exemple. Ce matériau est un alliage de cuivre et de zinc, dont le diagramme de phase est donné à la figure 4.14.

L'évolution de son état structural suite à différents traitements sera déterminée par des examens réalisés en microscopie optique.

Figure 4.14. : Diagramme Cu-Zn

On dispose d'une série de micrographies optiques réalisées sur des échantillons préalablement déformés à température ambiante à différents taux d'écroutissage et ensuite traités à différentes températures pendant des durées variables.

Question 8 :

A partir des documents fournis, décrivez l'effet des paramètres **durée du traitement de recuit**, **température de recuit** sur l'apparition de la recristallisation et sur la dimension des grains recristallisés.

La microscopie optique n'est pas appropriée pour l'étude de la restauration. Expliquez pourquoi. Quelle technique expérimentale préconisez-vous pour l'étudier ?

6. Détermination de l'écroissage critique de recristallisation et influence du taux d'écroissage sur la taille des grains recristallisés

La recristallisation commence par une étape de germination de nouveaux grains. La germination se fait préférentiellement en des points de très haute énergie du cristal. En augmentant la densité des défauts, l'écroissage du matériau va donc permettre la germination de ces nouveaux grains. Cependant, en-dessous d'un **écroissage critique**, il n'y a pas recristallisation parce qu'il n'y a pas de site dont l'énergie, emmagasinée par déformation, soit suffisante pour favoriser la germination de nouveaux grains.

Question 9 :

On dispose d'une série d'échantillons d'aluminium commercial qui ont été soumis à un traitement thermique à 620°C pendant 1 h 15 min, après déformation plastique à différents taux d'écroissage. L'attaque chimique a permis de révéler les grains de la structure polycristalline.

A partir de l'examen de ces échantillons déterminez l'ordre de grandeur de l'écroissage critique de recristallisation, c'est-à-dire, l'écroissage nécessaire à l'apparition de la recristallisation.

Le taux d'écroissage aura donc beaucoup d'influence sur la taille et le nombre de grains recristallisés. On peut observer ce phénomène sur la figure 4.15. Il s'agit d'une éprouvette d'aluminium pur ayant subi une traction jusqu'à la rupture puis un traitement de recristallisation à 620 °C pendant 1h15.



Figure 4.15 : microstructure d'une éprouvette d'aluminium déformée jusqu'à rupture et traitée thermiquement (1h15 à 620°C).

Question 10 :

Expliquez la microstructure de l'éprouvette d'aluminium observée à la figure 4.15.

7. Influence de la dimension des grains recristallisés sur les propriétés mécaniques

La taille des grains influence fortement les propriétés mécaniques du matériau. Pour la plupart des métaux, la limite élastique (R_e) varie suivant la taille des grains (d) suivant la relation d'**Hall et Petch** (voir manipulation 3, figure 3.5):

$$R_e = R_{e_0} + k \cdot d^{-1/2} \quad (4.1)$$

Les constantes R_{e_0} et k dépendent de la nature du matériau. Ainsi pour le Fe (CC), k vaut 30 MPa.mm^{1/2} et pour l'aluminium (CFC), il vaut 4 MPa.mm^{1/2}.

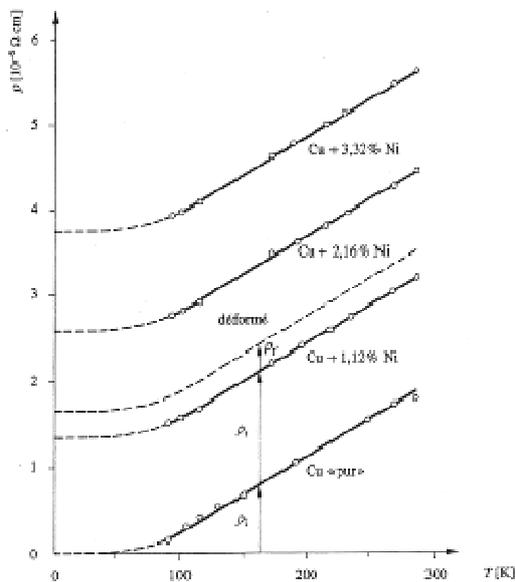
Question 11 :

Les plus gros grains d'aluminium de l'éprouvette trapézoïdale de la figure 4.15 font environ 1,5 cm de diamètre. Un aluminium avec cette taille de grains présente une limite élastique proche de 20 MPa (voir manipulation 1).

- Près de la zone de rupture les grains ne font plus que 200 μm de diamètre, déterminez la limite élastique d'un aluminium avec des grains de cette taille.
- Comment justifiez-vous qualitativement l'augmentation de la limite élastique avec la diminution de la taille de grains ?

8. Influence du recuit sur les propriétés électriques et mécaniques d'un alliage Cu-Ni préalablement écroui

En partant d'un état écroui, nous allons nous intéresser à l'évolution de la **résistivité électrique** et des **propriétés mécaniques** en traction en fonction de la température de recuit.



Le graphique suivant nous montre l'effet de la température sur la résistivité d'un matériau métallique (voir manipulation 3).

On peut y observer aussi « l'effet d'alliage » : la résistivité d'un alliage est supérieure à celle d'un matériau pur.

Sur le graphique, vous pouvez également observer l'effet de l'écroutissage sur la résistivité d'un alliage léger de Cu-Ni.

Figure 4.17 : résistivité en fonction de la température d'un alliage Cu-Ni.

Question 12 :

Expliquez pourquoi l'écroutissage entraîne une augmentation de la résistivité du matériau.

Un fil d'alliage Constantan (Cu 55 % poids ; Ni 45 % poids, voir figure 4.16) d'un diamètre initial de 1 mm a été tréfilé, en plusieurs passes, jusqu'à un diamètre final de 0,35 mm. Le fil a été découpé en 6 portions. Chaque portion a subi un traitement de recuit spécifique pendant 1 h :

Echantillon	1	2	3	4	5	6
Température de recuit	Pas de recuit	350 °C	500 °C	575 °C	650 °C	800 °C

Manipulation 4 : Influence des traitements thermiques sur la structure et les propriétés des matériaux

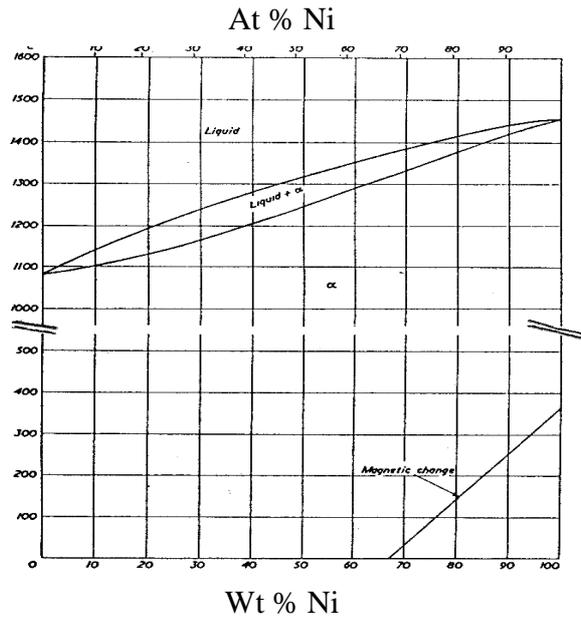


Figure 4.16. : diagramme Cu-Ni

Question 13 : (avec l'assistant)

Mesurez la résistance électrique des 6 échantillons et calculez ensuite leur résistivité. Complétez le tableau mis à votre disposition.

Expliquez pourquoi dans le cas du constantan l'effet de l'écroutissage sur la résistivité est moins marqué que pour le cuivre pur.

A l'aide des courbes de traction, relevez les propriétés mécaniques en traction (résistance à la traction et allongement à la rupture) des 6 échantillons.

Complétez le tableau mis à votre disposition.

A l'aide d'un graphe, montrez l'évolution des propriétés mécaniques du constantan en fonction de la température de recuit. A l'aide de ce graphe déterminez (**en les justifiant**) les températures correspondant au début de la restauration et de la recristallisation.

Manipulation 5

Influence de l'anisotropie sur les propriétés des matériaux

1. Introduction

Lorsqu'on mesure une propriété (mécanique, magnétique,...) sur un échantillon d'un matériau donné, on constate fréquemment que le résultat varie suivant la direction de mesure : le matériau est **anisotrope**.

Cette anisotropie peut avoir plusieurs origines. Elle peut provenir de la répartition particulière des différentes phases constituant le matériau (par exemple : composite fibreux ou lamellaire, inclusions allongées dans les aciers ;...). Elle peut également être une conséquence de l'**anisotropie cristalline** du cristal parfait. Les propriétés d'un monocristal dépendent en effet de la direction cristallographique suivant laquelle la mesure est effectuée.

