



Université de Batna 2 – Mostefa Ben Boulaïd
Faculté de Technologie
Département de Mécanique



Thèse

Présentée pour l'obtention du titre de :
Docteur en Sciences en mécanique
Option : Science des matériaux

Sous le Thème :

**Contribution à l'étude des propriétés mécaniques
de l'alliage Fe-Cu**

Présentée par :

BAROURA Lazhar

Devant le jury composé de :

M. Salah MADANI	Prof.	Université de Batna 2	Président
M ^{me} Akila DERARDJA	Prof.	Université de Batna 2	Rapporteur
M. Aissa BELGACEM BOUZIDA	Prof.	Université de Batna 1	Co-Rapporteur
M. Toufik OUTTAS	Prof.	Université de Batna 2	Examineur
M. Mosbah ZIDANI	Prof.	Université de Biskra	Examineur
M. Chamseddine DERFOUF	M.C.A	Université de Biskra	Examineur

Remerciements

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à mon encadreur, **Akila DERARDJA** professeur à l'université de Batna 2 « Mostefa Ben Boulaïd », pour la confiance qu'elle m'a témoignée, les conseils, les orientations et sa constante disponibilité pour l'achèvement de ce modeste travail.

Je remercie spécialement le professeur **Aissa BELGACEM BOUZIDA** de l'université de Batna 1 « Hadj Lakhdar » d'avoir accepté d'être Co-encadreur de thèse, pour ses précieux conseils qui m'ont permis de concrétiser ce travail.

Je remercie cordialement le président du jury le professeur **Salah MADANI** de l'université de Batna 2 « Mostefa Ben Boulaïd », d'avoir accepté d'évaluer et enrichir ce travail.

Je voudrais également remercier très sincèrement les membres, le Pr. **Toufik OUTTAS** de l'université de Batna 2 « Mostefa Ben Boulaïd », le Pr. **Mosbah ZIDANI** et le Dr. **Chamseddine DERFOUF** de l'université de Biskra « Mohamed Khider », pour l'honneur qu'ils me font en participant à ce jury et en acceptant la charge d'être examinateurs.

Je tiens tout d'abord à remercier monsieur **Kamel FEDAOUI**, docteur à l'université de Constantine 1 « Frères Mentouri », pour ses encouragements et son aide qui m'a permis de finir ce travail.

J'adresse aussi mes sincères remerciements à Mr. **Abdelyamine BOUKHOBZA** du centre universitaire d'El-Bayadh, pour son aide sur la partie expérimentale (la synthèse des échantillons).

Je souhaite remercier aussi :

Mr. **Zakaria BOUMERZOUG** - professeur à l'université de Biskra,

Mr. **Rafik MAKHLOUFI**, Docteur à l'université 2 de Batna « Mostefa Ben Boulaïd ».

Mr. **Lahcen MEBARKI**, responsable d'atelier « traitement des métaux à ERIS» Seriana

- Batna-.

J'adresse aussi mes remerciements à mes amis. Ainsi que mes remerciements les plus vifs à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour la réalisation de ce projet.

J'adresse mes remerciements à Mr. **Brahim GUESMI** le responsable de laboratoire DRX et MEB à l'université de Biskra « Mohamed Khider », Mr le directeur **Rachid LARABA** du C.R.A.P.C. – MESRS – Bou-Ismaïl (w) TIPAZA et l'ingénieur de laboratoire de Génie matériaux et structure de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines et de la Métallurgie -Annaba- pour leurs aides et leurs conseils.

Enfin, j'adresse mes plus sincères remerciements à tous mes proches et amis, qui m'ont toujours soutenu et encouragé au cours de la réalisation de cette thèse.

Merci à tous et à toutes

Introduction générale.....	08
Chapitre I Synthèse bibliographique	10
I. 1 Introduction.....	11
I. 2 Aperçu sur quelques travaux.....	11
I. 2. 1 Diagramme de phase et solubilité.....	15
I. 2. 2 Les formes allotropiques du fer.....	16
I. 2. 3 Les caractéristiques du ferα.....	17
I. 2. 4 Les caractéristiques du cuivre.....	18
Chapitre II La technique de synthèse par frittage	21
II. 1 Introduction.....	22
II. 2 Métallurgie des poudres.....	23
II. 2. 1 Élaboration des poudres.....	23
II. 2. 2 Analyse du mélange.....	25
II. 3 Morphologie de particules.....	26
II. 3. 1 Taille des particules.....	26
II. 3. 2 Densité.....	27
II. 3. 3 Surface spécifique.....	27
II. 3. 4 Coulabilité.....	27
II. 4 Compression des poudres.....	27
II. 5 Frittage.....	29
II. 6 Mise en forme en métallurgie des poudres.....	30
II. 6. 1 Moulage par injection de métaux (Metal Injection Moulding« MIM »).....	30
II. 6. 1. 1 Principe du procédé.....	30
II. 6. 1. 2 Domaine d'application.....	31
II. 6. 2 Compression – laminage.....	32
II. 6. 3 Frittage pour le prototypage rapide.....	33
II. 6. 4 Compression Isostatique à Chaud (CIC).....	33

II. 6. 5 Compression Isostatique à Froid (CIF).....	34
II. 6. 6 Pressage isostatique dans un moule en élastomère (RubberIsostatic Pressing « RIP »)	34
II. 6. 7 Compression à froid.....	35
II. 7 Caractérisation mécaniques des poudres.....	35
Chapitre III Elaboration et caractérisation de Fe-Cu	37
III. 1 Introduction.....	38
III. 2 Métallurgie du système Fe-Cu.....	38
III. 2. 1 Diagramme d'équilibre binaire fer-cuivre.....	38
III. 2. 2 Obtention des poudres par procédés chimiques.....	39
III. 2. 3 Broyage à boulets à faible énergie.....	40
III. 2. 4 Collage.....	42
III. 2. 4. 1 Technique de compactage.....	42
III. 2. 4. 2 presses de compression uniaxiale.....	43
III. 3 Elaboration du composé Fe-Cu par frittage en phase liquide	44
III. 4 Four de frittage.....	44
III. 5 Mesure de la densité.....	46
III. 6 Calcul de rétrécissement.....	47
III. 7 Traitements thermiques.....	48
III. 8 Caractérisation microscopique.....	49
III. 8. 1 Préparation des échantillons	49
III. 8. 1. 1 Polissage	49
III. 8. 1. 2 Attaques chimiques.....	50
III. 8. 2 Analyse microscopique.....	50
III. 8. 2. 1 La microscopie optique.....	51
III. 8. 2. 2 Microscopie électronique à balayage (MEB).....	51
III. 8. 2. 3 Spectrométrie des rayons X en sélection d'énergie (EDX).....	52
III. 9 Essais de dureté HRC.....	52

Chapitre IV Résultats et discussion	54
IV. 1 Introduction.....	55
IV. 2 Caractérisation microstructurale.....	55
IV. 2. 1 Etude micrographique des différentes structures en fonction de la teneur en cuivre	57
IV. 2. 2 Effet de la pression de compactage.....	60
IV. 2. 3 Densification.....	63
IV. 3 Analyse MEB / EDX	66
IV. 4 Cartographie	68
IV. 5 Mesure de dureté (HRc).....	70
Conclusion	72
Références Bibliographiques	75

Figure I. 1 : La partie riche en fer du diagramme de phase binaire Fe-Cu représentant de solubilité [27].....	13
Figure I. 2 : Diagramme de phase binaire Fe-Cu [45]	16
Figure I. 3 : Transformation allotropique du fer	16
Figure I. 4 : Structure cristallographique cubique simple de la ferrite.....	17
Figure I. 5 : Image MEB du Fer en poudre [46].....	17
Figure I. 6 : Représentation schématique de la taille élémentaire de cuivre.....	19
Figure I. 7 : Image MEB de cuivre en poudre [48].....	20
Figure II. 1 : Les différents processus de la métallurgie des poudres.....	23
Figure II. 2 : Principe de l'atomisation par jet d'eau (à gauche) et par jet de gaz (à droite) [55].....	24
Figure II. 3 : Des exemples de diverse formes et tailles de grains de poudre métallique [55]. (a) alliage de fer atomisé avec de l'argon, sphérique avec de fines particules agglomérées.....	26
(b) alliage de fer atomisé par centrifugeuse.....	26
(c) acier inoxydable atomisé par eau, arrondi et irrégulier	26
(d) verre métallique à base de fer, ruban écrasé, plats angulaire.....	26
Figure II. 4 : Schéma du cycle de compaction pour une seule pièce [56].....	28
Figure II. 5 : Illustration des opérations séquentielles dans un four de frittage [56]....	30
Figure II. 6 : Principe du moulage par injection (MIM).....	31
Figure II. 7 : Principe de la compression par laminage.....	32
Figure II. 8 : Réalisation rapide de prototypes.....	33
Figure II. 9 : Principe de la Compression Isostatique à Chaud (CIC) [61].....	33
Figure II. 10 : composants réalisés par compactage à froid et frittage.....	34
Figure II. 11 : Principe du procédé RIP.....	34
Figure II. 12 : Différentes pièces issues de l'industrie de la MP [61].....	35
Figure III. 1 : Diagramme d'équilibre Fe-Cu [63].....	38
Figure III. 2 : Réduction du Fer et Cuivre.....	40
Figure III. 3 : Système de broyage sec à bille.....	41
Figure III. 4 : Colle (caoutchouc + essence).....	42

Figure III. 5 : Cycle de compaction.....	42
Figure III. 6 : Presse hydraulique	43
Figure III. 7 : Dispositif de pressage.....	44
Figure III. 8 : Four à hydrogène.....	45
Figure III. 9 : Schéma de processus d'élaboration du Fe-Cu.....	45
Figure III. 10 : Dimensions d'échantillon.....	46
Figure III. 11 : Balance électrique de 0.00001.....	46
Figure III. 12 : Densimètre digital type Voyager Pro Modèle : VP6102C.....	47
Figure III. 13 : Polisseuse manuel.....	49
Figure III. 14 : Polisseuse automatique.....	50
Figure III. 15 : Microscopie optique (olympvs-bxsam).....	51
Figure III. 16 : MEB-EDX Quanta 250.....	52
Figure III. 17 : Duromètre digital AFFRI.....	53
Figure IV. 1 : Les différentes zones de la structure microscopique du Fe-Cu.....	56
Figure IV. 2 : Observation par microscope optique de différente structure du Fe _{100-x} -Cu _x	59 58
Figure IV. 3 : Observation par MEB de différente structure du Fe _{100-x} -Cu _x	60
Figure IV. 4 : Observation par microscope optique de différente structure du Fe-Cu en fonction de pression de compactage	62
Figure IV. 5 : Les images MEB du système Fe _{100-x} - Cu _x (x=0.55) a/ image avant traitement.....	63 63
b/ image après traitement.....	63
Figure IV. 6 : Micrographie de particules de cuivre à l'intérieur du pore de Fe-Cu....	64
Figure IV. 7 : La taille de grain du Fe _{100-x} -Cu _x (x=0.55).....	65
Figure IV. 8 : Les Spectres EDX pour les différents alliages Fe _{100-x} -Cu _x [66].....	67
Figure IV. 9 : La cartographie de la structure du Fe _{100-x} -Cu _x (x=0.55).....	68
Figure IV. 10 : Cartographie X de la distribution de Cu dans Fe _{100-x} -Cu _x A: Avant traitement	69
B: Après traitement.....	70
Figure IV. 11 : Evolution de dureté en fonction de teneur de cuivre.....	71

Tableau I. 1 : Caractéristiques du fer [45].....	15
Tableau I. 2 : Caractéristiques du cuivre [45].....	18
Tableau I. 3 : Nuances du cuivre en fonction de sa pureté [47].....	18
Tableau III. 1 : Caractéristiques des poudres utilisées.....	39
Tableau III. 2 : Composition chimique en % du système Fe-Cu.....	44
Tableau III. 3 : Les caractéristiques des échantillons après pressage.....	47
Tableau III. 4 : Les caractéristiques des échantillons après frittage.....	48
Tableau III. 5 : Les coefficients de rétrécissement de dimensions des échantillons après frittage.....	48
Tableau IV. 1 : La densité et le coefficient de rétrécissement du $Fe_{100-x}-Cu_x$	64
Tableau IV. 2 : Composition chimique des différents alliages $Fe_{100-x}-Cu_x$	68

Introduction générale

Introduction générale

Depuis plusieurs décennies, la dynamique d'innovation se nourrit de l'introduction de nouveaux matériaux. La diversité de leurs propriétés tient essentiellement à l'évolution de leurs techniques d'élaboration ainsi qu'à leurs constituants. Ainsi, les progrès récents de synthèse des alliages, telle que la métallurgie des poudres, illustrent la remarquable variété de ces matériaux et les applications qu'ils permettent de développer.

