

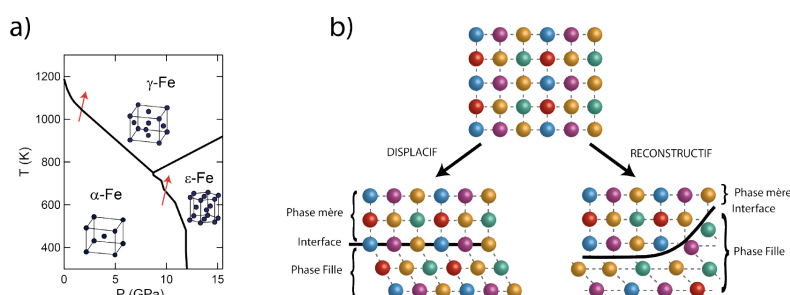
## Comment la tomographie révèle les mécanismes des transformations dans le fer

**Le fer est l'élément le plus abondant de la Terre, et compose l'essentiel de son noyau. C'est aussi le constituant majeur des aciers utilisés en métallurgie. Comprendre les différentes structures cristallines qu'il adopte, les mécanismes de transition de phase ainsi que les microstructures qui en résultent, est un enjeu important pour divers domaines comme l'ingénierie, la physique fondamentale mais aussi les sciences de la Terre. Des chercheurs de l'IMPMC, du CEA et du synchrotron Soleil ont suivi en direct les transformations du fer sous conditions extrêmes par imagerie synchrotron, mettant en lumière pour la première fois le mouvement des atomes lors d'un changement de phase.**

Le fer métal peut former trois phases solides différentes selon les conditions physiques auxquelles il est soumis (Figure 1a). Aux conditions de pression et température ambiantes, le fer adopte une structure cubique centrée ferromagnétique (bcc) nommée «  $\alpha$ -Fe ». Chauffé à pression ambiante, le fer perd son caractère ferromagnétique puis se transforme à 1188 K en une structure cubique à face centrée (fcc) appelée «  $\gamma$ -Fe ». Comprimé à haute pression, le fer adopte une structure hexagonale compacte (hcp) : «  $\epsilon$ -Fe ». Cette phase constitue probablement la graine, la partie solide du noyau terrestre et l'enveloppe la plus profonde et la plus mystérieuse de la Terre.

La transformation  $\gamma$ -Fe  $\rightarrow$   $\alpha$ -Fe est fondamentale en métallurgie, car c'est elle qui est responsable de la résistance des fameux aciers trempés. En effet, lors de la trempe, une microstructure particulière, nommée martensitique, résultant de cette transformation, est créée. Les transformations  $\alpha$ -Fe  $\rightarrow$   $\epsilon$ -Fe et  $\epsilon$ -Fe  $\rightarrow$   $\alpha$ -Fe présentent aussi un caractère martensitique. Les transformations martensitiques sont dites « displacives » ou « sans diffusion » (Figure 1b), c'est-à-dire que ce mécanisme de transformation de phase solide-solide se déroule via des déplacements collectifs d'atomes sur de petites distances, inférieures à la distance interatomique. À l'inverse, les transformations par diffusion, correspondant à un mécanisme dit « reconstructif » (Figure 1b), impliquent des déplacements aléatoires des atomes sur de grandes distances. Etudier et déterminer les mécanismes de transformation des matériaux (displacif ou reconstructif) permet de développer des stratégies d'élaboration des matériaux afin d'en contrôler les propriétés mécaniques comme la tenue à la rupture, la formabilité, et une durabilité accrue.

Jusqu'à aujourd'hui, les études sur les microstructures n'avaient été faites que sur des échantillons trempés, après expérience, sur des échantillons de fer ayant donc subi la transformation  $\alpha$ -Fe  $\rightarrow$   $\epsilon$ -Fe puis retransformé en  $\alpha$ -Fe avant de pouvoir être analysés, compliquant ainsi leurs interprétations.

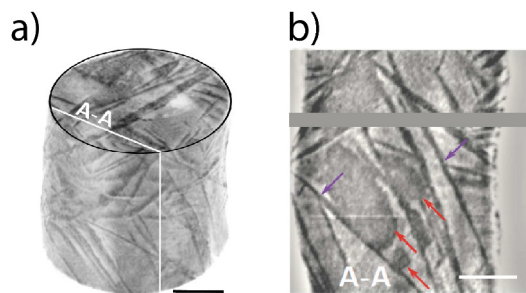


### Figure 1

a) Diagramme de phase de Fe. Les chemins P-T suivis lors des expériences sont indiqués par des flèches : pour la transition  $\alpha\text{-Fe} \rightarrow \gamma\text{-Fe}$  et la transition  $\alpha\text{-Fe} \rightarrow \epsilon\text{-Fe}$ .  
b) Schéma représentatif des deux types de mécanismes de transformation de phase : un mécanisme displacif, impliquant des déplacements coopératifs des atomes (représentés par des sphères de couleur) à des distances inférieures aux distances interatomiques. Ces déplacements conservent des relations d'orientation entre les phases mère et fille. Un mécanisme reconstructif impliquant la diffusion des atomes à plus ou moins longues distances. Dans nos expériences l'imagerie par tomographie X ultra rapide permet d'imager l'interface entre les phases mère et fille alors que la diffraction permet d'étudier les relations d'orientations entre ces deux phases.