Un matériau réel est rarement un **monocristal** mais plus généralement un **polycristal**, c'est-à-dire une juxtaposition d'un ensemble de cristaux.

L'effet de l'anisotropie cristalline se traduira à l'ensemble du matériau polycristallin dans les deux cas suivants :

- Si le nombre de cristaux (appelés aussi "**grains**") constituant le matériau, est faible.
- Si l'orientation des grains très nombreux n'est pas aléatoire. On dit alors que le matériau présente **une texture** ou **une orientation préférentielle**.

Ce deuxième cas est courant dans les alliages métalliques ayant subi des traitements mécaniques ou thermiques.

Au cours de cette manipulation, nous nous intéresserons à l'**influence de l'anisotropie** sur les **propriétés mécaniques** de divers échantillons : métaux mono- et polycristallins ; des composites avec fibres unidirectionnelles.

Nous aborderons également l'influence de l'anisotropie cristalline sur les **propriétés magnétiques** des matériaux.

2. Influence de l'anisotropie cristalline sur le comportement élastique des monocristaux

Les modules élastiques E (Module de Young) et G (Module de cisaillement) sont des propriétés anisotropes pour un monocristal.

On peut définir les constantes élastiques B_{ijkl} telles que : $\tau_{ij} = B_{ijkl} \cdot a_{kl}$.

De même, on peut définir les constantes élastiques S_{ijkl} telles que : $a_{ij} = S_{ijkl} \cdot \tau_{kl}$

Comme pour les constantes B_{ijkl} , il existe 21 coefficients S_{ijkl} indépendants.

Les éléments de symétrie des cristaux réduisent le nombre de coefficients indépendants. C'est ainsi que pour le **système cubique**, il n'y a que **trois coefficients indépendants** :

$$\begin{aligned} S_{1111} &= S_{2222} = S_{3333} = S_{11} \\ S_{1122} &= S_{2233} = S_{3311} = S_{12} \\ S_{1212} &= S_{2323} = S_{3131} = S_{44} \end{aligned}$$

Le module de Young E dans une direction donnée d'un cristal cubique est donné par :

$$\frac{1}{E} = S_{11} - 2 \cdot [(S_{11} - S_{12}) - \frac{1}{2} S_{44}] [l^2 \cdot m^2 + m^2 \cdot n^2 + l^2 \cdot n^2]$$

où l, m, n sont les cosinus directeurs (coordonnées normées) de la direction donnée par rapport aux axes cristallographiques.

Question 1 :

A partir des constantes élastiques du cuivre pur, calculez le module de Young E dans les directions [100] et [111].

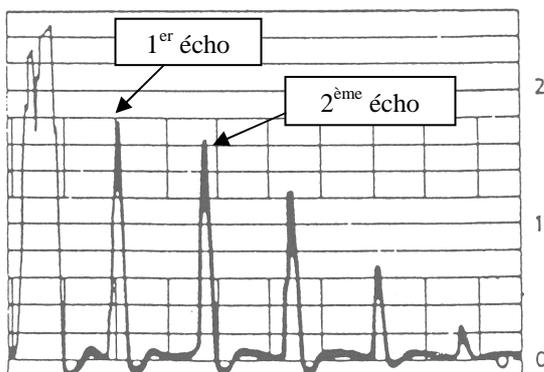
Pour le Cu pur : $S_{11} = 1,49 \cdot 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$; $S_{12} = -0,62 \cdot 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$; $S_{44} = 1,33 \cdot 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$

Détermination expérimentale du module de Young pour un échantillon de Cu monocristallin par la méthode des impulsions ultrasonores.

La détermination expérimentale du module de Young peut se faire par la mesure de la vitesse de propagation d'ondes ultrasonores longitudinales V_L dans le matériau. Cette vitesse est en effet fonction du **module de Young (E)** dans la direction de propagation :

$$V_L = \left[\frac{(\lambda + 2 \cdot G)}{\rho} \right]^{1/2} \quad \text{avec} \quad \lambda = \frac{2 \cdot G \cdot \nu}{1 - 2 \cdot \nu} \quad \text{et} \quad G = \frac{E}{2 \cdot (1 + \nu)}$$

Pour déterminer le module de Young dans un monocristal de cuivre extrait d'un lingot comportant des cristaux géants, on peut appliquer la méthode des **impulsions ultrasonores**. Dans cette méthode, une impulsion ultrasonore engendrée par un projecteur est transmise au cristal testé, se réfléchit sur la surface arrière du cristal et retourne au projecteur qui joue alors le rôle de récepteur.



La figure 5.1 montre le signal donné par un oscilloscope.

Le premier pic correspond à l'impulsion d'émission ; les échos suivants correspondent aux réflexions successives par la face arrière du cristal.

Figure 5.1 : signal de propagation d'une onde ultrasonore.

Question 2 :

Calculez la **vitesse de propagation** v_L dans un bloc de cuivre polycristallin (isotrope) dont le module de Young (E) vaut 110 GPa ($\rho = 8.93 \cdot 10^3 \text{ Kg/m}^3$ et $\nu = 0.35$).

En connaissant la vitesse de propagation d'un bloc de cuivre polycristallin de 5 mm d'épaisseur, il sera possible d'étalonner en temps l'oscilloscope.

Méthode d'étalonnage de l'oscilloscope :

A l'aide du potentiomètre d'étalonnage en temps on fait correspondre le centre de l'échelle (5) avec le front gauche du 1^{er} écho (correspondant à la 1^{ère} réflexion par la face arrière) et le fond d'échelle (10) avec le front gauche du 2^{ème} écho (correspondant à la 2^{ème} réflexion par la face arrière).

Une méthode simple pour connaître V_L , dans l'échantillon monocristallin consiste à mesurer la différence de temps (Δt) qui existe entre le signal du bloc de cuivre polycristallin (correspondant à la distance parcourue par le 1^{er} écho du monocristallin) et le signal du premier écho de l'échantillon monocristallin.

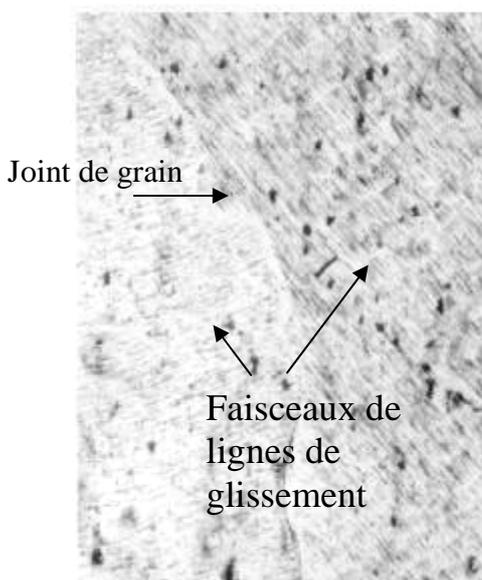
Ensuite, à partir de la vitesse de propagation dans le bloc de cuivre polycristallin, Δt , et la distance parcourue par l'onde, on peut en déduire la vitesse dans l'échantillon monocristallin.

Question 3 :

Déterminez la valeur du module de Young (E) d'un échantillon de cuivre monocristallin ($\rho = 8.93 \cdot 10^3 \text{ Kg/m}^3$, $\nu = 0.35$).

Déterminez si la normale n à la face sondée du bloc que vous avez choisi est proche de l'orientation [100] ou de l'orientation [111]. Quelle pourrait-être l'origine de l'écart observé ?

3. Influence de l'anisotropie cristalline sur la déformation plastique



Un monocristal peut se déformer plastiquement soit par **glissement** soit par **formation de macles**.

La déformation plastique par **glissement** s'accompagne de la formation de bandes de glissement parallèles entre elles (fig 5.2 et 5.3.a). Les marches ainsi formées sont dues au processus de mouvement des dislocations dans le plan de glissement (fig. 5.3.b). Les dislocations se déplacent dans certaines directions cristallographiques données appartenant à des plans cristallographiques bien déterminés. L'ensemble (plan + direction) s'appelle un **système de glissement**. Des considérations énergétiques évidentes impliquent que **les dislocations se déplacent dans les directions denses du réseau cristallin**. Ces directions appartenant aux plans compacts. (ex. les systèmes de glissement $\{111\}\langle 110 \rangle$ dans les matériaux CFC).

Figure 5.2: lignes de glissement dans deux grains voisins d'aluminium déformé en traction (X 100).