Sur le plan industriel, les alliages à base de fer sont d'utilisation courante puisqu'on les retrouve, sous une forme ou sous une autre, dans pratiquement tous les domaines. Les alliages à base de fer constituent environ 90 % de la production mondiale des matériaux métalliques [1]. L'importance technologique de ces alliages repose sur leurs types et leurs caractéristiques. On distingue les alliages miscibles et les non miscibles. Ces derniers offrent une grande variété de propriétés et d'applications qui a largement accru l'intérêt pour ces matériaux. Parmi les différents alliages possibles, le composé métastable Fe-Cu fait l'objet d'une vive attention du fait de son faible cout, comparativement aux autres alliages. Des études menées montrent que l'addition du cuivre en petites proportions améliore généralement la résistance de l'acier à l'oxydation par l'air [2]. Cependant, cet ajout peut conduire à la formation d'une solution solide hors équilibre entre éléments immiscibles par déformation. La maîtrise des phénomènes qui en découlent nécessite un équipement assez lourd et un savoir-faire lequel est quasiment inexistant en Algérie.

Dans le présent travail, nous avons examiné la solubilité du cuivre dans le fer et relevé l'effet de la porosité sur la dureté de l'alliage Fe-Cu métastable. Nous avons élaboré celui-ci avec des teneurs qui varient en pourcentage massique entre 0,25 % et 1 %. Ce choix est basé sur le fait que cet alliage n'est pas suffisamment traité en littérature. Les phénomènes derrière les caractéristiques de la zone métastable du diagramme de phases ne sont pas bien expliqués.

L'alliage se présente sous forme de poudres fines, son élaboration en matériau massif passe par un frittage [3, 4]. Le frittage représente la principale difficulté dans le processus d'élaboration du matériau massif à partir de l'alliage Fe-Cu. Néanmoins, cette technique présente l'avantage d'être économique en énergie, d'avoir un faible retrait au refroidissement. Elle permet, également, d'allier une forte cadence de production à un minimum de reprise d'usinage.

Nous avons choisi cette technique pour élaborer l'alliage bimétallique Fe - Cu. L'alliage obtenu a été caractérisé au MEB et à l'EDX (Microscopie Electronique a Balayage associée a la micro analyse par Energie Dispersive de rayons X).

Les résultats montrent que la teneur en cuivre influence la caractéristique de dureté. Les précipités de cuivre qui se forment dans la matrice de fer contribuent au durcissement structural. Les échantillons produits après frittage présentent un rétrécissement de l'ordre 23 % pour lequel la teneur en cuivre ne joue pas un rôle significatif.

Le manuscrit de thèse est structuré en quatre parties :

- Le premier chapitre comporte quelques travaux reliés au système bimétallique Fe-Cu ainsi que les caractéristiques des éléments de base constituants celui-ci en s'appuyant sur des illustrations issues de la littérature
- Le second chapitre rappelle, d'une manière générale, la métallurgie des poudres et les conditions expérimentales d'élaboration de l'alliage.
- Le troisième chapitre détaille le protocole expérimental suivi pour la synthèse d'alliages binaires $Fe_{100-x}-Cu_x$, ainsi que les caractéristiques des échantillons produits.
- Le quatrième chapitre regroupe les résultats expérimentaux obtenus pour les systèmes Fe-Cu. Une discussion des résultats est présentée dans ce chapitre.

Chapitre I :
Recherche bibliographique

I. 1 Introduction

La science des matériaux repose sur la relation qui existe entre leur morphologie structurale et leurs propriétés générales. La structure d'un matériau correspond à la façon dont s'agencent ses éléments constitutifs. Les matériaux évoluent constamment pour répondre aux exigences de nombreuses applications industrielles [5 - 8]. Cette évolution a pour conséquence l'apparition de nouveaux phénomènes à l'échelle microscopique reliée aux nouvelles propriétés recherchées. Cependant, la maîtrise de ces phénomènes tels que l'arrangement atomique, la diffusion, la recristallisation et l'apparition de nouvelles phases ainsi que la compréhension des mécanismes qui en sont à l'origine sont dépendantes des procédés de mise en œuvre, de la composition chimique du matériau et des techniques de caractérisations.

Actuellement, la synthèse d'alliage métallique se fait principalement soit par coulée ou par métallurgie des poudres. Cette dernière offre la possibilité de mieux contrôler la microstructure, de réduire le coût de production et de produire des pièces de dimensions précises avec des propriétés spécifiques.

Parmi les systèmes binaires à base de fer obtenus par la technique de la métallurgie des poudres, les alliages binaires fer-cuivre ont été énormément étudiés au cours des 50 dernières années car le cuivre est un excellent candidat pour le durcissement structural de nombreux alliages industriels [9 - 12].

Les chercheurs se sont intéressés au système fer-cuivre pour deux raisons principales :

- Premièrement, le cuivre ne se mélange pas à la ferrite, et les précipités qu'il forme pourraient avoir un effet de durcissement structural et une résistance accrue à la recristallisation des matériaux.
- Deuxièmement, on a constaté que le cuivre influe sur la structure et les propriétés mécaniques notamment la fragilité de certains matériaux comme ceux destinés à la production de cuves des réacteurs nucléaires [13, 14].

Ce chapitre est consacré à une synthèse bibliographique ciblée des travaux les plus significatifs concernant le système fer-cuivre.

I. 2 Aperçu sur quelques travaux

Plusieurs chercheurs se sont attelés à étudier le système binaire Fe-Cu du point de vue caractéristiques physiques. Ils montrent que le cuivre est immiscible dans le fer [15 -

19]. Ces travaux concernant la miscibilité du cuivre dans la ferrite montrent une faible miscibilité à basse température lors de traitements de revenus. En effet, ceci est dû à la présence de précipités qui peuvent avoir un effet de durcissement structural et augmenter la résistance à la recristallisation du matériau; propriété très recherchée, par exemple, dans l'industrie automobile [20].

Les alliages Fe-Cu ont été généreusement traités en littérature, les diagrammes de phases correspondants sont étudiés par panoplie de travaux [21 - 26]. Cependant, les alliages Fe-Cu à faible teneur de cuivre qui représentent l'état métastable dans le diagramme de phase restent inexplorés.

Il a été démontré que les alliages Fe-Cu, riche en fer présentent une faible miscibilité du cuivre dans la matrice de fer. La solubilité est au-dessus de 690 °C et elle diminue nettement pour les basses températures. Au-dessous de la température de Curie (790 °C), l'état ferromagnétique de la ferrite affecte clairement la solubilité dans le domaine paramagnétique [27]. Les techniques d'élaboration classiques de cet alliage confirment que les précipités obtenus ont un effet sur le durcissement structural et sur la résistance au phénomène de recristallisation souvent observé lors des traitements thermiques.

La précipitation du cuivre dans la ferrite est responsable de la formation des phases cubiques centrées (CC) cohérentes avec la structure du fer (α). Une fois enrichi en cuivre, ce dernier s'accumule sous forme de sphéroïdes pendant l'étape de pré-précipitation [28]. Par ailleurs, le cuivre présent dans les aciers utilisés pour les cuves des réacteurs nucléaires joue un rôle prépondérant dans les mécanismes de fragilisation sous irradiation. Fonctionnant à des températures proches de 300 °C, les cuves sont exposées à de faibles flux de neutrons qui créent des défauts ponctuels au sein des matériaux. Ces défauts participent au transport d'espèces comme le cuivre favorisant ainsi les phénomènes de ségrégation et de précipitation ; ce qui fragilise progressivement ces matériaux et change leurs structures [29, 30]. Perrard F. a étudié, pour sa part, l'effet de la précipitation du cuivre dans les aciers à basse teneur de carbone, il montre la faible miscibilité du cuivre, dont la solubilité maximale est de 2,1 % pds ou 1,8 % at., au palier eutectoïde (857 °C) [31]. On peut produire des alliages binaires sous des différentes formes allotropiques grâce à la diversité des traitements thermiques et des éléments d'addition qui influent sur les caractéristiques mécaniques notamment la limite élastique et plastique.

Le diagramme de phase fer-cuivre du côté riche en fer (fig. I. 1) montre que le cuivre est faiblement miscible, avec une tolérabilité maximale de 2,1 % en poids à une température de 857 °C au palier eutectoïde.

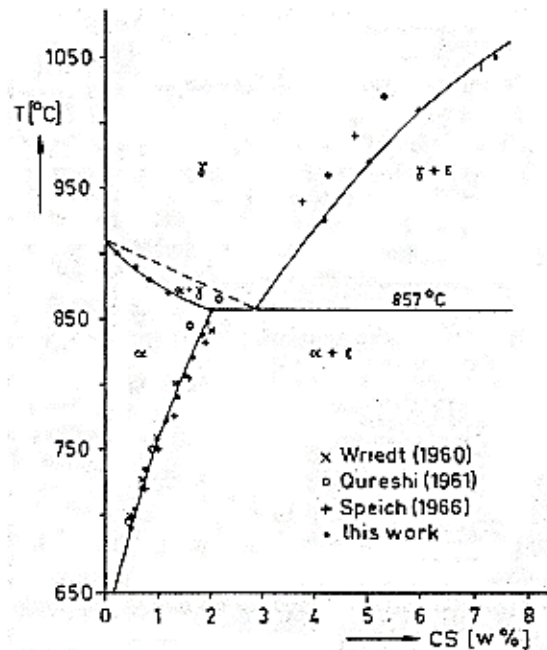


Figure I. 1 : La partie riche en fer du diagramme de phase binaire Fe-Cu représentant les mesures de solubilité [27]

Plusieurs mesures expérimentales regroupées par Salje et Feller-Knebemech montrent que la solubilité est faible pour une température inférieure à 690 °C. l'état ferromagnétique de la ferrite affecte clairement la solubilité sous la température de Curie ($T = 759$ °C) dans le domaine paramagnétique. En dessous du point de Curie, les propriétés magnétiques de la ferrite ralentissent la diffusion du cuivre dans la ferrite [27]. La précipitation du cuivre dans la ferrite est responsable de la formation des phases cubiques centrées cohérentes avec la structure du fer α , laquelle est riche en cuivre et s'accumule sous une forme sphérique pendant l'étape de pré-précipitation. Cette précipitation est responsable du durcissement structural du matériau [28]. La cinétique de précipitation du cuivre conduit à une transition qui s'effectue grâce au passage par une phase intermédiaire appelée 9R. La structure de cette phase est voisine de la structure (CFC) obtenue en fin de la transformation [30].

La cinétique de précipitation demande une énergie d'interface cuivre/ferrite nécessaire à la germination et à la précipitation du cuivre. Cette énergie est de l'ordre de 270 mJ.m^{-2} [30]. Mathon et Perrard utilisent des énergies d'interface relativement plus élevées, respectivement 380 mJ.m^{-2} et 400 mJ.m^{-2} pour examiner la précipitation du

cuivre dans la ferrite [29, 31]. Ils étudient par comparaison entre la dynamique d'amas et la cinétique de Monté Carlo l'influence de l'énergie libre dans les systèmes binaires fer-cuivre, aluminium-zirconium et aluminium-scandium. Ils trouvent que l'énergie libre est quasi constante pour les systèmes étudiés.

Ludovic montre que le système fer-cuivre forme, lors de revenus à basse température, des précipités qui peuvent avoir un effet de durcissement structural et augmenter la résistance à la recristallisation du matériau [20].

A l'état métastable, le peu de travaux disponibles dans la littérature montrent que, pour des alliages Fe-Cu, dont la teneur en cuivre varie de 0,7 % à 1,5 %, recuits à des températures de 500 °C ou 550 °C, les précipités formés sont des amas dilués en cuivre. Ces amas évoluent ensuite vers des précipités quasiment pur en cuivre [32].

Par ailleurs, l'addition du cuivre dans le fer tend à stabiliser la structure CFC et à abaisser la température de fusion, limitant la gamme de stabilité du fer δ . En dessous de la température eutectoïde (850 °C), le fer forme de grands précipités cohérents avec la matrice CFC du cuivre [33].

Dans l'alliage Fe-Cu, la précipitation du cuivre passe par une série de phases métastables qui précèdent la phase d'équilibre Cu (CFC). Cependant, des mesures d'écrouissage montrent que les précipités restent cisailables tout au long du traitement de précipitation [34].

Les alliages Fe-Cu ont été examinés sous un autre aspect, celui du vieillissement. Il a été montré que pour l'alliage Fe- 0,8 % Cu à 500 °C, quelques propriétés mécaniques de l'alliage varient en fonction du temps de vieillissement [35].

Des recherches sur les propriétés de frittage concernant l'alliage Fe-Cu, préparé à partir de la métallurgie des poudres, ont été menées pour étudier l'effet de la teneur en cuivre sur la microstructure de fer compact fritté [36, 37]. Aussi, le comportement des matériaux Fe-Cu frittés aux températures supérieures au point de fusion du cuivre lors du frittage a été étudié récemment [38 - 40]. Il a été montré que le cuivre liquide pénètre dans les limites inter-particulaires du fer si ce dernier est l'élément dominant [39].

De nombreuses procédures de frittage montrent qu'en utilisant la technique de l'induction à moyenne fréquence et en rajoutant une faible quantité de poudre de cuivre au système binaire Fe-Cu, les propriétés mécaniques changent. Ceci est attribué à la facilité relative de dissolution et de diffusion dans la matrice de fer lors du frittage [41- 43].

Comme le fer et le cuivre sont non miscibles, il paraît que la technique la plus adaptée pour leur élaboration serait la métallurgie des poudres. Barthem et al. affirment que les alliages Fe-Cu riches en Fe cristallisent dans la phase CC pour le fer et la phase CFC pour le cuivre [44].