Dans notre étude, nous avons développé une nouvelle approche expérimentale permettant de caractériser *in situ* (c'est-à-dire sous conditions thermobariques) et en 3D les microstructures induites par les transitions de phases  $\alpha\text{-Fe} \rightarrow \gamma\text{-Fe}$  et  $\alpha\text{-Fe} \rightarrow \epsilon\text{-Fe}$  à haute pression et haute température autour du point triple  $\alpha\text{-}\gamma\text{-}\epsilon$  (indiquées par des flèches sur la figure 1a). Nous avons combiné des analyses par micro-tomographie aux rayons X ultra-rapide avec des analyses par diffraction de rayons X (DRX), quasiment en simultané, à travers une presse Paris- Edimbourg sur des échantillons monocristallins de fer. Cette approche nous a permis d'identifier les phases cristallines, d'avoir des informations sur l'orientation des cristaux grâce à la DRX sur monocristal de fer, et de visualiser les interfaces entre la phase mère et la phase fille lors des transitions de phase par contraste d'absorption X grâce à la tomographie X.

Ainsi, nous mettons en évidence deux comportements bien distincts entre les deux transitions de phases étudiées ( $\alpha\text{-Fe} \rightarrow \gamma\text{-Fe}$  et  $\alpha\text{-Fe} \rightarrow \epsilon\text{-Fe}$ ) malgré des conditions de pression et température proches l'une de l'autre. La transition  $\alpha\text{-Fe} \rightarrow \gamma\text{-Fe}$  se fait de manière purement reconstructive comme le montre la cristallisation de  $\gamma\text{-Fe}$  sous la forme de gros cristaux de forme régulière et semblant suivre le gradient de température au sein de l'échantillon. Étonnamment, la transition  $\alpha\text{-Fe} \rightarrow \epsilon\text{-Fe}$  se fait, elle, en deux étapes impliquant chacune des mécanismes distincts qui affectent tous deux la microstructure finale (Figure 2) : une première étape à caractère exclusivement displacif suivie d'une deuxième étape reconstructive. En effet, la transition débute par la cristallisation de nombreux cristaux de  $\epsilon\text{-Fe}$  sous la forme de lamelles donnant lieu à une microstructure martensitique. L'analyse quantitative de la reconstruction tomographique confirme le caractère purement displacif de la formation de ces lamelles. La transition de phase se poursuit dans un deuxième temps par la croissance lente de gros cristaux arrondis compris entre les lamelles de  $\epsilon\text{-Fe}$ , indiquant cette fois-ci un mécanisme reconstructif.



### Figure 2

a) Reconstruction 3D de l'échantillon lors de transition de phase de  $\alpha\text{-Fe}$  (gris clair) en  $\epsilon\text{-Fe}$  (gris foncé).  
b) Coupe 2D (selon AA dans le volume 3D) montrant les deux étapes successives de la transformation de  $\alpha\text{-Fe}$  en  $\epsilon$  : tout d'abord la formation de lamelles de  $\epsilon\text{-Fe}$  (indiqués par des flèches violettes), puis la croissance de cristaux arrondis entre ces lamelles (pointés par des flèches rouges). Les barres d'échelle représentent 0.2 mm.

L'utilisation de la tomographie aux rayons X ultra-rapide et *in situ* couplée à la diffraction des rayons X permet donc une analyse quantitative des microstructures au cours d'un changement de phase et s'avère être une approche idéale et non destructive. Ici, elle nous a permis de suivre en direct l'évolution du mécanisme de la transition alpha-epsilon et de décrire deux étapes distinctes dans ce changement de phase. Cette approche pourra être appliquée dans le futur pour la synthèse de matériaux aux propriétés mécaniques ou thermiques exceptionnelles.

### Référence

"Following the phase transitions of iron in 3D with X-ray tomography and diffraction under extreme conditions"

E. Boulard, C. Denoual, A. Dewaele, A. King, Y. Le Godec & N. Guignot  
*Acta Materialia*; 192: 30-39 (2020)

<https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-02753267>

### Contact

eglantine.boulard(at)upmc.fr