Manipulation 5 : Influence de l'anisotropie sur les propriétés des matériaux

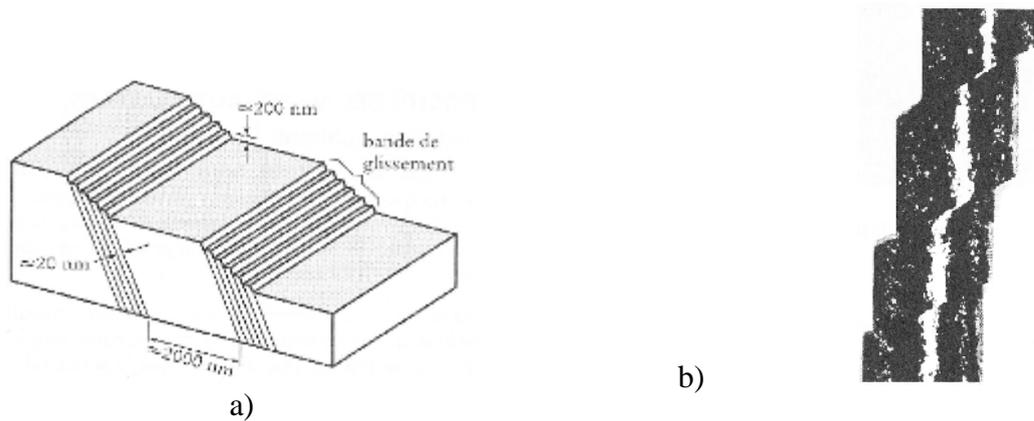


Fig. 5.3 a) Représentation schématique de lignes de glissement formant des bandes de glissement, b) Déformation plastique par glissement en traction d'un monocristal de zinc.

Lors de la déformation plastique d'un matériau métallique en traction un ou plusieurs systèmes de glissements peuvent être activés dans chacun des grains (monocristaux) constituant l'éprouvette.

L'activation d'un **système de glissement** est régie par la **loi de Schmid** et dépend de l'orientation de l'axe de traction par rapport aux directions cristallographiques du monocristal.

L'observation de la surface du cristal au microscope optique montre des faisceaux de lignes parallèles appelées **lignes de glissement** (figure 5.2).

Dans les matériaux cristallins où le nombre de système de glissement est limité, le mode de déformation plastique par **maclage** joue un rôle important.

La formation d'une macle se produit lorsqu'une partie du cristal bascule sous l'effet d'une contrainte, dans une position symétrique sans changer le réseau. Cela correspond à un cisaillement du réseau par rapport au plan de symétrie (appelé "**plan de macle**").

Les macles se propagent très vite et se présentent sous la forme de plaquettes ou de lentilles. Leur apparition provoque des ébranlements sonores et un relief à la surface du cristal. Ce relief est observable par microscopie optique (figure 5.3).

Si le matériau est constitué d'une juxtaposition de cristaux d'orientations différentes la déformation sera inégale et incompatible d'un grain à l'autre ce qui occasionne un mouvement relatif des différents cristaux avec formation de relief et de zones d'adaptation à proximité des joints de grains.

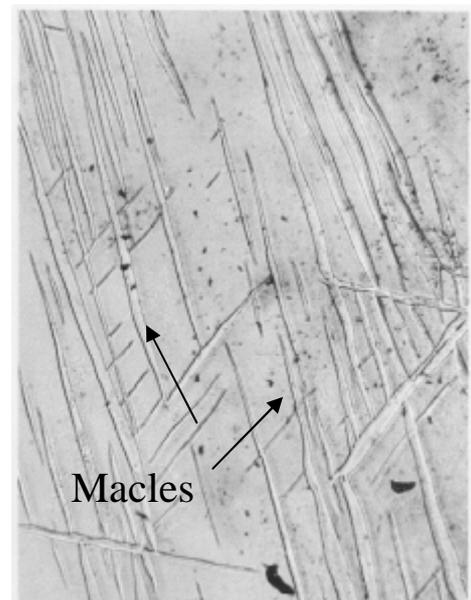


Figure 5.3: Macles dans un grain de Zinc déformé en traction (X 200).

Question 4 :

Effectuez un essai de traction à l'aide de la machine LLOYD LR30K sur :

- une éprouvette plate en Al (jusqu'à 30 %),
- une éprouvette plate en Zn (jusqu'à rupture).

Rapportez les faits principaux observés (particularités durant l'essai, anomalies sur la courbe de traction, aspect macroscopique des éprouvettes après essai, ...) et commentez vos observations.

Ensuite, analysez une face de chacune des éprouvettes par microscopie optique afin de déterminer les modes de déformation (glissement simple, glissements multiples, maclage, ...). Comparez les modes de déformation de l'aluminium et du zinc et justifiez les différences constatées.

Le glissement cristallographique des matériaux ductiles est dû à un **cisaillement** qui agit sur certains plans définis. Il ne faut pas considérer la contrainte nominale F/S_0 à laquelle on soumet l'éprouvette de traction, mais uniquement la composante tangentielle de cette contrainte, dans le plan de glissement et selon la direction de glissement : contrainte τ .

On peut montrer que (figure 5.4) (**Loi de Schmidt**) :

$$\tau = \frac{F}{S_0} \cdot \cos(\theta) \cdot \cos(\chi) \quad (5.1)$$

Si la contrainte τ dépasse la contrainte critique τ^* amorçant le déplacement des dislocations, il y aura déformation plastique.

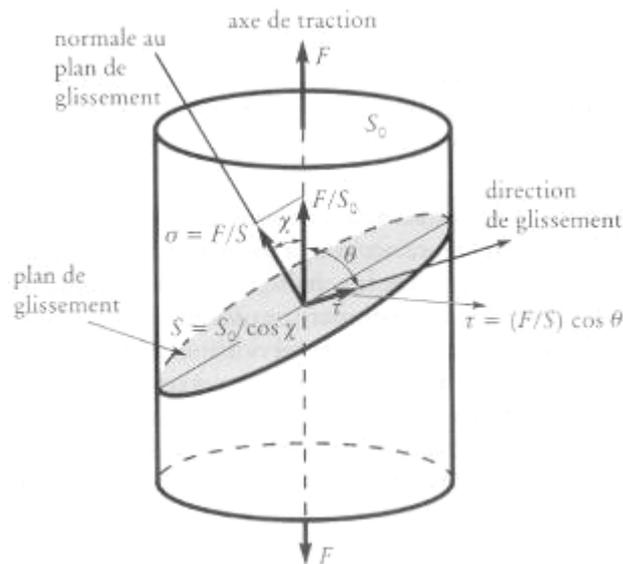


Figure 5.4 : illustration de la loi de Schmidt

Question 5 :

Considérons une traction appliquée à un monocristal d'aluminium (CFC) dans la direction $\langle 100 \rangle$

-Déterminez pour chaque système de glissement les angles θ et X . L'angle θ représente l'angle entre la direction de traction et la direction de glissement (direction dense du CFC). L'angle X représente l'angle entre la normale au plan de glissement (plan dense CFC) et la direction de traction.

-Quelle contrainte de traction (en MPa) faut-il appliquer à un monocristal d'Al dans la direction $\langle 100 \rangle$ pour amorcer la déformation plastique par glissement sachant que la contrainte critique τ^* vaut 0,4 MPa ?

-Quel(s) est (sont) le(s) système(s) de glissement actif(s) dès le début de la déformation plastique ?

4. Influence de l'anisotropie cristalline sur les propriétés magnétiques

L'objectif de ce paragraphe est l'étude des propriétés magnétiques d'un alliage Fe-Si 3% présentant une texture d'orientation d'ensemble.

Les noyaux des transformateurs électriques sont généralement constitués d'un empilement de tôles en alliage Fe-Si 3%.

Ces tôles recristallisées à gros grains présentent généralement une texture plane dite de **Goss**. Cette texture, qui se note $\{ 110 \} \langle 100 \rangle$, signifie que la majorité des cristaux présentent un plan de la famille $\{ 110 \}$ parallèle au plan de la tôle et une direction de type $\langle 100 \rangle$ parallèle à la direction de laminage.

La figure 5.5 représente schématiquement l'orientation des cristaux dans deux tôles de Fe-Si 3% . (les petits cubes indiquent l'orientation de chaque grain).

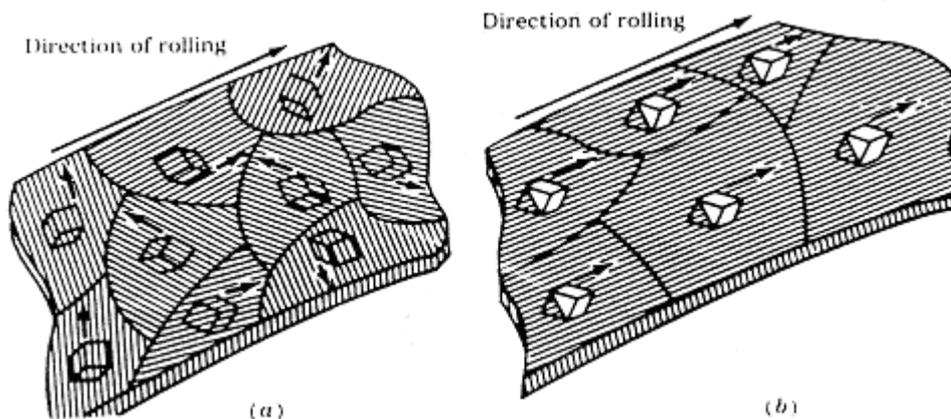


Figure 5.5. : (a) orientation aléatoire des grains ; (b) texture d'orientation d'ensemble $\{110\}\langle 100 \rangle$ dans une tôle FeSi (3%) recristallisée après laminage à froid.