Dans notre cas, nous avons utilisé la technique des poudres pour élaborer par frittage l'alliage binaire Fe-Cu. Le rapport de retrait, la dureté et la densité des échantillons sont déterminés. Aussi, ceux-ci sont analysés par observation microscopique (microscope optique et MEB) dans l'objectif de regarder l'effet combiné de la quantité de cuivre, de la porosité, de la taille des particules et du traitement thermique sur les caractéristiques du système Fe-Cu.

I. 2. 1 Diagramme de phase et solubilité

Le diagramme de phases Fe-Cu présenté sur la figure I. 1 met en évidence le caractère gammagène¹ du cuivre, et aussi le fait qu'il n'existe pas de liaison intermétallique entre le fer et le cuivre. A 850 °C, on observe la décomposition de l'austénite en ferrite et en une phase ϵ riche en cuivre de structure cubique à faces centrées [31].

Le diagramme de phases permet de prédire, pour un mélange donné, la constitution des phases en présence, en équilibre les unes avec les autres. Deux facteurs physiques ont une influence sur la nature et la composition des phases présentes : la température qui joue un rôle particulièrement important lors de l'élaboration et dans les modifications des propriétés mécaniques de ces alliages et la teneur en éléments d'addition.

La solubilité maximale du cuivre dans la ferrite est de 2.1 % pds et elle se situe entre 690 °C et le palier eutectoïde. Salje et al. mesurent la solubilité dans la zone métastable riche en fer, ils trouvent que cette solubilité du cuivre dépend de l'état magnétique de la ferrite [27].

1 : Certains éléments augmentent la partie de stabilité de l'austénite (manganèse, nickel, azote, cuivre, zinc).

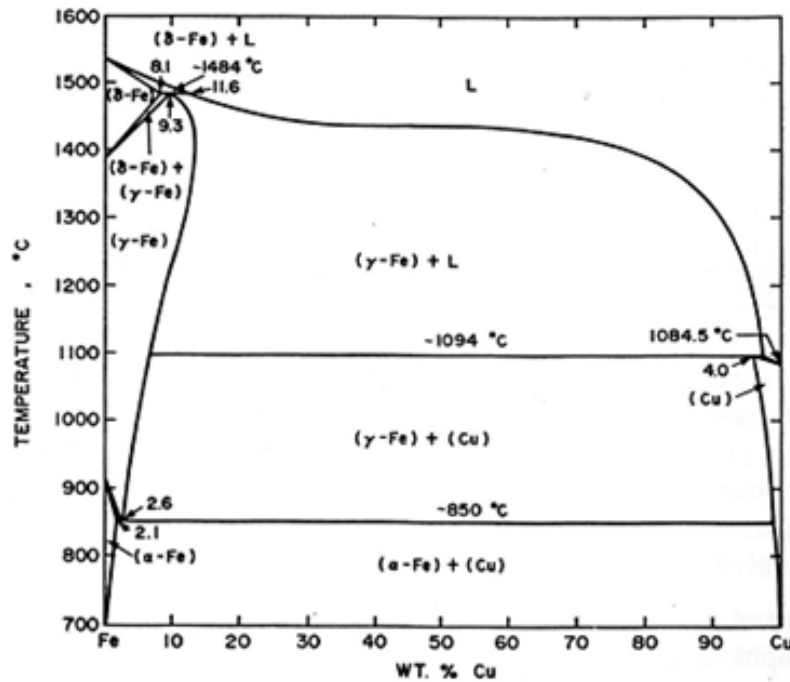


Figure I. 2 : Diagramme de phase binaire Fe-Cu [45].

I. 2. 2 Les formes allotropiques du fer

Il existe plusieurs formes allotropiques du fer pur, stables dans les domaines de température suivants [44] :

- $T < 770 \text{ °C}$: Ferrite α ferromagnétique² (structure cubique centrée),
- $770 < T < 912 \text{ °C}$: Ferrite α paramagnétique³ (structure cubique centrée),
- $912 < T < 1394 \text{ °C}$: Austénite (γ -Fe) de structure cubique à face centrée,
- $1394 < T < 1538 \text{ °C}$: Ferrite delta (δ -Fe) de structure cubique centrée.

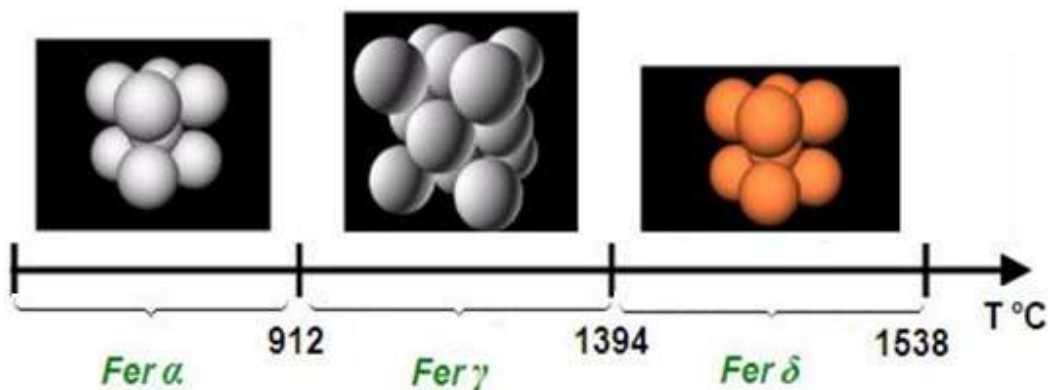


Figure I. 3 : Transformation allotropique du Fer

2 : qui possède la propriété de s'aimanter sous l'action d'un champ magnétique.

3 : désigne un corps placé dans un champ magnétique, qui s'aimante faiblement.

I. 2. 3 Les caractéristiques du fer α

La forme allotropique de la ferrite α est représentée sur la figure I. 2. Elle est de structure cubique centrée.

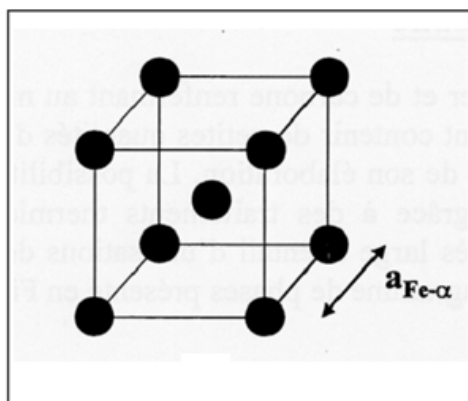


Figure I. 4 : Structure cristallographique cubique simple de la ferrite.

Le tableau ci-dessous résume les caractéristiques générales du fer :

Caractéristique	Valeur
numéro atomique (Z)	26
masse atomique (A)	55,84
paramètre de maille(a)	2,886 Å°
rayon atomique (R)	1,28 Å°
Densité (ρ) à 20°C	7,87
résistivité (ρ_e) $10^{-9}\Omega.m$	101
La température de fusion (T_f)	1535 °C

Tableau I. 1 : Caractéristiques du fer [46].

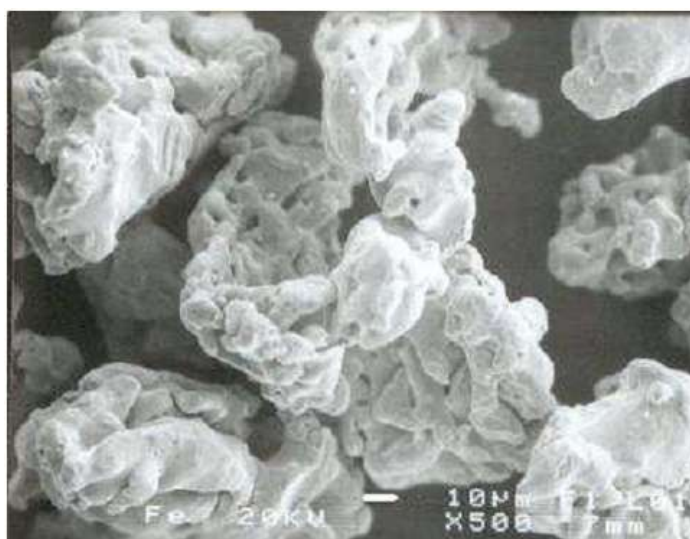


Figure I. 5 : Image MEB du Fer en poudre [47].

La température de fusion du fer est de 1535 °C mais il atteint l'ébullition aux environs de 3000 °C. Ce matériau est très malléable hautement déformable ; il peut être étiré en fil mince sans risque de rupture. Cet avantage fait du fer un bon matériau pour la conception des structures et des machines de construction. On le retrouve dans le quotidien sous forme d'alliages différents. Les propriétés de ces alliages dépendent des éléments qui les composent. Hormis le degré de pureté du fer, ces propriétés sont, également, sensibles aux traitements thermomécaniques que subissent ces alliages. Par ailleurs, le fer présente l'inconvénient d'être corrosif.

I. 2. 4 Les caractéristiques du cuivre

Le cuivre est caractérisé essentiellement par la conductivité thermique et électrique d'une part, et sa résistance à la corrosion d'autre part. Cependant le cuivre a une faible résistance mécanique et une aptitude médiocre à la mise en œuvre. Son utilisation est plutôt sous forme d'alliage afin d'améliorer les deux dernières propriétés.

➤ La ductilité

Le cuivre est connu pour être un métal très malléable, c'est-à-dire qu'il peut être facilement façonné et usiné. Qu'il soit travaillé à chaud ou à froid, le cuivre peut se déformer à volonté. Le cuivre et ses alliages s'adaptent parfaitement à plusieurs types de soudure comme le soudage autogène, la soudure électrique de brassage ou de soudage à l'étain.

➤ La conductivité

Le métal rouge est un excellent conducteur, que cela soit de nature électrique ou thermique. Et selon l'IACS « International Annealed Copper Standard », la conductivité électrique du cuivre est égale à 100 %.

De nombreux domaines d'application relatifs à la fabrication de matériels électriques et électroniques font appel à ce métal en raison de sa haute performance. Et pour ce qui est de sa conductivité thermique, le cuivre n'est pas en reste.

Effectivement, plusieurs secteurs d'activités utilisent ce métal afin de chauffer ou refroidir un liquide ou un gaz. On peut constater que la plupart des appareils installés dans les foyers sont constitués essentiellement ou partiellement de cuivre.

➤ La résistivité face à la corrosion

Selon des expériences menées afin de déterminer les performances du cuivre, des chercheurs ont mis en évidence la résistance du cuivre à l'usure et à la corrosion [47, 48]. En effet, le cuivre ainsi que ses alliages sont invulnérables sous l'action de l'eau et des produits chimiques. En raison de cette résistance à la corrosion, de nombreuses industries emploient le cuivre dans la fabrication de tuyaux, de récipients et de conteneurs. Ce métal est aussi utilisé dans la toiture et la robinetterie à cause de sa bonne durabilité.

➤ La durabilité

Le cuivre est un métal qui peut être recyclé à l'infini sans que ses performances en soient altérées. En effet, le cuivre est recyclable à 100 %, le pourcentage de récupération du cuivre à partir des produits en fin de vie est estimé à 70 % du total potentiellement disponible.

Ainsi, il est possible d'affirmer que le cuivre recyclé possède les mêmes propriétés physiques et chimiques que le cuivre primaire. Selon le Bureau of International Recycling, le recyclage du cuivre permet d'économiser 85 % de l'énergie nécessaire à la production de métal primaire. C'est donc une ressource renouvelable qui présente plusieurs avantages, tant sur le plan économique que sur le plan énergétique. Toutes ces caractéristiques lui ont valu la place de l'un des métaux les plus prisés et les plus cotés en bourse de nos jours.

Le cuivre est un métal rouge à cassure rose qui appartient au premier groupe de la classification de Mendeleïev. Il a un réseau cristallin cubique à faces centrées à équidistance (Fig. I. 3)

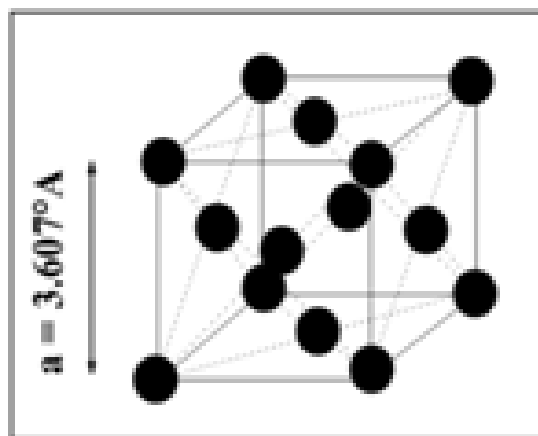


Figure I. 6 : Représentation schématique de la maille élémentaire de Cuivre.

Le tableau ci-dessous résume les caractéristiques générales de Cu :

Caractéristique	Valeur
Numéro atomique (Z)	29
Masse atomique (A)	63,54
Paramètre de maille(a)	3,6074 Å°
Rayon atomique (R)	1,28 Å°
Densité (ρ)	8,94
Résistivité (ρ_e) $10^{-9}\Omega.m$	16,8
Température de fusion (T_f)	1083 °C

Tableau I. 2 : Caractéristiques du cuivre [46].

Les différentes nuances du cuivre en fonction de sa pureté sont :

Nuance du Cuivre	Pureté (% Cu)
MOO	99,99
MO	99,95
M1	99,96
M2	99,7
M3	99,5
M4	99,0

Tableau I. 3 : Nuances du cuivre en fonction de sa pureté [48].

La figure I. 5 montre une image MEB de la poudre de cuivre. La plupart des particules sont quasiment sphériques mais quelques unes sont allongées. Les particules de cuivre sont poly cristallines [47].

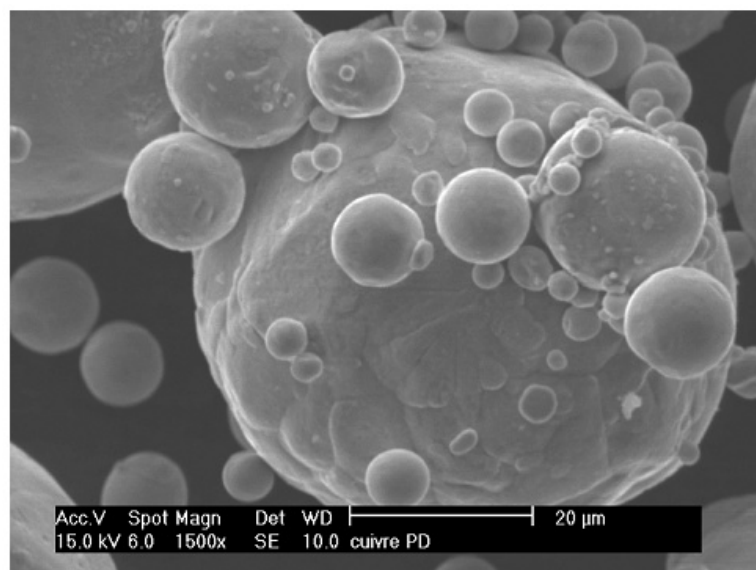


Figure I. 7 : Image MEB de Cuivre en poudre [47].

Chapitre II :
Métallurgie des poudres

II. 1 Introduction

La métallurgie des poudres (MP) se réfère à un ensemble de procédés de fabrication et de mise en forme qui sont utilisés pour produire différentes formes de pièces mécaniques à partir du mélange de poudres de métaux purs ou d'alliages. Cette technique permet la réalisation de pièces de dimensions précises difficiles à obtenir par d'autres procédés communs et ce avec une diminution considérable de la quantité de matière perdue. Les principaux processus de la MP pour la production de pièces sont la compression et le frittage.

La compression se fait à l'aide d'une pression externe qui conduit à la forme de la pièce désirée. Le frittage consiste à chauffer la pièce obtenue pour qu'elle acquière une bonne tenue mécanique. Une schématisation des différents processus de cette technique de fabrication est illustrée sur la figure II.1. Chaque processus est versatile, efficace, rentable et respectueux de l'environnement. Pour de nombreuses pièces issues de la MP, les opérations secondaires sont éliminées complètement ou réduites de façon significative par rapport aux procédés de fabrication conventionnels.

La MP offre de nombreux avantages par rapport aux autres technologies de mise en forme des matériaux métalliques, parmi lesquels on peut citer :

- la capacité intrinsèque à produire une large gamme d'alliages avec des propriétés uniques ;
- le contrôle de la taille, la forme et l'emplacement de la porosité dans la pièce ;
- l'adaptation des microstructures pour proposer une gamme de propriétés physiques et mécaniques ;
- la production des pièces de volume modéré à volume élevé ;
- la fabrication d'une gamme étendue de formes ;
- la capacité d'optimiser le processus complet, allant de la sélection des matériaux en passant par la fabrication jusqu'aux propriétés du produit fini.
- le rapport coût/ efficacité compétitif vis-à-vis des procédés tels que le moulage, le forgeage et l'usinage.

Par ailleurs, la modélisation du comportement mécanique de la poudre au cours de la densification constitue un point crucial pour la simulation numérique laquelle est un outil d'aide précieux pour l'industrie. Les moyens expérimentaux mis en œuvre pour analyser les caractéristiques des poudres montrent la grande évolution de celles-ci au

cours de leurs densifications. La préparation des poudres nécessite la prise en compte, lors de la compression, de variables pertinentes telles que la densité relative courante, les déformations et les contraintes.

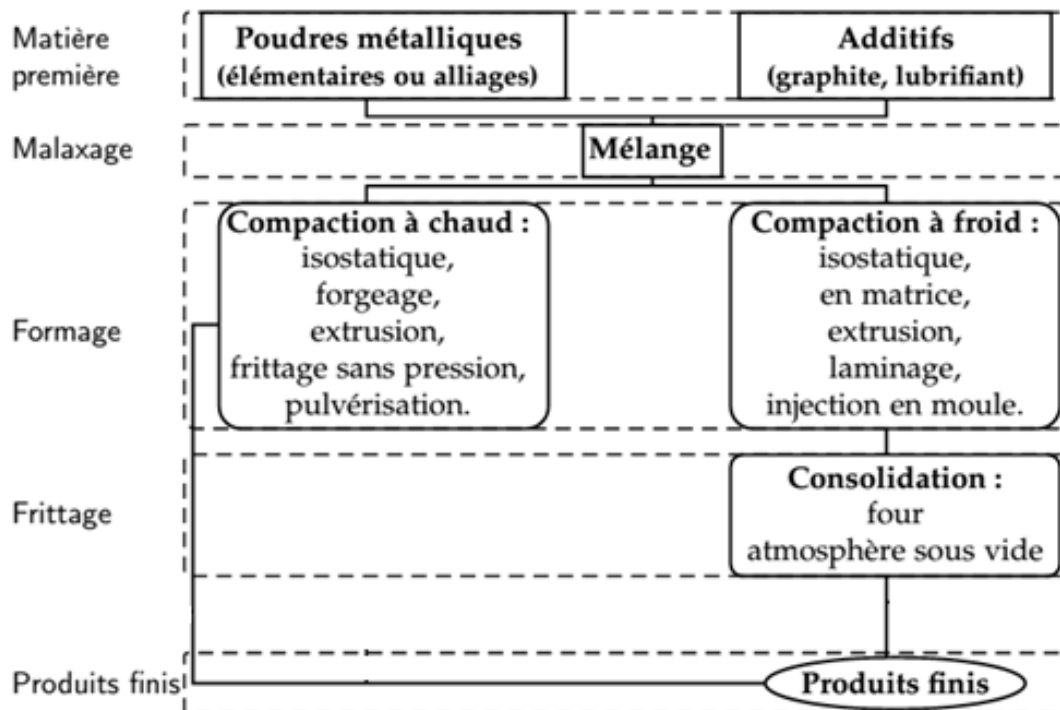


Figure II. 1 : Les différents processus de la métallurgie des poudres.

II. 2 Métallurgie des poudres

Le frittage est une opération de traitement thermique consistant à consolider les poudres en utilisant l'énergie thermique [49 - 53]. Cette technique n'utilise pas de températures très élevées, et les pièces frittées présentent un retrait très faible au refroidissement. Il y a plus de 20 ans, la métallurgie des poudres est devenue un moyen d'élaboration qui a pris de la place face aux techniques de production classique des alliages [54].

II. 2. 1 Élaboration des poudres

Les caractéristiques de la poudre jouent un rôle important dans le processus de fabrication des pièces solides par MP et déterminent en partie leurs propriétés finales. La forme, la taille, la coulabilité, la densité apparente, la surface spécifique, etc., sont des propriétés de la poudre à l'issue de son élaboration.

Il y a de nombreuses méthodes de fabrication des poudres qui peuvent être regroupées en 3 principales techniques : mécanique, physique et chimique.

Chacune de ces méthodes a une influence sur la taille des grains solides, leur répartition, leur forme, leur microstructure, leur composition chimique et leur coût. La mécano-synthèse est l'une des techniques mécaniques couramment utilisée dans l'élaboration des poudres. Les méthodes physiques se réfèrent essentiellement aux techniques d'atomisations dont le principe est de faire couler le métal en fusion et de le soumettre aux jets d'un fluide (eau, gaz, huile) dont le but d'isoler les gouttelettes qui le constituent (fig. II. 2). Il existe d'autres techniques physiques telles que l'ultrason, l'orifice vibrant . . . etc. Parmi les techniques chimiques, on distingue une diversité de méthodes de préparation des poudres qui consistent à faire intervenir un réactant et un réactif [55, 56].

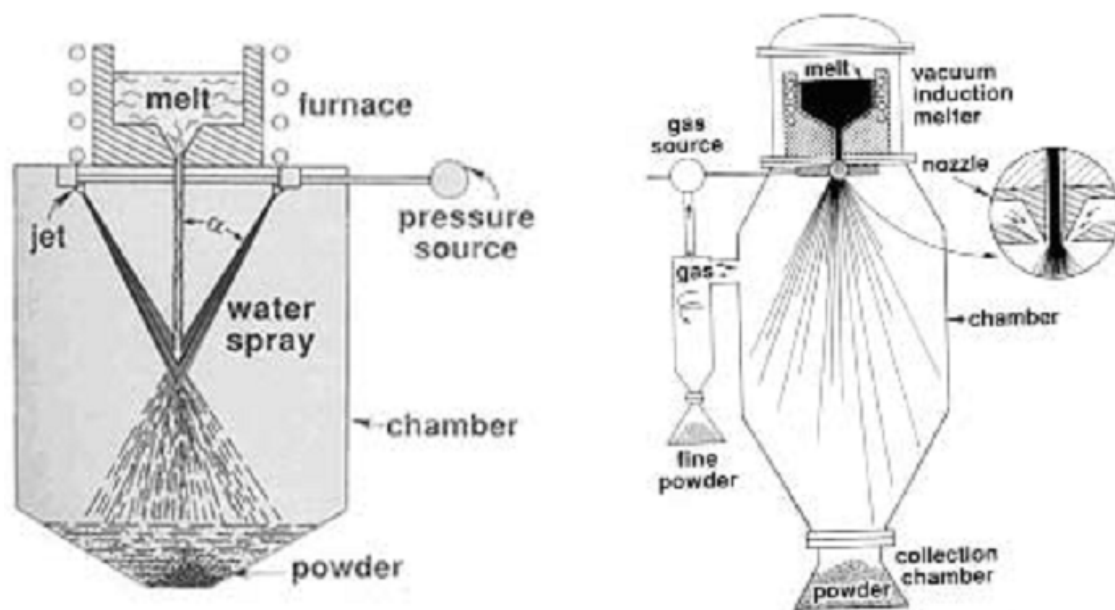


Figure II. 2 : Principe de l'atomisation par jet d'eau (à gauche) et par jet de gaz (à droite) [55]

La matière première, livrée sous forme pulvérulente, peut-être de différentes natures : métallique, céramique ou organique. Les poudres de nature organique sont utilisées dans l'industrie pharmaceutique. Les deux autres types de poudre sont retrouvées dans divers secteurs industriels tels que l'automobile, l'aérospatial, les outils de coupes, l'énergie, les conducteurs électriques, les supports magnétiques et l'électronique.

Pour décrire ces matières premières, il est d'usage de préciser :

- la composition chimique : les matières premières sont distinguées par des noms commerciaux. La composition chimique inclue, également, la nature des adjuvants.

- les adjuvants : ce sont des matériaux ou substances ajoutés à la poudre brute et qui assurent la fonction soit de liant, soit de lubrifiant. Le liant autorise l'agglomération des grains de poudre et le lubrifiant réduit les frottements aux interfaces poudres-outils et grain-grain.

La nature granulaire d'un matériau pulvérulent est caractérisée par un certain nombre de paramètres physiques : la masse totale, le volume total de la poudre, le volume de la partie solide, le volume des vides, la masse volumique de la matière dense, la densité relative rapportée à la masse volumique du matériau dense, etc. Ces paramètres qualifient essentiellement l'état du matériau au regard de la porosité au cours des phases caractéristiques des procédés de mises en forme.

D'autres paramètres doivent être également considérés pour distinguer avec précision les nuances variées des poudres industrielles. En effet, les mesures de la dureté permettent de définir deux grandes classes de matériaux pour les poudres :

- Les matériaux ductiles qui sont des matériaux "mou" et qui peuvent être allongés, étendus, étirés sans se rompre (fer, cuivre, plomb . . .)
- Les matériaux fragiles qui sont des matériaux durs et qui peuvent se briser sans déformation plastique appréciable. On distingue dans cette classe les carbures et les céramiques.

II. 2. 2 Analyse du mélange

La caractérisation des poudres repose aussi sur l'analyse de la morphologie des grains:

- La taille des grains est mesurée soit par tamisage ou par micrographie
- La forme des grains conditionne en partie le comportement de la poudre pour certaines phases du procédé de mise en forme.

Les images MEB permettent d'apprécier la variété des morphologies rencontrées pour quelques poudres métalliques (fig. II. 3).

Pendant le mélange, des éléments d'alliages, tels que le graphite, le nickel ou le cuivre, ainsi qu'un lubrifiant sont ajoutés à la poudre de base (poudre de fer par exemple).