La courbe de première aimantation, montre que, pour le fer, la direction $\langle 100 \rangle$ est la direction d'aimantation facile. L'existence de la texture de Goss permet, dès lors, d'obtenir un meilleur rendement du transformateur.

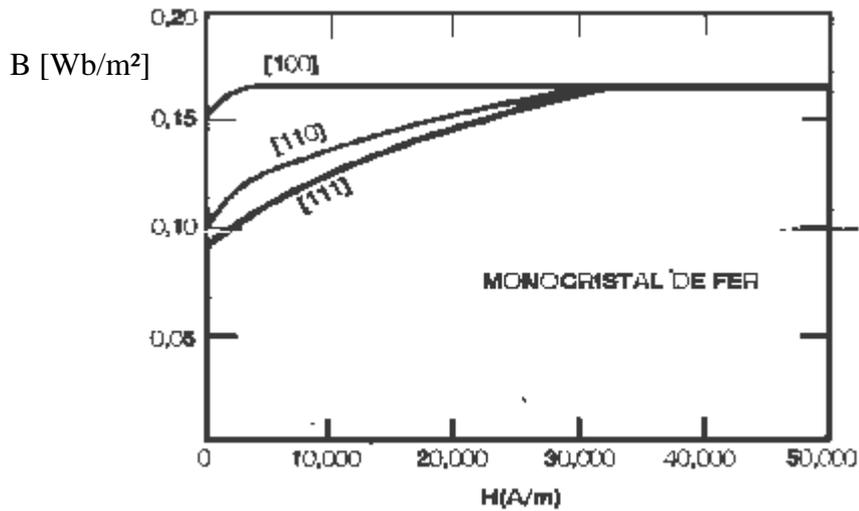


Figure 5.6 : courbes de magnétisation d'un monocristal de Fe

Question 6 :

Dans une tôle en Fe-Si 3% possédant la texture de Goss, on a prélevé une bande parallèlement à la direction de laminage et une bande perpendiculairement à celle-ci.

Si le plan de laminage est le plan (110), quelle est la direction de laminage ? Quelle est la direction perpendiculaire dans ce même plan ? Représentez ce plan et ces deux directions sur la maille cristalline (CC) fournies en séance.

Relevez la courbe d'hystérèse de chaque échantillon à l'aide d'un ferromètre.

Identifiez, en vous justifiant, l'échantillon prélevé parallèlement à la direction de laminage

Manipulation 6

Structure et propriétés mécaniques des aciers

1. Introduction

C'est la structure d'un matériau qui détermine ses propriétés (mécaniques, électriques, ...).

La structure d'un matériau - ensemble des éléments qui interviennent dans sa constitution - doit être appréhendée suivant différentes échelles : depuis l'échelle atomique jusqu'à l'échelle macroscopique. La caractérisation structurale complète d'un matériau nécessite, dès lors, l'utilisation de différentes méthodes d'analyse suivant l'échelle d'observation.

Durant cette séance, nous étudierons les relations entre structures et propriétés mécaniques des aciers. La structure des aciers sera analysée par microscopie optique.

Nous aborderons ensuite **les traitements thermiques des aciers**. Le but de ces traitements thermiques est d'améliorer certaines propriétés d'un acier donné en modifiant sa structure.

Dans la dernière partie de cette manipulation, un cas pratique de rupture dans une pièce en acier sera proposé. Les résultats de mesures de dureté et d'examen métallographiques effectués au voisinage de la surface de rupture seront utilisés pour identifier l'origine de la rupture.

2. Les diagrammes d'équilibre

Les diagrammes d'équilibre sont des documents indispensables en vue de **l'analyse structurale** des matériaux. Ils constituent, en outre, un outil d'une importance considérable pour le choix des traitements thermiques qui conféreront aux alliages les propriétés spécifiques recherchées par les utilisateurs.

Nous nous contenterons ici de rappeler, tout d'abord, la notion et les principales règles d'interprétation des diagrammes d'équilibre des alliages binaires. A titre d'exemple, la figure 6.3 reprend le diagramme d'équilibre fer – carbone (étudiée lors de cette manipulation).

Les éléments chimiques et composés définis qui interviennent dans la composition d'un alliage sont appelés **constituants**. Un alliage binaire est formé à partir de deux constituants.

Une **phase** est une partie d'un corps ayant une structure unique déterminée. A l'équilibre thermodynamique, chaque phase est homogène du point de vue de sa composition chimique.

Le **diagramme d'équilibre** d'un alliage indique la nature des phases présentes à l'équilibre thermodynamique en fonction de la température et de la composition chimique. Il est divisé en domaines d'existence pour les différentes phases.

Le diagramme d'un alliage binaire (2 constituants A et B) comporte, en abscisse, la quantité relative du constituant B et, en ordonnée, la température.

Remarque importante :

La quantité relative du constituant B peut s'exprimer, dans les diagrammes suivant deux échelles différentes :

- la fraction atomique c_B (de 0 à 1)
- la fraction massique x_B (de 0 à 1)

Il s'agit d'être vigilant et de vérifier à chaque fois le type d'échelle utilisée.

Dans le diagramme d'équilibre d'un alliage binaire, on distingue des domaines d'existence d'une seule phase (variance réduite $v_r = c_i - \Phi + 1 = 2$, avec i le nombre de constituants et Φ le nombre de phases) et des domaines de coexistence de deux phases (variance réduite $v_r = 1$).

Les différents domaines sont séparés par des **lignes de transformation**. La ligne de transformation correspondant, au cours du refroidissement, au début de la solidification est appelée **liquidus**, la ligne correspondant à la fin de la solidification est appelée **solidus**.

Il existe des lignes de transformation horizontales. Elles correspondent à des transformations de phases à température constante ($v_r = 0$).

Les principales transformations de phases à température constante sont reprises sur la figure 6.1.

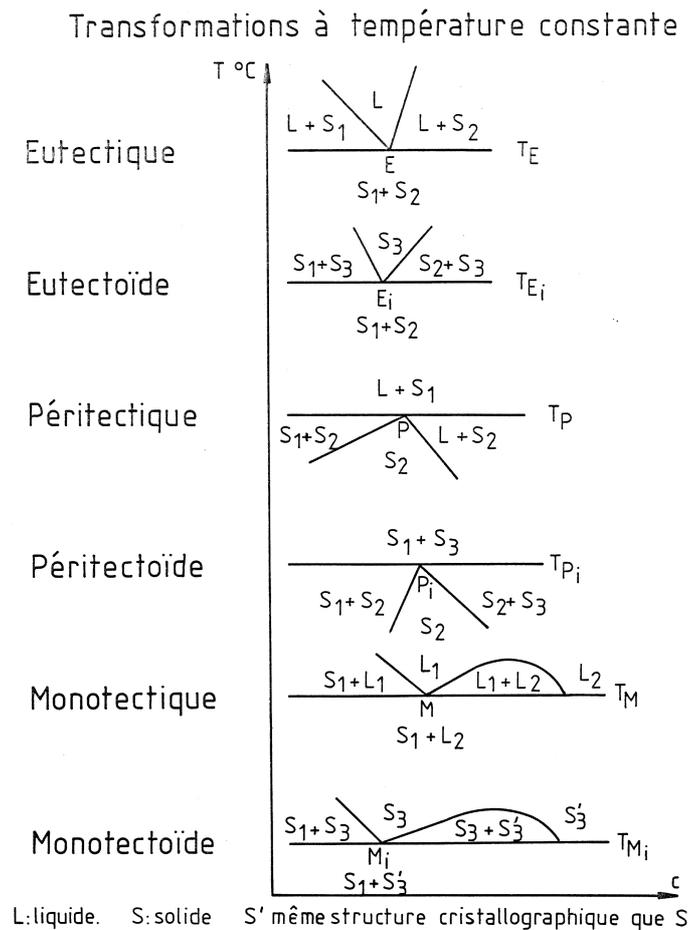


Figure 6.1 : transformations à température constante..

Lors du refroidissement, les transformations de phases à température constante donnent souvent naissance à des **agrégats multiphasés** (biphasés pour les alliages binaires) : eutectique, eutectoïde, ...

Question 1 :

Identifiez en mentionnant la température et la concentration le point eutectique, le point péritectique et le point eutectoïde du diagramme Fe-C (figure 6.3).