La factorisation d'un bon malaxage du mélange donne une certaine homogénéisation de la poudre conduisant à une répartition plus uniforme de celle-ci.

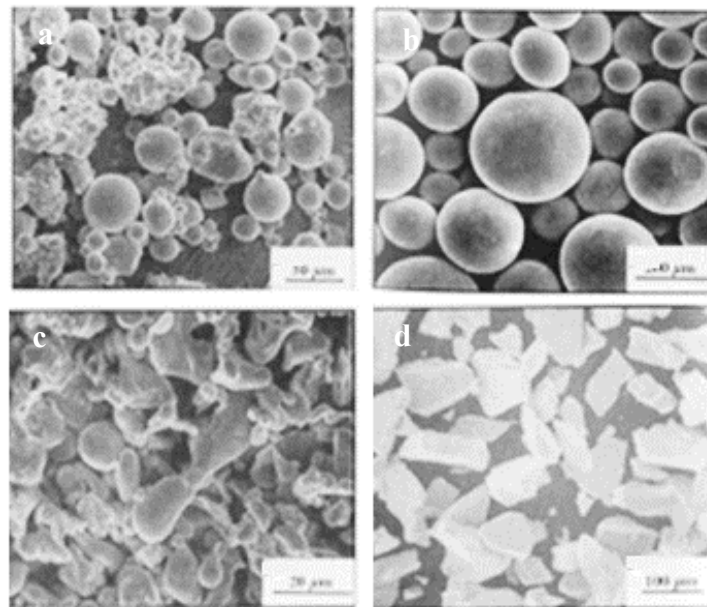


Figure II. 3 : Des exemples de diverses formes et tailles de grains de poudre métallique.
a) alliage de fer atomisé avec de l'argon, sphérique avec de fines particules agglomérées
b) alliage de fer atomisé par centrifugeuse; c) acier inoxydable atomisé par eau, arrondi et irrégulier; d) verre métallique à base de fer, ruban écrasé, plats angulaires [56]

II. 3 Morphologie de particules

La forme des particules est normalement observée par microscopie. Selon la taille des particules (micronique, submicronique, nanométrique, etc.) on utilise un microscope plus ou moins puissant ; les plus utilisés sont le microscope électronique à balayage (MEB) et le microscope électronique à transmission (MET). Actuellement, avec la micro tomographie aux rayons X, il est possible de déterminer la morphologie d'une particule (de quelques microns) plus précisément et avec une information tridimensionnelle.

II. 3. 1 Taille des particules

La taille de la particule est une caractéristique très importante qui dictera le comportement au frittage et les propriétés finales de la pièce. En effet, les particules de petites tailles, de grandes surfaces spécifiques, produisent une force motrice de frittage plus élevée. Le temps et les températures de frittage nécessaires pour arriver à une densification complète sont, alors, plus faibles. La taille des particules est mesurée par différentes méthodes, la plus utilisée étant le tamisage, réservée cependant aux tailles supérieures à 40 μm . Il existe d'autres méthodes, plus sophistiquées, basées par exemple sur la sédimentation ou la diffraction laser. La microscopie est aussi utilisée pour

déterminer la taille des particules mais le problème de cette technique est la représentativité de l'échantillon analysé.

II. 3. 2 Densité

Cette propriété renseigne sur la porosité interne de la poudre. La densité de la poudre est calculée par un pycnomètre, en utilisant un liquide ou un gaz inerte. La méthode de Beckman consiste à faire passer du gaz à travers une masse de poudre pesée et versée dans un pycnomètre de volume connu. On mesure le volume du gaz nécessaire pour remplir le pycnomètre et la différence de volume (volume du pycnomètre, des poudres et du gaz) donne la densité avec une très bonne précision (environ 0,01).

II. 3. 3 Surface spécifique

La surface spécifique de la poudre (aire de la surface des particules par unité de masse de poudre) est une propriété très importante. Cette caractéristique a une grande influence sur l'énergie de surface d'un compact, qui détermine en grande partie son comportement durant le frittage. La surface spécifique est souvent mesurée par la méthode d'adsorption de gaz sur la surface de la poudre dite la méthode de BET.

II. 3. 4 Coulabilité

Pour arriver à mieux connaître une poudre, il n'est pas suffisant de connaître les caractéristiques des particules comme celles décrites plus haut, on doit aussi avoir des informations sur le comportement collectif des particules. En production industrielle, il faut remplir la matrice le plus rapidement possible, ce qui nécessite une poudre qui s'écoule facilement. On parle de « coulabilité ». Cette propriété est mesurée par le temps d'écoulement d'une quantité de poudre donnée dans un entonnoir standard. La coulabilité est réduite quand la taille des particules diminue.

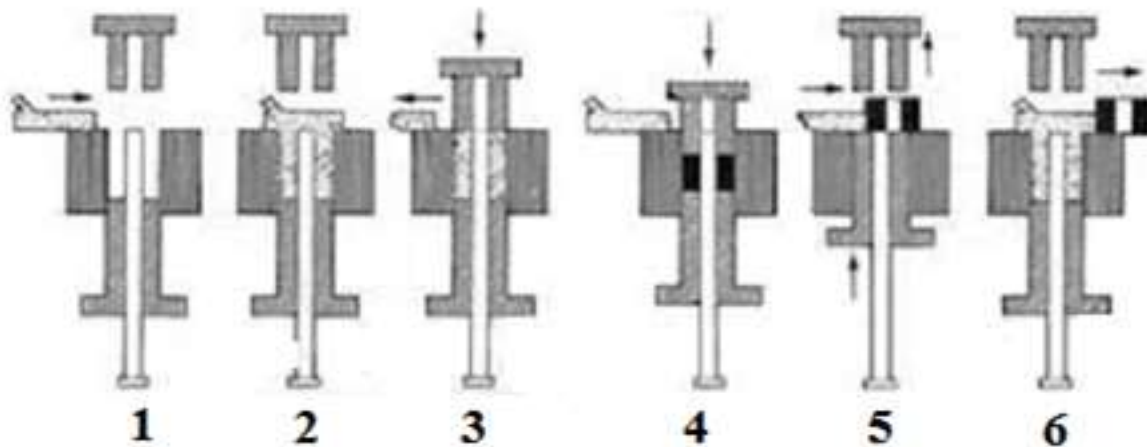
II. 4 Compression des poudres

La phase de compression vise, d'une part, la densification par rapprochement et la déformation des grains solides à l'aide d'une pression externe, et d'autre part, l'obtention de comprimés ayant la forme et les dimensions désirées. Au cours de la compression, le lubrifiant sec mélangé initialement avec la poudre est pressé jusqu'à la paroi de la matrice afin de faciliter l'éjection de la pièce et préserver l'outillage. La

méthode de compression la plus utilisée est la méthode dite uni-axe à froid. Le cycle de compaction est décrit par les étapes ci-dessous :

- 1- Une quantité contrôlée de la poudre est mise en place par gravité dans la matrice en utilisant un sabot d'alimentation.
- 2- Les poinçons supérieur et inférieur se déplacent l'un vers l'autre en appliquant une pression prédéterminée sur la poudre, générant ainsi un comprimé conforme à la forme et à la taille de la matrice et des poinçons.
- 3- Le poinçon supérieur est retiré de la matrice et le poinçon inférieur se déplace vers le haut afin d'éjecter la pièce de la matrice.
- 4- Le poinçon inférieur revient à sa position initiale et le sabot passe à travers la cavité de la matrice poussant ainsi le comprimé obtenu et remplissant de nouveau la matrice pour une nouvelle étape de compression.

Les pressions utilisées pour comprimer les poudres sont choisies en fonction de la densité et la taille de la pièce désirée. La majorité des pièces obtenues par l'industrie de la MP sont consolidées selon la méthode illustrée par la figure II.4.



- | | |
|------------------------------------------|-------------------------------|
| 1- Début du cycle | 4- Fin de la compression |
| 2- Chargement de la matrice de la poudre | 5- Ejection de la pièce |
| 3- Début de la compression | 6- Rechargement de la matrice |

Figure II. 4 : Schéma du cycle de compaction pour une seule pièce [56]

Pour un comprimé, tout comme pour les milieux granulaires de manière générale, l'état de compacité des matériaux est quantifié par la densité relative qui est égale à la densité obtenue par le comprimé rapportée à la densité théorique du matériau dense, c'est-à-dire

la densité du matériau en absence de porosité. Pour avoir une bonne densité via le procédé de compression, il faut: [55]

- Diminuer le nombre de contacts entre grains, cela revient à avoir des tailles plus importantes des grains,
- Améliorer le réarrangement par moyen mécanique (vibration),
- Abaisser la valeur des coefficients de frottement grains-outils et grains-grains par ajout d'un lubrifiant,
- Favoriser un bon temps de mélange poudre/lubrifiant,
- Bien définir la cinématique de compression,
- Favoriser des contraintes de compression élevées.

Les comprimés ainsi obtenus par l'étape de compression, désignés par "pièces à vert", possèdent la forme désirée mais leurs propriétés mécaniques sont médiocres. L'amélioration de ces propriétés mécaniques nécessite l'opération de frittage.

II. 5 Frittage

Le but du frittage est la consolidation des pièces à vert suite à une élévation de la température, ce qui a pour effet de densifier le matériau et de rehausser ses propriétés mécaniques.

Dans une étape de frittage typique, la pièce à vert est placée sur un tapis à mailles et se déplace lentement à travers un four à atmosphère contrôlée. La température dans le four, comme indiquée sur la Figure II. 5, augmente graduellement depuis une zone de préchauffage jusqu'à une zone chaude où elle est maintenue constante à la température de frittage désirée. La température commence ensuite à diminuer dans une zone de refroidissement où la baisse de température est contrôlée. La température de frittage est maintenue au-dessous du point de fusion du métal de base. Dans certains cas, des alliages additifs à la poudre de base peuvent fondre, on parlera alors de frittage à phase liquide. Généralement, le four comporte une atmosphère protectrice afin d'empêcher l'oxydation des pièces dans la zone chaude et pour aider à réduire les oxydes encore présents.

Le cycle de température imposé aux pièces lors de leur présence dans le four implique des changements de la microstructure du matériau constitutif ainsi que sa composition.

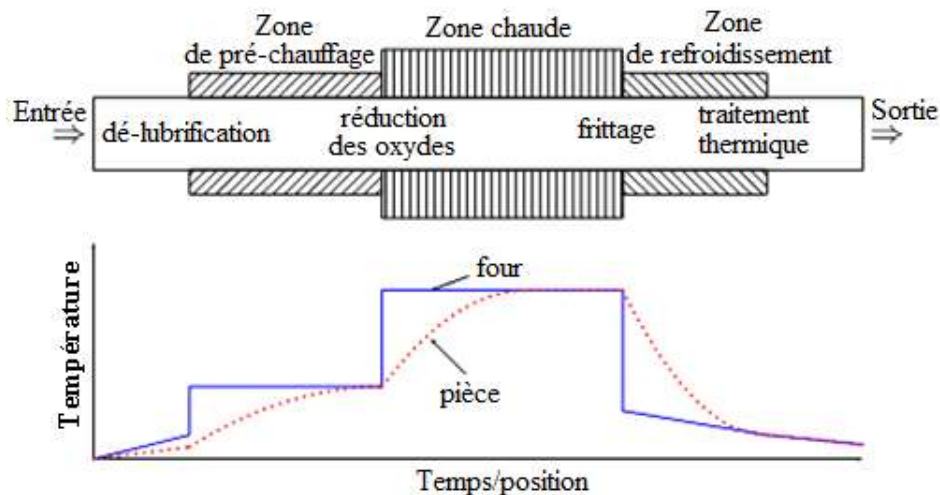


Figure II. 5 : Illustration des opérations séquentielles dans un four de frittage [56]

En général, la microstructure développée au cours du frittage détermine les propriétés physiques et mécaniques du matériau.

II. 6 Mise en forme en métallurgie des poudres

Le principe général de la mise en forme des poudres consiste en l'élaboration d'un matériau compact, de bonne tenue mécanique et de forme définie, à partir d'un matériau granulaire. L'énergie nécessaire à la densification est fournie sous forme thermique et/ou mécanique. Il est à noter que l'énergie thermique est toujours requise pour aboutir à une bonne tenue mécanique par "soudure" des grains.

De manière simplifiée, la densification d'un matériau granulaire peut être la conséquence des effets thermiques, le résultat d'un procédé combinant simultanément des effets thermiques et mécaniques, ou encore un procédé comprenant d'abord une phase purement mécanique (mise en forme) suivie d'une phase thermique (frittage). Citons ci-après quelques procédés de mise en forme rencontrés en métallurgie des poudres.

II. 6. 1 Moulage par injection de métaux (Metal Injection Moulding « MIM »)

II. 6. 1. 1 Principe du procédé

Le procédé de moulage par injection de poudre métallique (MIM) a été développé depuis le début des années 1970. L'intérêt du MIM est de produire des objets de formes très complexe, de tailles réduites et présentant des densités relatives élevées (95 % - 100 % de la densité théorique du matériau) [57].

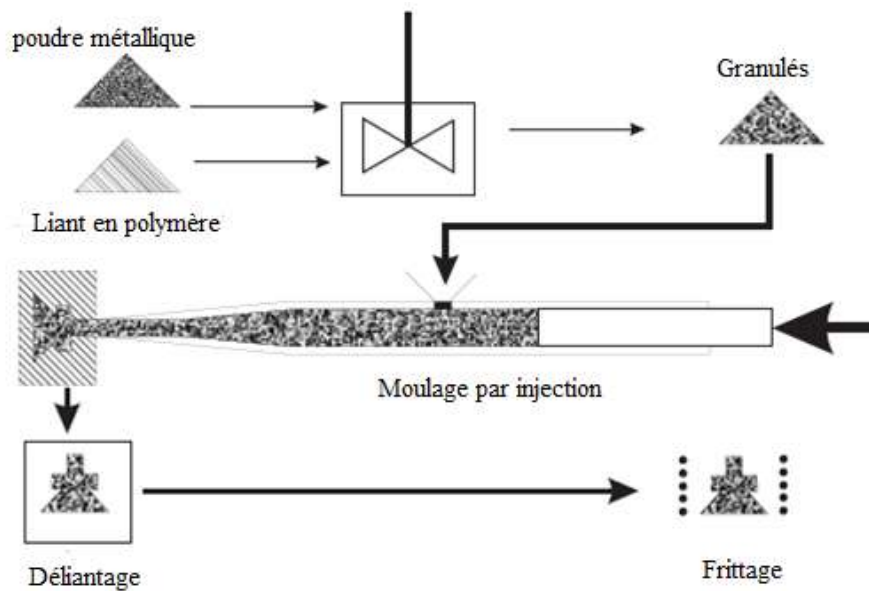


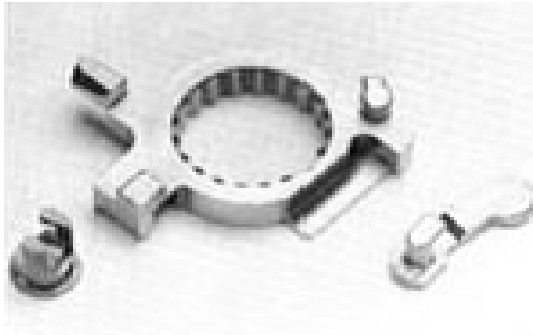
Figure II. 6 : Principe du moulage par injection (MIM).

Ce procédé combine deux technologies de mise en forme distinctes : l'injection des thermoplastiques et la métallurgie des poudres. Cette combinaison permet de réaliser des pièces mécaniques de forme 3D complexe, possédant de bonnes résistances mécaniques et des propriétés physiques contrôlées. Ces deux technologies ont un rôle précis dans le processus de fabrication de moulage par injection, la métallurgie des poudres sert à procurer la résistance mécanique aux composants. Le procédé MIM combine quatre étapes successives :

1. la préparation du mélange poudre /liant.
2. L'injection.
3. le déliantage.
4. la densification [58].

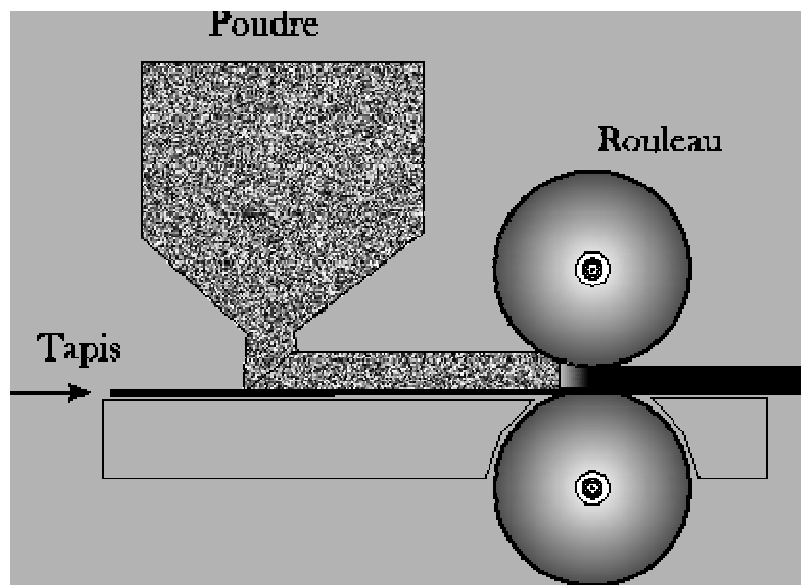
II. 6. 1. 2 Domaine d'application

Les domaines d'application que couvre le MIM sont nombreux : l'armement, l'automobile, le médical, le petit outillage, l'horlogerie et la lunetterie, les équipements industriels, les équipements informatiques et de connectique. L'industrie automobile utilise un nombre important de pièces MIM pour la motorisation, la transmission, la climatisation... Les exemples présentés sur la figure II. 6 montrent la complexité de la géométrie des pièces MIM fabriquées [59] :

**a:** Pièces pour transmission automobile**b:** Charnière de lunette**Figure II. 6 :** La fabrication de pièces MIM

II. 6. 2 Compression – laminage

Ce procédé est utilisé dans le cas de production en petite série, pour des pièces de grandes dimensions ou pour des matériaux durs tels que le tungstène. Ce mode de mise en forme est peu onéreux. La densification à froid peut également être réalisée par laminage tel que l'illustre par exemple la figure II. 7.

**Figure II. 7 :** Principe de la compression par laminage.

Dans ce cas, la poudre est posée sur un tapis et amenée entre les rouleaux. La réduction de l'épaisseur en sortie de laminoir définit le taux de compression. Ce procédé permet une production en continu dans des domaines tels que celui des composants électriques et électroniques [57].

II. 6. 3 Frittage pour le prototypage rapide

Il s'agit d'un procédé de production rapide de pièces, ou de séries de pièces, sans outillages à partir de données 3D. Le principe repose sur la soudure des grains de poudre couche par couche. Chaque couche étant exposée à un faisceau laser qui trace sa forme et solidifie la poudre. Les grains non chauffés ne sont pas affectés et servent de support pour la couche suivante. Une nouvelle couche est étalée par un rouleau mécanique et le cycle recommence comme illustrée sur la Figure II. 7 [60].

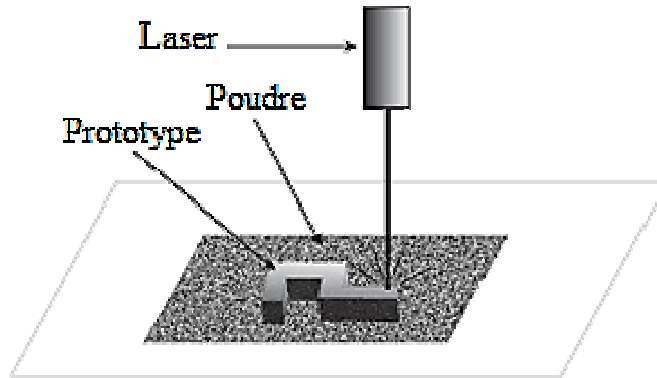


Figure II. 8 : Réalisation rapide de prototypes.

II. 6. 4 Compression Isostatique à Chaud (CIC)

Ce procédé combine des sollicitations mécaniques et thermiques. Son principe consiste à placer de la poudre dans un conteneur sur lequel est appliquée une pression isotrope. Celle-ci est portée à une température proche de la température de fusion du matériau (Fig. II. 8). La méthode est utilisée pour la consolidation de matériaux tels que les outils en acier, les superalliages à base de nickel, titane, et composites à matrice en aluminium. Les pièces obtenues par ce procédé ont des propriétés physiques et mécaniques isotropes avec une porosité minimale, en particulier pour les pièces massives.

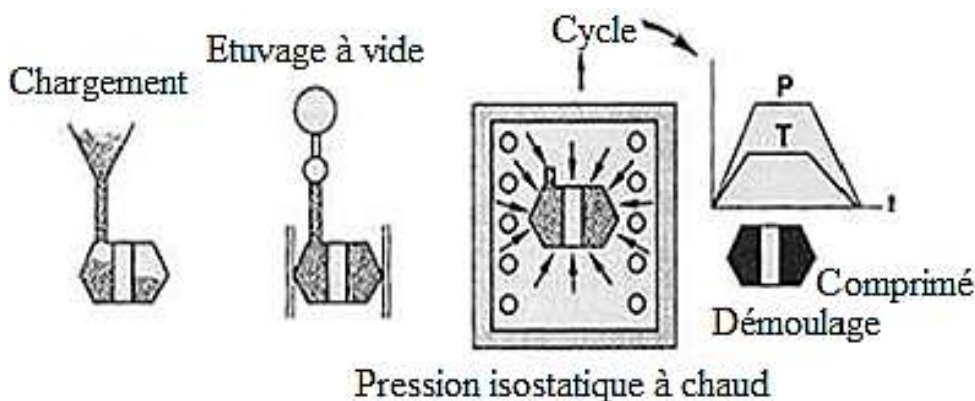


Figure II. 9 : Principe de la Compression Isostatique à Chaud (CIC) [61]

II. 6. 5 Compression Isostatique à Froid (CIF)

Le principe de ce procédé, dont les sollicitations sont purement mécaniques, consiste à immerger un conteneur souple remplie de poudre dans un liquide, habituellement de l'eau, qui est comprimé à une haute pression. La poudre est alors rendue compacte à travers une pression approximativement identique dans toutes les directions. Ceci conduit à une bonne uniformité de la densité. Ce procédé se distingue par sa capacité à produire des pièces très élancées telles que des barres [60].



Figure II. 10 : Composants réalisés par compactage à froid et frittage

II. 6. 6 Pressage isostatique dans un moule en élastomère (Rubber Isostatic Pressing « RIP »)

Ce procédé reprend le principe du CIF, à la différence que la pression est créée par l'intermédiaire du mouvement unidirectionnel d'un piston. La poudre est versée dans un moule en élastomère (matériau presque incompressible). L'énergie appliquée par le piston est transmise à l'élastomère pour parvenir à des conditions similaires à celles de la compression isostatique (Fig. II. 9). La pièce extraite du moule est ensuite frittée [60].

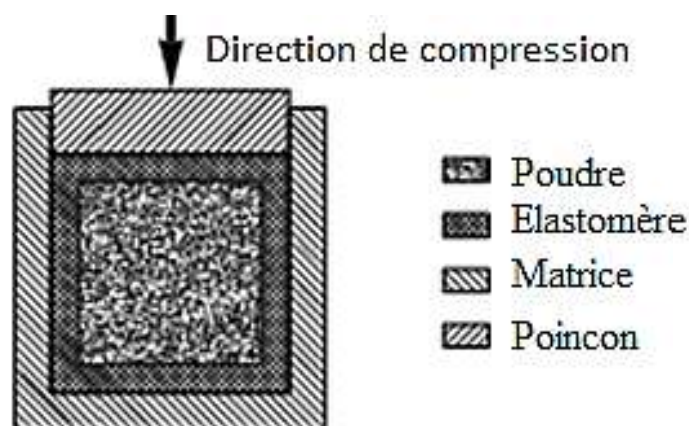


Figure II. 11 : Principe du procédé RIP.

II. 6. 7 Compression à froid

Il existe plusieurs procédés de mise en forme par compression à froid, parmi lesquels on peut citer :

- la compression en matrice (section II. 4. 4, Fig. II. 4).
- la compression-laminage est un procédé analogue au laminage sauf qu'une poudre est comprimée entre deux rouleaux en mouvement de rotation pour former une plaque relativement fine.
- la compression rotative consiste à comprimer une poudre dans une matrice, mais contrairement au procédé classique où toute la surface du poinçon exerce une pression, l'effort est seulement transmis sur une partie de la surface d'un outil animé d'un mouvement de rotation désaxée.
- la compression dynamique qui regroupe la compression par choc hydraulique, la compression explosive et la compression par impact de projectile.

Ces procédés consistent à comprimer une poudre en appliquant une pression très importante (100 GPa) pendant un très court instant (micro-seconde).

Ils permettent d'atteindre, pour certains matériaux, des densités relatives proches de l'unité [55, 56, 61].

Des pièces, de formes diverses et variées, fabriquées par de tel processus de MP sont indiquées sur la Figure II. 10.



Figure II. 12 : Différentes pièces issues de l'industrie de la MP [61].

II. 7 Caractérisation mécaniques des poudres

Il existe toute une variété de moyens d'essais permettant de caractériser les propriétés physiques et mécaniques de la poudre et des comprimés. Dans l'industrie, les essais de caractérisation sont souvent normalisés. On y distingue les essais de

coulabilité et de densité tassée à la réception de la matière, les essais de compressibilité, de tenue à cru (essais de flexion) et d'efforts d'éjection sur des comprimés.

Dans les unités de recherches, les moyens d'essais sont sophistiqués et plus lourds d'exploitation. Ils permettent cependant d'effectuer des essais mécaniques identifiant le type de comportement manifesté par la poudre et donnent accès aux valeurs des paramètres de matériaux à intégrer dans les expressions des lois de comportement [62].

Chapitre: III

Elaboration et caractérisation

de Fe-Cu

III. 1 Introduction

Dans ce chapitre, nous abordons d'abord les techniques de l'obtention et de la préparation des poudres de fer et du cuivre qui constituent le système binaire Fe-Cu. Après avoir présenté les caractéristiques mécaniques de ces composés nous exposerons leurs processus de formation par frittage en phase liquide.