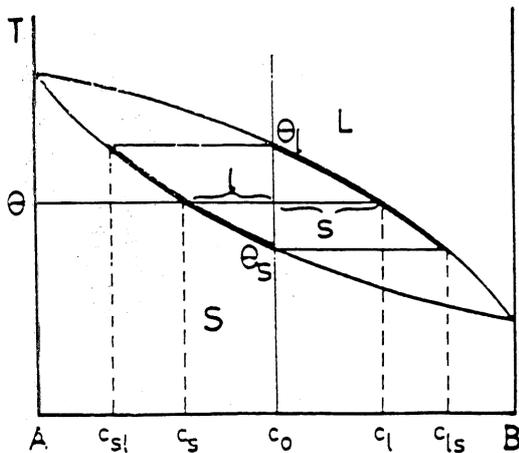
Quelles sont les transformations de phases qui apparaissent en ces points ? (Inspirez-vous des diagrammes de la figure 6.1)

Règles d'interprétation des diagrammes d'équilibre d'un alliage binaire

- a) Dans un domaine monophasé, l'alliage est constitué d'une seule phase homogène. Sa composition chimique est bien évidemment celle de l'alliage.
- b) Dans un domaine biphasé, l'alliage est dissocié en un mélange de deux phases. Deux règles sont alors d'application :

1. Règle de l'horizontale

Les compositions chimiques des deux phases sont données par les abscisses des intersections de l'horizontale correspondant à la température considérée avec les limites du domaine.



Sur la figure 6.2, on a pour un alliage de composition moyenne C_0 deux phases à la température θ :

- 1 phase solide S de concentration en B = c_S
- 1 phase liquide L de concentration en B = c_L

Figure 6.2 : alliage binaire.

2. Règle des segments inverses

Cette règle, basée sur un bilan de masse, permet de calculer les quantités relatives des phases dans un alliage biphasé.

Sur la figure 6.2., pour un alliage de composition moyenne C_0 à la température θ :

- quantité relative de phase S = $(C_L - C_0) / (C_L - C_S)$
- quantité relative de phase L = $(C_0 - C_S) / (C_L - C_S)$

Manipulation 6 : Structures et propriétés mécaniques des aciers

- c) Dans le cas d'une transformation à température constante T , il faut considérer les phases présentes aux températures $T + \epsilon$ et $T - \epsilon$.

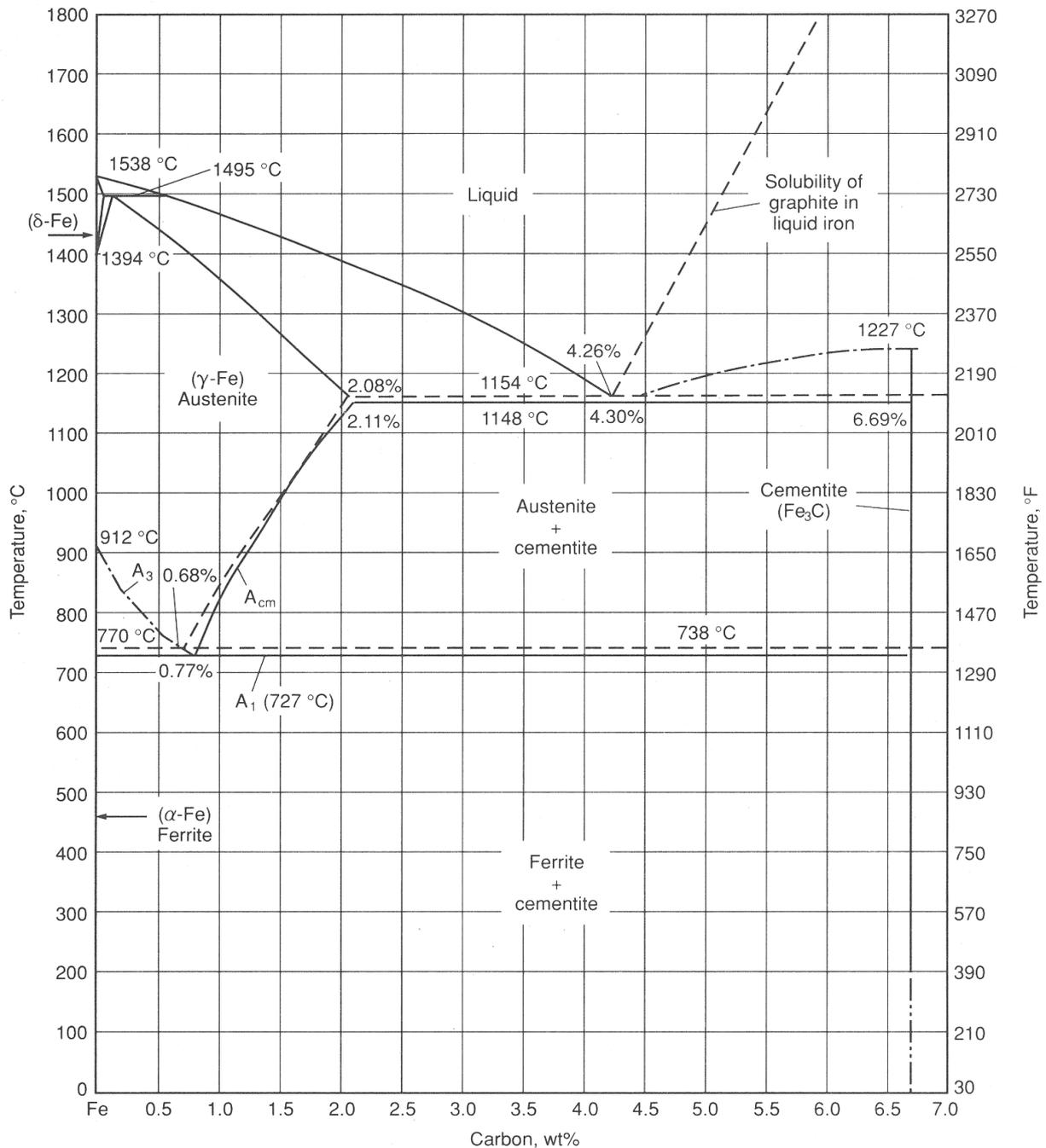


Figure 6.3. : diagramme Fe - C

Question 2 :

Soit un acier porté à 1000 °C pendant un temps suffisamment long que pour avoir sa structure d'équilibre.

Identifiez les phases à l'équilibre et donnez les proportions relatives ainsi que la concentration en C de chacune de ces phases pour un acier dont la teneur total en C est de 1% (en poids, wt% en anglais) et pour un acier dont la teneur est de 2 % (wt%).

3. La microstructure des aciers à l'équilibre

La microstructure d'un acier à l'équilibre dépend du taux de carbone initial

Aciers à très faible teneur en carbone

Un métal pur est une utopie, étant donné qu'il est impossible de réaliser un affinage absolu. Si l'on se réfère au diagramme Fe-C (figure 6.3), on observe qu'il existe un domaine de concentration en carbone où le métal est **entièrement ferritique** (structure cristallographique cubique centrée) à l'équilibre.

A 727°C, la solubilité maximale du carbone dans la phase α est de 0,021%. En revanche, selon l'équilibre, la solubilité du carbone dans la ferrite α est nulle à température ambiante. En pratique, on peut estimer que le carbone restera soluble dans la ferrite à température ambiante pour des teneurs inférieures à 0,005%. Pour des teneurs supérieures il y a précipitation de cémentite Fe_3C aux joints de grains de la ferrite (voir figure 6.4).

L'observation de la microstructure d'un échantillon métallique est rendue possible par une attaque chimique de l'échantillon préalablement soigneusement polie. La solution (acide ou basique) attaque préférentiellement les zones de l'échantillon subissant de fortes contraintes internes, comme par exemple les joints de grains, révélant ainsi la morphologie de ces derniers. La figure 6.4 montre l'aspect vu au microscope optique d'un échantillon poli et attaqué chimiquement afin de révéler la microstructure.