Pour la caractérisation de l'alliage, la technique de l'EDX est utilisée afin d'identifier la composition chimique des échantillons élaborés. Le MEB est considéré pour examiner la structure morphologique de l'alliage.

III. 2 Métallurgie du système Fe-Cu

III. 2. 1 Diagramme d'équilibre binaire fer-cuivre

Le système est considéré dans la zone indiquée sur la Figure III. 1 ($Fe_{\alpha} + Cu$).

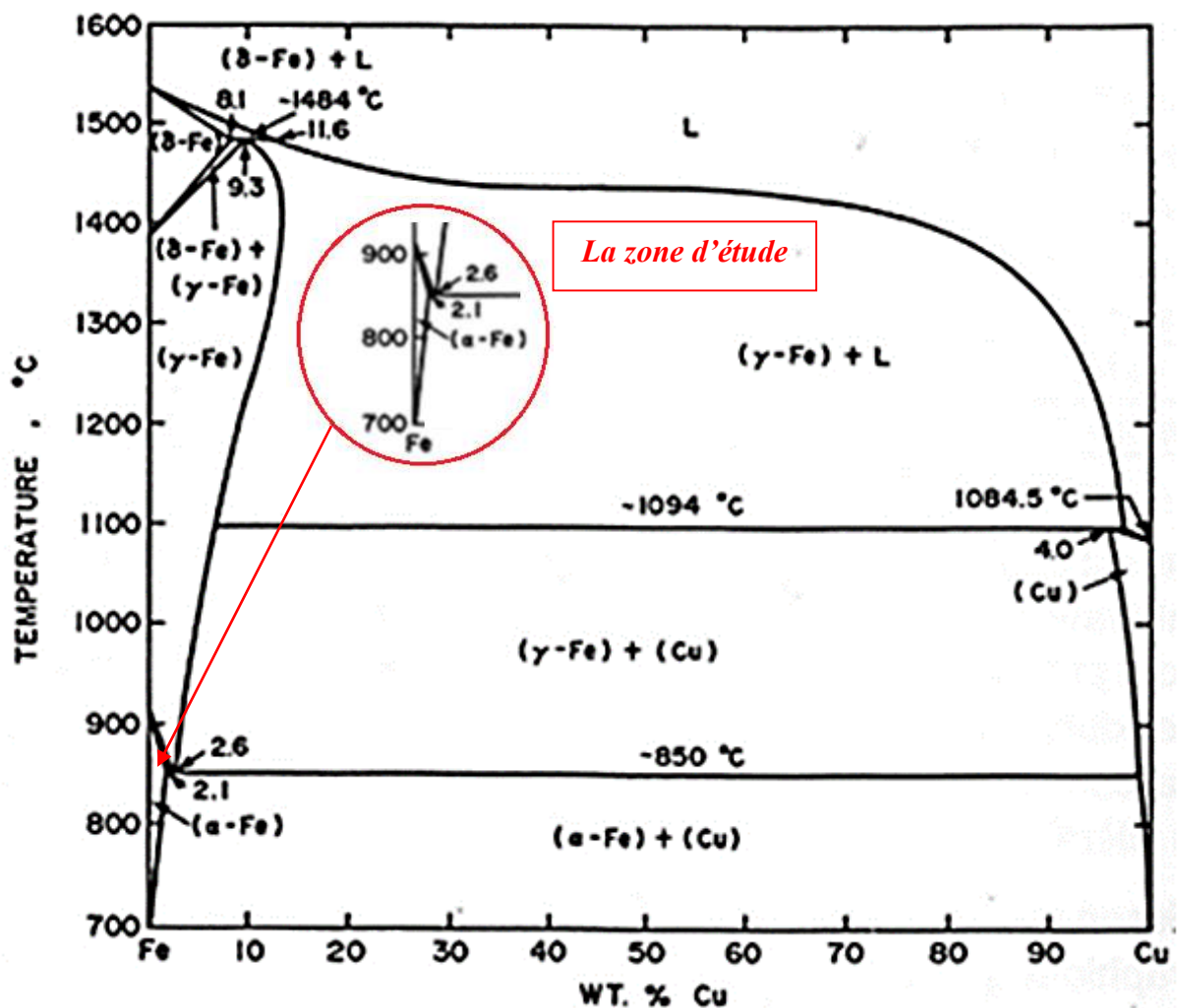


Figure III. 1 : Diagramme d'équilibre Fe-Cu [63]

L'étude est basée sur deux variables ; la teneur en cuivre dans l'alliage et la pression de compactage.

Dans une première étape, nous avons élaboré des échantillons dont la teneur en cuivre x varie de 0.25 % à 1 % en masse, tel que $x = 0.25 ; 0.40 ; 0.55 ; 0.77 ; 0.85$ et 1 %. Dans une seconde étape, nous avons considéré un échantillon dont la teneur est de 2,1 % en masse de cuivre, c'est-à-dire un alliage appartenant à la fonction triple sur le diagramme des phases et nous avons varié la pression de compactage de 3.5 à 23.5 MPa, tel que $P = 3.5 ; 5 ; 10 ; 14.5 ;$ et 23.5 MPa.

III. 2. 2 Obtention des poudres par procédés chimiques

L'obtention des poudres par la technique chimique nécessite la présence d'un réactant et d'un réactif. L'une des techniques faisant intervenir ce processus est la réduction des oxydes. Cette méthode consiste à broyer mécaniquement les oxydes métalliques et à les réduire en présence d'agents réducteurs, par chauffage à une température inférieure à la température de fusion du métal.

Les matières premières utilisées dans cette étude ont été fournis par la société chinoise (NORINCO) sous formes d'oxydes. La réduction de ces oxydes est réalisée dans un four à hydrogène (figure III. 8) afin d'obtenir des poudres avec une pureté de 99 %.

Le système est réglé dans l'objectif de récolter des particules de forme sphérique dont la taille moyenne est comprise entre 38 et 50 μm .

Les caractéristiques des composantes de la poudre sont reportées sur le tableau III. 1.

Poudre	Cu	Fe
Pureté (%)	99,5	99,5
Structure cristalline	CFC	CC
Paramètre de maille (Å)	3,6074	2.886
Densité théorique	8,935	7.874
T_{fusion} (°C)	1083	1538

Tableau III. 1 : Caractéristiques des poudres utilisées

❖ Les réactions de réduction :

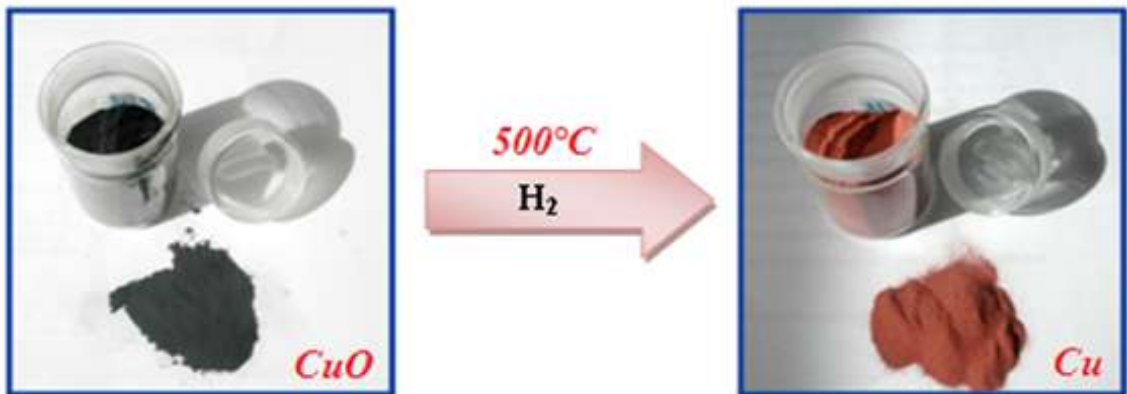
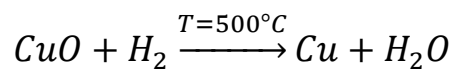
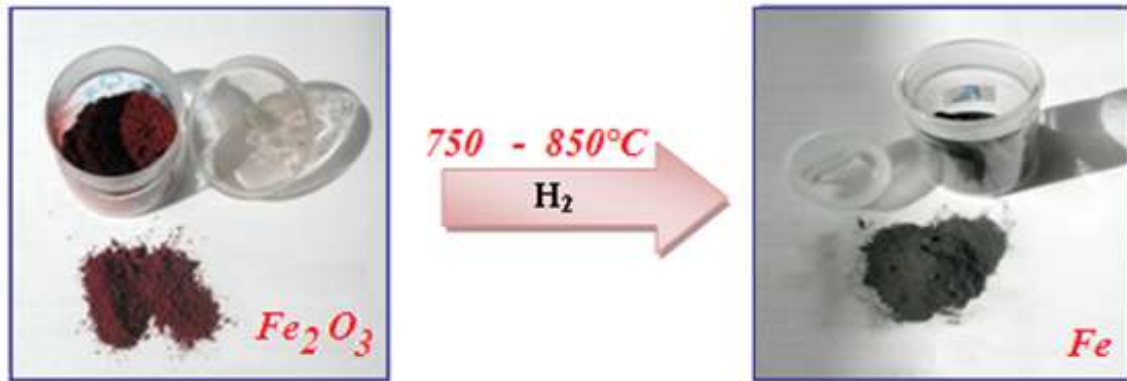
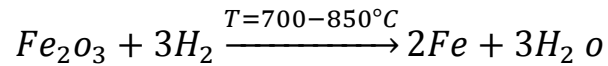


Figure III. 2 : Réduction du Fer et Cuivre

III. 2. 3 Broyage à boulets à faible énergie

On a utilisé un broyeur à faible énergie. Environ 200 g de poudre, à laquelle sont rajoutées des billes en acier rapide (Fig. III. 3. a), est mise dans un broyeur en acier inoxydable (Fig. III. 3. b).

Le tambour est ensuite déposé sur un mélangeur à rouleaux (Fig. III. 3. c) qui tourne à une vitesse radiale d'environ 0.6 Hz. Les collisions entre les billes et les particules de poudre permettent de réduire la taille de ces dernières. La durée du broyage est de 6 heures, le but est de favoriser rapidement une formation de phase solide/solide par diffusion. Ce but ne peut être atteint que si la poudre est fine.

a- Billes en acier



b- Broyeur en inox



c- Machine de broyage



Figure III. 3 : Système de broyage sec à bille

III. 2. 4 Collage

Après le broyage, l'utilisation d'une colle, appelée agent de formage, est indispensable pour la cohésion des poudres après pressage. Grâce à ce procédé, on aura une bonne répartition de la densité lors du pressage car la friction entre grains et celle entre grains et parois est diminuée. Cependant, les agents de formage présentent l'inconvénient d'augmenter la teneur en carbone et celui d'élever le taux d'impuretés. Les principaux constituants de la colle utilisée sont le caoutchouc et l'essence. Les proportions utilisées pour le collage sont 100 ml de colle par kilogramme de mélange des poudres (Fig. III. 4).



Figure III. 4 : Colle (caoutchouc + essence)

III. 2. 4. 1 Technique de compactage

Le compactage des poudres est schématisé sur la figure III. 5.

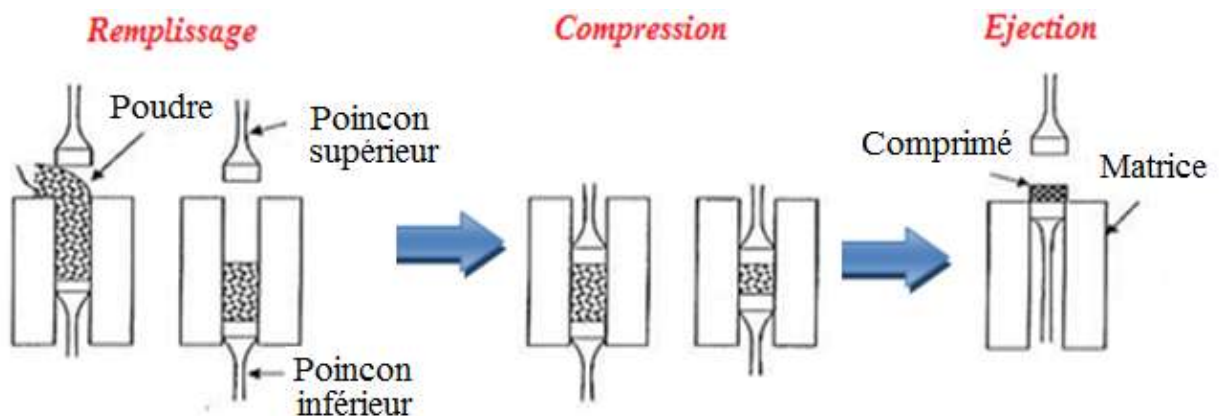


Figure III. 5 : Cycle de compactation

Nous commençons par mettre une quantité contrôlée de poudre dans la matrice. Ensuite, nous appliquons une pression prédéterminée sur la poudre par l'intermédiaire des poinçons supérieures et inférieurs. Le déplacement de ces derniers génère un comprimé conforme aux formes et aux tailles respectives de la matrice et du poinçon. L'opération se termine par le retrait du poinçon supérieur de la matrice et en conséquence, le poinçon inférieur se déplace vers le haut en injectant la pièce de la matrice.