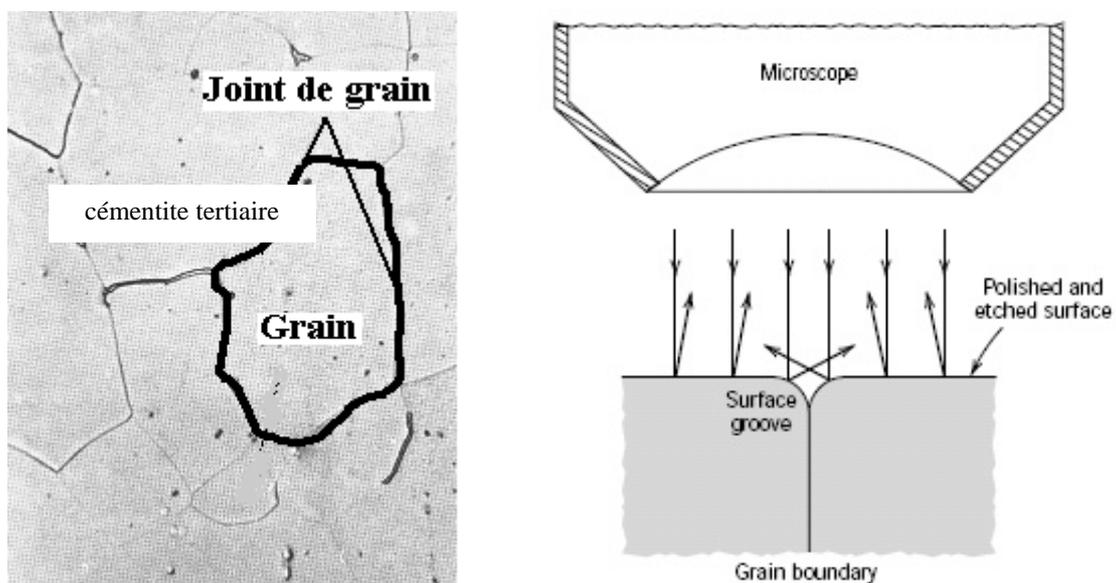


Figure 6.4. grains de Ferrite avec de la cémentite tertiaire observés au microscope optique

Aciers au carbone

Il s'agit en principe d'alliages fer-carbone dont la teneur en carbone est comprise entre 0,02% et 2,11% C. Cependant, en réalité, la teneur en carbone ne dépasse guère 1,5% en l'absence d'autres éléments d'alliage. De plus, un acier ordinaire contient toujours une certaine quantité d'autres éléments comme le manganèse, le silicium, le soufre, le phosphore, l'aluminium.

Ces éléments modifient le diagramme d'équilibre, mais dans un but de simplification, nous envisagerons uniquement le diagramme Fe-Fe₃C. Celui-ci pour la partie qui nous intéresse est représenté à la figure 6.5

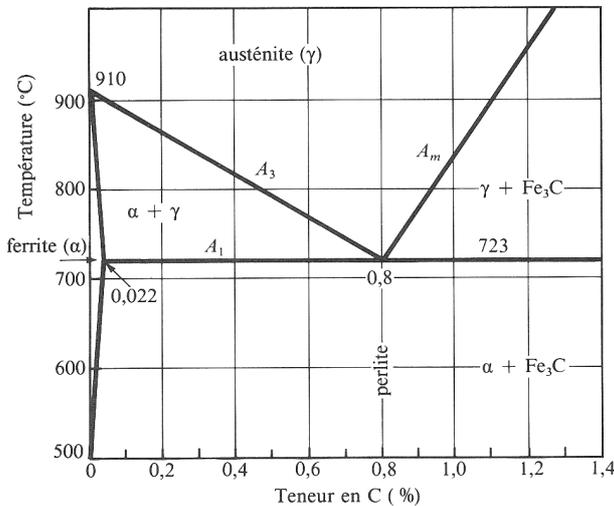


Figure 6.5. phases solide à l'équilibre des aciers.

Au-dessus de 910°C, la structure cristallographique du **fer pur est cubique à faces centrées (austénite γ)** ; au-dessous de cette température, **sa structure cristallographique est cubique centrée (ferrite α)**. Dans les alliages fer-carbone, la transformation allotropique (transformation de phase s'accompagnant d'un changement de structure cristallographique s'étend entre les températures A₃ et A₁ ou A_m et A₁. (voir figure 6.5)

Le changement de structure cristalline (γ-α) est à l'origine de la grande variété des microstructures observées dans les aciers et donc de la grande diversité de propriétés mécaniques qu'on leur attribue.

Transformations structurales de l'austénite au cours du refroidissement

La figure 6.5 présente le diagramme d'équilibre des alliages fer-carbone, uniquement dans le domaine solide, c'est-à-dire dans la zone qui nous intéresse en ce qui concerne les traitements thermiques des aciers. La particularité de ce système est due à deux facteurs différents : la transformation allotropique et la variation de solubilité du carbone.

La solubilité du carbone est différente dans chacune des deux phases : l'austénite peut dissoudre un maximum de 2,1% de carbone à 1130°C (Cf. fig. 6.3), alors que la ferrite ne peut en dissoudre que 0,02% à 723°C. Au refroidissement, cette différence de solubilité entraîne la précipitation d'une seconde phase dans la ferrite : **la cémentite Fe₃C** (ou carbure de Fer).

En général, on peut dire qu'au-dessus d'une certaine température, les alliages qui contiennent moins de 1,5% de C sont constitués d'une solution solide homogène, l'austénite, alors qu'à température ambiante, ils sont formés d'un agrégat hétérogène de ferrite et de cémentite.

a) La transformation eutectoïde $\gamma \rightarrow \alpha + \text{Fe}_3\text{C}$

Au cours de **la transformation eutectoïde**, une phase solide unique se transforme en deux nouvelles phases, de composition et de structure différentes de celles de la phase mère.

Exemple :

Apparition à 723°C de la ferrite α et de la cémentite Fe₃C à partir d'une austénite à 0,77% de carbone. L'agrégat de ferrite et de cémentite formé lors de la réaction eutectoïde est un constituant métallographique et porte le nom de **perlite**. Sa structure, de **type lamellaire**, est **caractéristique d'une transformation eutectoïde !**

La décomposition de l'austénite en perlite se fait par germination et croissance ; la formation d'une colonie de perlite débute par la germination, aux joints de grains auténitiques, d'une plaquette de cémentite. La croissance de ce cristal de cémentite appauvrit l'austénite voisine, ce qui facilite la germination de la ferrite sur la cémentite. Les deux phases croissent simultanément par diffusion du carbone au voisinage de l'interface de transformation.

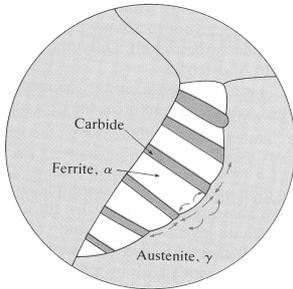


Figure 6.6.

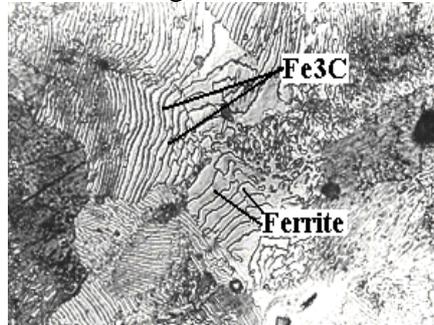


Figure 6.7

Les figures 6.6 et 6.7 présentent respectivement un schéma du mécanisme de croissance de la perlite dans l'austénite et l'aspect métallographique d'un acier à 0,77% de C 100% perlitique.

b) Transformations pro-eutectoïdes d'abord $\gamma \rightarrow \alpha$ puis $\gamma \rightarrow \text{Fe}_3\text{C} + \alpha$

Les aciers dont la teneur en carbone est inférieure à 0,77% sont dits **hypo-eutectoïdes**, la transformation eutectoïde proprement dite est précédée dans ce cas par la formation au sein de la matrice Fe γ d'une certaine quantité de phase ferritique α . Dans les aciers dont la teneur en carbone dépasse 0,77% de carbone, nommés aciers **hyper-eutectoïdes**, la formation de perlite est précédée par la cristallisation de cémentite proeutectoïde (ou cémentite secondaire), les cristaux de cémentite formant un liseré aux joints de grains de Fe γ . On peut calculer la proportion des constituants proeutectoïdes (ferrite ou cémentite) et eutectoïde (perlite) grâce à la règle des segments inverses. Les microstructures d'alliages Fe-C à diverses teneurs en C sont présentées aux figures 6.8 a –c.

En conclusion :

Le diagramme d'équilibre fer-cémentite (Fe_3C) nous indique qu'à température ambiante, les phases présentes à l'équilibre dans les aciers sont la **ferrite** (α) et la **cémentite** (Fe_3C).

Les phases se retrouvent soit isolément soit sous la forme d'un agrégat appelé **perlite** constitué de lamelles alternées de ferrite et de cémentite. Cet agrégat provient de la transformation eutectoïde de l'austénite (γ) suivante : $\gamma \rightarrow \alpha + \text{Fe}_3\text{C}$

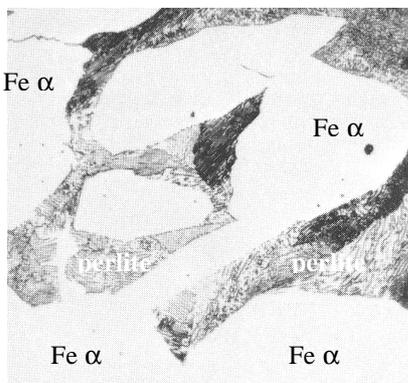


Figure 6.8 a.) 0,2 % C

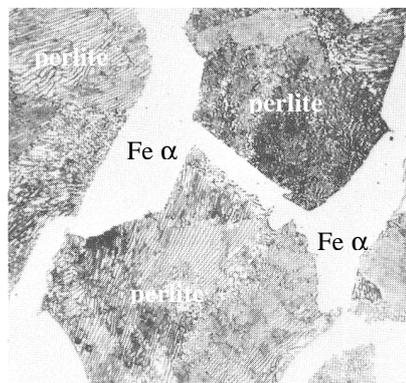


Figure 6.8 b.) 0,6 % C

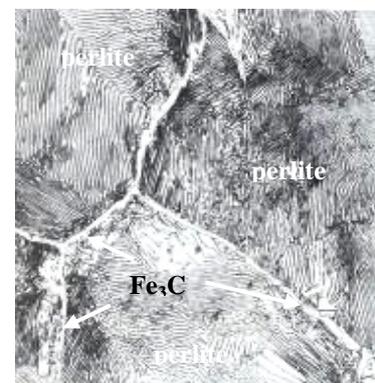


Figure 6.8 c.) 1 % C

Question 3 :

On dispose de cinq échantillons d'acier à l'équilibre dont les teneurs en C sont :

~ 0 % , 0,08 % , 0,70 % , 0,77 % et 0,90 %

-Pour chaque échantillon, représentez schématiquement la microstructure observée par microscope optique **en indiquant le nom** de chacune des phases présentes. (Un tableau est mis à votre disposition pour y consigner vos observations.)

-A partir de vos observations, déterminez la teneur en carbone de chaque échantillon.

-Mentionnez le type d'acier dont il s'agit pour chaque échantillon (voir document fourni en séance)

Lors d'un refroidissement lent de l'acier depuis la phase austénitique, on aura une évolution qui sera fonction de la composition en carbone.

L'évolution des propriétés mécaniques, telles la résistance à la traction (R_t ou R_m), la dureté Brinell (HB) et l'allongement (A) des aciers à l'équilibre est donnée à la figure 6.9.

On peut remarquer qu'à partir de 1,2%, l'acier ordinaire devient fragile.

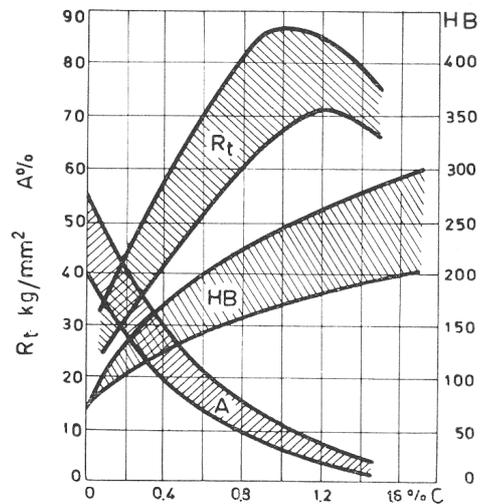


Figure 6.9 : évolution des propriétés mécaniques des aciers en fonction de la teneur en C

Question 4 :

On dispose de courbes de traction (feuilles distribuées en séance) réalisées sur des aciers dont les teneurs en carbone sont mentionnées sur les graphes ($d = 6 \text{ mm}$ et $L_0 = 40 \text{ mm}$).

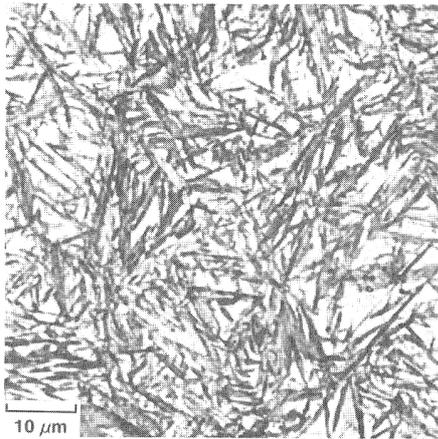
-Relevez sur les courbes de traction : la limite élastique à 0,2 % ($\epsilon=0.002$!) de déformation (en MPa), la résistance à la traction (en MPa) et l'allongement à la rupture (en %).

-A partir des teneurs en carbone, identifiez le type d'acier par rapport au point eutectoïde et évaluez le pourcentage de perlite.

-Commentez les propriétés mécaniques en tenant compte des microstructures (nature et pourcentage de phases) des aciers.

4. La structure des aciers obtenus par refroidissement rapide

Si à partir du domaine austénitique stable, on refroidit très rapidement l'acier la transformation de l'austénite par diffusion **ne pourra pas** se produire et une transformation d'un nouveau type apparaît : **la transformation martensitique**.



La transformation martensitique est une transformation non diffusive réalisée par déplacement coopératif d'un ensemble d'atomes groupés dans un plan cristallographique. Elle procède donc par glissement et maillage. La vitesse de croissance de la phase martensitique est très élevée, elle est de l'ordre de la vitesse des ondes élastiques de cisaillement dans l'acier (3.000 m/sec). La figure 6.10 présente la microstructure d'une martensite (généralement sous forme de fines aiguilles).

Figure 6.10. : micrographie de martensite.

La structure martensitique de l'acier est tétragonale centrée et de même composition que la phase mère austénitique. En effet le carbone reste « piégé » dans la structure cristallographique cubique centrée et distord la maille (figure 6.11.)

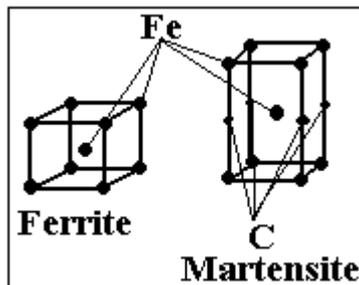
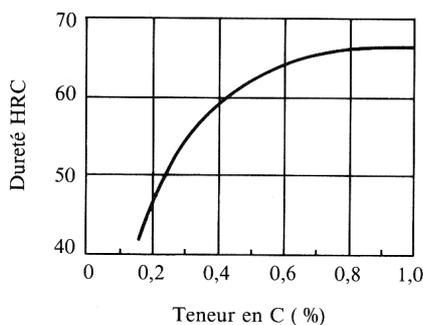
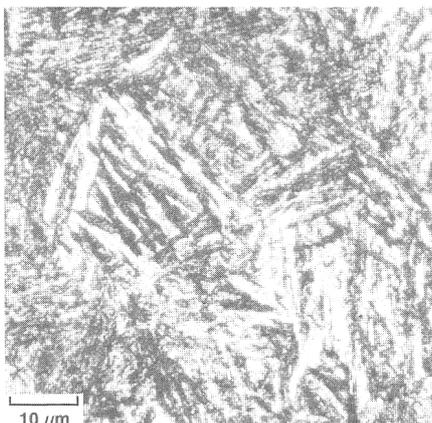


Figure 6.11 : Les mailles cubique centrée de la ferrite et tétragonale de la martensite



Dans les aciers au carbone, **la transformation martensitique** est accompagnée d'un changement de volume qui est à l'origine de contraintes internes très importantes. Ainsi, il y a une augmentation très forte de la dureté, d'autant plus importante que la teneur en carbone de l'acier est élevée. (voir figure. 6.12)

Figure 6.12 : évolution de la dureté en fonction de la teneur en C pour des aciers martensitiques.



Pour des vitesses de refroidissement intermédiaires, on distingue aussi **la transformation bainitique**. Elle présente à la fois un caractère diffusif et displacif (martensitique). La ferrite α apparaît le long des plans (111) du réseau cfc de l'austénite γ selon un processus martensitique. La phase ferritique α sursaturée en carbone le rejette à l'interface α - γ où il précipite sous forme de cémentite ou de phase ϵ ($Fe_2,2C$) finement dispersée. Ces derniers ne peuvent être résolus qu'au microscope électronique.

Figure 6.13 : bainite observée au microscope électronique.

La bainite (voir figure 6.13) est constituée de ferrite sursaturée en carbone et d'une fine dispersion de carbures de fer. Ses propriétés mécaniques sont intermédiaires entre celles de la perlite et celles de la martensite. Sa résistance mécanique est supérieure à celle de la perlite mais inférieure à celle de la martensite. En revanche, elle est beaucoup moins fragile que cette dernière.

Rappelons que dans le cas des aciers, la transformation bainitique de même que la transformation martensitique ne sont possibles qu'à partir de l'austénite, c'est-à-dire que toute partie transformée en bainite ne peut se transformer en martensite.

5. Etude de l'influence des traitements thermiques sur la structure et les propriétés mécaniques des aciers

Les traitements thermiques des aciers consistent à mettre en application les nombreux changements structuraux qui peuvent découler des transformations de phase ainsi que des phénomènes de recristallisation et de diffusion.

Les traitements thermiques peuvent être subdivisés en trois groupes :

- Recuit (voir manipulation 4, pour les traitements de recristallisation)
- Trempe
- Revenu

Si l'on réchauffe un acier dans le domaine de **l'austénite (γ)** et qu'on le refroidit lentement jusqu'à température ambiante, on obtient les microstructures d'équilibre étudiées dans le paragraphe 3 mais un refroidissement rapide permet d'obtenir d'autres microstructures, à l'état métastable : **la bainite** et **la martensite** (voir paragraphe 4). La diversité des traitements thermiques et des éléments d'alliages permettent de couvrir une très large gamme de propriétés mécaniques.

Pour l'étude de la transformation de l'austénite des aciers au cours du refroidissement, deux outils sont particulièrement utiles : les **diagrammes TTT** et les **diagrammes TRC**.

Les diagrammes TTT

Les courbes telles que celles qui figurent sur le diagramme de la figure 6.14 (pour un acier eutectoïde) sont obtenues de la façon suivante : l'alliage est d'abord austénitisé puis brusquement refroidi à la température de transformation choisie.

Ainsi, par exemple, on peut étudier la cinétique de la transformation et déterminer le temps nécessaire pour qu'à une température donnée, la transformation eutectoïde $\gamma \rightarrow \alpha + \text{Fe}_3\text{C}$ s'amorce et s'achève. De cette manière, on obtient des courbes de transformation isotherme ou courbes TTT (**temps, température, transformation**).

L'allure et la position des courbes TTT dépendent essentiellement de la composition chimique de l'acier.

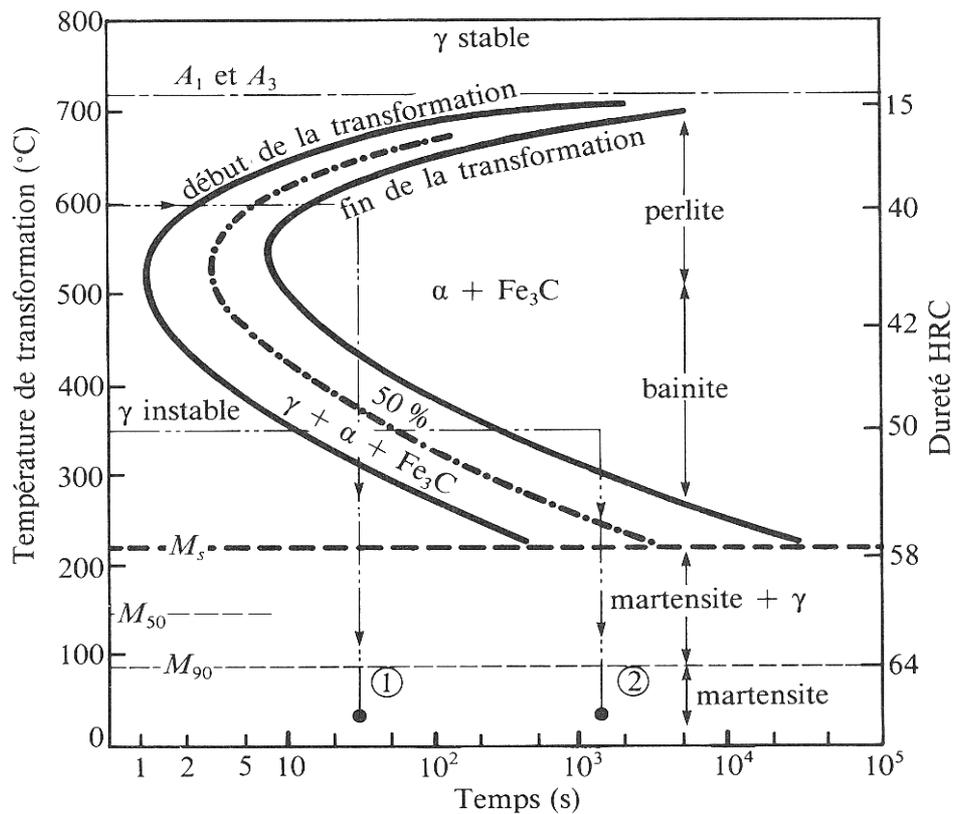


Figure 6.14 : Diagramme TTT

La figure 6.14 montre deux exemples de **traitement de trempe isotherme** :

- Au bout du traitement (1), le produit obtenu est une perlite fine lamellaire ;
- Au bout du traitement (2), le produit obtenu est de la bainite, c'est à dire un agrégat de ferrite et de carbures de fer .
- **Remarque : Chaque alliage possède son propre diagramme TTT !**

Question 5 :

Expliquez brièvement le principe d'un diagramme TTT.

A partir du diagrammes TTT de l'acier X1 fourni en séance, donnez les structures obtenues après austénitisation suivie de différentes trempes isothermes

Les diagrammes TRC

Du point de vue de la pratique industrielle, il est utile de déterminer les courbes de début et de fin de transformation de l'austénite pour toute une gammes de vitesses de refroidissement que l'on rencontre habituellement.

Ce sont les diagrammes de **transformation en refroidissement continu** – TRC – qui décrivent la transformation anisotherme de l'austénite.

Le diagramme TRC indique les proportions de l'austénite initiale transformée en chacun des produits et donc l'état structural final pour chaque courbe de refroidissement.

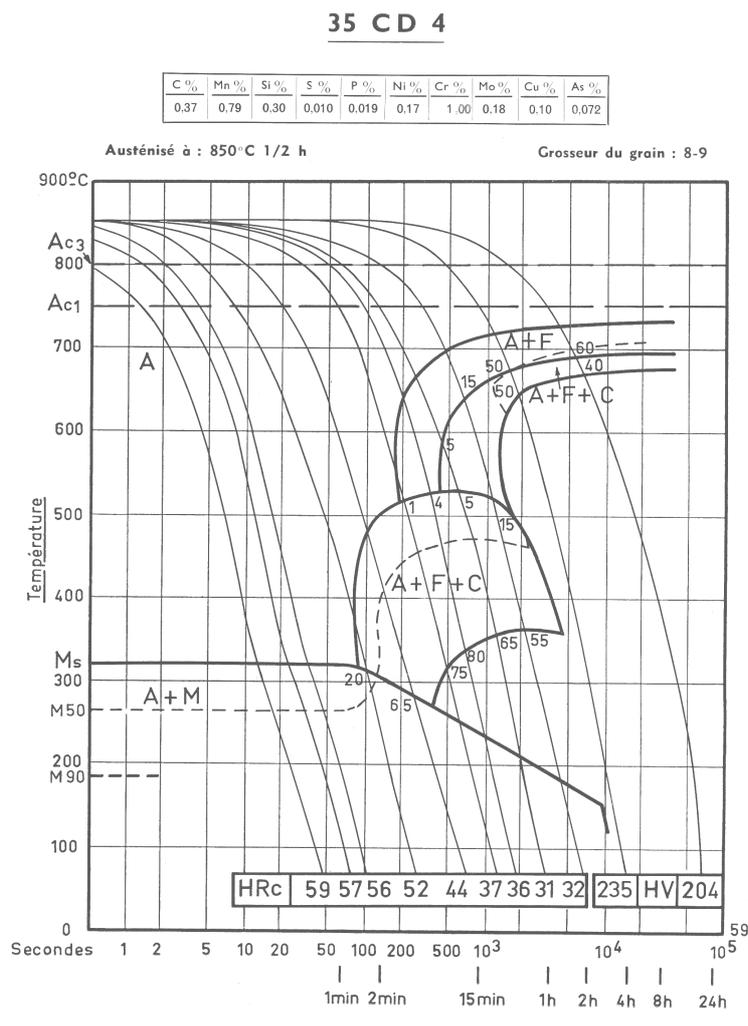


Figure 6.15 : diagramme TRC

Remarque : Chaque alliage possède son propre diagramme TRC !

Question 6 :

- Expliquez brièvement le principe d'un diagramme TRC.
- A partir du diagramme TRC de l'acier X2 fourni en séance, donnez les quantités relatives (en %) des structures obtenues à température ambiante après austénitisation suivie d'une trempe à l'air, à l'huile ou à l'eau.

Question 7 :

Analyse d'un cas de rupture dans un acier

Des documents relatifs aux conditions d'utilisation d'un dispositif en acier, ainsi que des résultats d'examen au voisinage et en dehors de la zone de rupture seront fournis en séance. Répondez aux questions qui vous seront communiquées.

Il indique également dans chaque cas, la dureté obtenue après retour à la température ambiante (voir Fig. 6.15).

Il existe des abaques donnant pour chaque milieu de trempe – air, huile, eau - les courbes de refroidissement d'une pièce cylindrique en fonction de son diamètre.

A partir de tels diagrammes établis pour différentes qualités d'acier, il est possible de choisir le type d'acier et les traitements pouvant être appliqués de façon à conduire aux caractéristiques désirées pour une pièce de dimension donnée.