III. 2. 4. 2 Presse de compression uniaxiale

L'utilisation de la presse hydraulique (Fig. III. 6) à haute pression a permis d'obtenir des échantillons de forme parallélépipédique grâce au dispositif de pressage présenté sur la figure III. 7.



Figure III. 6 : Presse hydraulique

Cette forme facilite l'homogénéité de pressage. La pression de compactage peut atteindre 25 MPa. Le facteur dont il faut tenir compte après le frittage est le retrait.

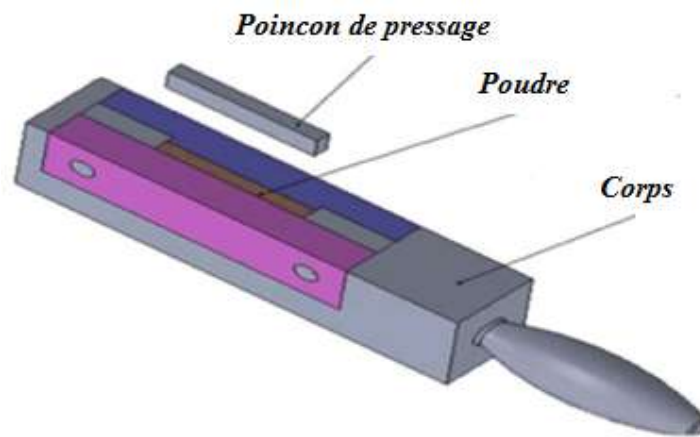


Figure III. 7 : dispositif de pressage

Notons qu'il faut tenir compte du pourcentage de l'oxygène dans le fer, lequel est égale 3.47 % après pressage. Les échantillons du système sont élaborés par un pressage de 10MPa.

% du Fe et Cu Echantillon	Fe	Cu
1	99.75	0.25
2	99.6	0.4
3	99.45	0.55
4	99.3	0.7
5	99.15	0.85
6	99.0	1

Tableau III. 2 : Composition chimique en % du système Fe-Cu

III. 3 Elaboration du composé Fe-Cu par frittage en phase liquide

Le composé Fe-Cu est élaboré par frittage en phase liquide en faisant intervenir la fusion d'au moins l'un des constituants initiaux. En conséquence, il se fait à une température comprise entre le plus haut et le plus bas des points de fusion des constituants des poudres à fritter. Les mécanismes mis en jeu font intervenir des phénomènes de fusion, de mise en solution, de diffusion, d'écoulement liquide par capillarité, de réarrangement des particules solides et d'élimination de la porosité dans un milieu géométrique tridimensionnel aléatoire.

III. 4 Four de frittage

La température de frittage des pièces est de 1250 °C dans un four à hydrogène tubulaire à filament électrique dont la température maximale est de 1600 °C (Fig. III. 8).



Figure III. 8 : Four à hydrogène

Ce four de frittage se compose habituellement de trois zone différentes de chauffage avec un temps de maintien calculé selon le type de chaque alliage (la composition chimique, le volume de l'échantillon,.....etc.). Ensuite, ces échantillons sont refroidis sous atmosphère contrôlée par un gaz inerte H_2 pour éviter l'oxydation et la formation des pores.

1. la zone de préchauffage est aux environs de 250 à 300 °C.
2. la zone chaude où les pièces en poudre de fer et de cuivre sont frittées à 1250 °C (frittage en phase liquide).
3. la zone de refroidissement où les pièces frittées sont refroidies jusqu'à environ 150 - 250 °C, avant d'être mises à l'air (le refroidissement est réalisé à l'aide d'un tube contenant de l'eau froide en contact avec les parois de la zone du four).

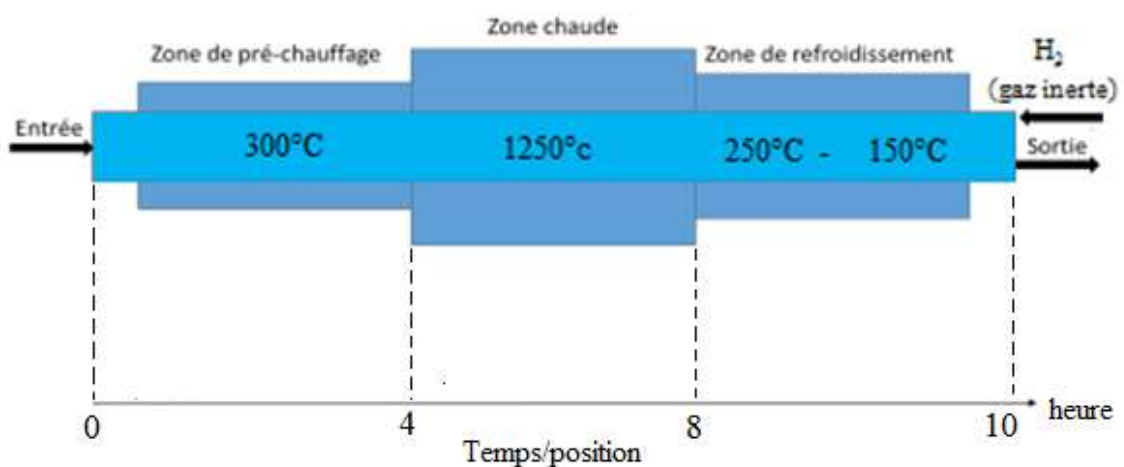


Figure III. 9 : Schéma de processus d'élaboration du Fe-Cu

III. 5 Mesure de la densité

Les dimensions des pièces préparées sont représentées sur la figure III. 10.

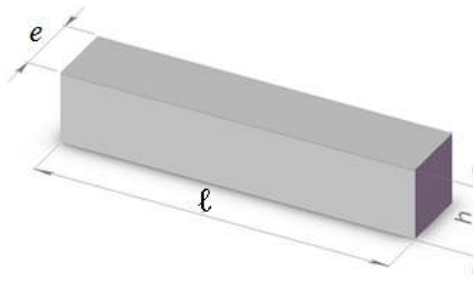


Figure III. 10 : Dimensions d'échantillon

La densité a été mesurée par un densimètre digital de type *Voyager Pro Modèle : VP6102 C*. Les mesures de la masse (m) et du volume (V) des échantillons ont permis de calculer, également, la densité des échantillons, selon la formule classique :

$$\rho = m/V \quad \text{III -1}$$

Pour évaluer le volume des éprouvettes. Les mesures de densités des pièces crues et celles des pièces frittées ont été effectuées en 4 étapes. Les éprouvettes compactée ou frittée sont d'abord pesées avec une balance (Fig. III. 11) dont la précision est de 0.00000. Par la suite, les dimensions des éprouvettes sont mesurées à l'aide d'un micromètre qui permet une précision de ± 0.005 mm. Ces dimensions sont utilisées pour calculer le volume de chaque éprouvette.



Figure III. 11 : Balance électrique de 0.00001

Le principe de mesure de la densité se base sur le Principe d'Archimède :
« Quand un corps est immergé dans un liquide, il subit une poussée verticale. Cette dernière est juste égale à la force pondérale du liquide déplacé. Cette force agit verticalement vers le haut ».

La densité de l'échantillon est calculée par la formule

$$\rho = \frac{A}{A-B} \rho_0 \quad \text{III -2}$$

Où A, B, ρ_0 sont respectivement le poids de l'échantillon dans l'air, le poids de l'échantillon dans le liquide de mesure, la densité du liquide de mesure. La détermination des deux premières grandeurs se fait à l'aide d'un système de balance KERN ALS/PLS-A01. La dépendante de la température est répertoriée dans le fascicule fourni avec l'appareil (Fig. III. 12)



Figure III. 12 : Densimètre digital type Voyager Pro Modèle : VP6102 C.

La densité ainsi que la masse des échantillons après pressage sont regroupées sur le tableau III. 3 :

Ech-	ℓ. h. e ±0,1 mm	D vert	m (gr)
1	29,5 x 6 x 5,3	3,34	3,1
2	29,6 x 6,1 x 5,5	3,51	3,1
3	29,6 x 6,1 x 5,2	3,21	3,0
4	29,6 x 6,1 x 5,5	3,40	3,0
5	29,6 x 6,1 x 5,4	3,45	3,1
6	29,5 x 6,1 x 5,3	3,29	3,0

Tableau III. 3 : Les caractéristiques des échantillons après pressage

III. 6 Calcul du rétrécissement

La densité et les dimensions des échantillons frittés sont représentées sur le tableau III .4. Les résultats du pourcentage de rétrécissement calculé sont reportés sur le tableau III. 5.

Ech-	L.H.E $\pm 0,1$ mm	P (gr)	D ₀	D _a appareil
1	23,10 x 4,15 x 4,7	2,43	5,39	6,07
2	23,15 x 4,3 x 4,7	2,64	5,64	6,36
3	23,15 x 4,2 x 4,7	2,54	5,56	5,93
4	23,5 x 4,3 x 4,8	2,32	4,78	5,89
5	23,0 x 4,1 x 4,8	2,59	5,72	6,16
6	23,10 x 4,2 x 4,7	2,55	5,59	6,07

Tableau III. 4 : Les caractéristiques des échantillons après frittage

Ech-	L / ℓ	H / h	E / e
1	0.783	0.692	0.886
2	0.782	0.705	0.854
3	0.782	0.688	0.904
4	0.794	0.705	0.873
5	0.777	0.672	0.889
6	0.783	0.688	0.887
Valeur moyenne	0.784	0.692	0.882
	0.786		

Tableau III. 5 : Les coefficients de rétrécissement de dimensions des échantillons après frittage

III. 7 Traitements thermiques

Les traitements de trempe et de revenu permettent d'améliorer les propriétés mécaniques des alliages. Pour réaliser la trempe des échantillons Fe-Cu produits, nous les avons mis dans un four de trempe à bain de sel ($\text{BaCl}_2 + \text{NaCl}$). Les échantillons ont été, par la suite, refroidis de deux manières, à l'huile (Tisca30) et à l'eau. Afin d'assurer une uniformité de chauffage et une absence de dénaturalisation du système, nous avons considéré une température de trempe de 850 °C.

Le traitement de revenu produit un durcissement structural et sert à diminuer la fragilité de la pièce et à éliminer les contraintes résiduelles. Dans cet objectif, les échantillons ont été chauffés à une température de revenu de 180 °C dans un bain de nitrate pendant 45 minutes et refroidis lentement.

III. 8 Caractérisation microscopique

III. 8. 1 Préparation des échantillons

III. 8. 1. 1 Polissage

La visualisation des différentes phases, des joints de grains ou encore de la porosité nécessite au préalable une bonne préparation de la surface des échantillons à observer. La première étape étant le polissage des échantillons, celui-ci est réalisé avec une polisseuse manuelle (fig. III. 13).

Les pièces sont polies par abrasion et le polissage s'effectue dans des conditions métallographiques standard et en présence d'eau, les papiers abrasifs utilisés sont :

- Pour ébauche : P300 ; P600 et P800
- Pour finition : P1200 ; P2000 et P4000.
- Supère finition : des draps tissés avec ajout de suspensions de diamant.

Nous avons également procédé à un polissage automatique dans l'espoir de mettre en contraste les joints de grains et les images microscopiques (fig. III.14).



Figure III. 13 : Polisseuse manuel



Figure III. 14 : Polisseuse automatique

III. 8. 1. 2 Attaques chimiques

Les échantillons à base de fer destinés à l'observation métallographique ont été attaqué au Nital 4 % (4 ml HNO₃ par 96 ml CH₃OH) pendant une durée variant de 15 à 30 secondes [64]. L'attaque chimique permet de mettre en évidence les différentes phases constituant les matériaux ainsi que les contours granulaires et certains défauts. Préalablement, les échantillons élaborés par frittage ont été découpés puis enrobés à froid sous vide dans une résine époxy. Un polissage semi-automatique a été réalisé avec des papiers SiC et des draps tissés sur lesquels, on a vaporisé de suspensions de diamant. Le polissage est utilisé afin d'atteindre un état de surface miroir. Le réactif, souvent utilisé pour révéler les microstructures des aciers perlitiques, n'a pas permis de révéler correctement les anciens joints de grains austénitiques dans le cas de nos alliages.

III. 8. 2 Analyse microscopique

Pour comprendre et améliorer le comportement des matériaux métalliques, il faut établir la liaison entre les phénomènes à l'échelle microscopique et les propriétés macroscopiques. La structure interne des matériaux est composée de grains ou de particules de taille microscopique, qui constituent la microstructure. Celle-ci est observable par microscopie (optique ou électronique).

C'est grâce à la modification contrôlée de la microstructure (notamment au cours de la fabrication ou de la mise en forme) que l'on obtient les propriétés désirées. Par ailleurs, toute évolution de la microstructure entraîne aussi une modification des propriétés.

III. 8. 2. 1 Microscope optique

Il a été utile pour identifier l'emplacement des régions composées des phases (grains) et la porosité et d'observer les échantillons avec un grossissement x500.

Le microscope optique (olympvs- bxsam) présenté sur La Figure III. 15 est utilisé pour identifier l'emplacement de porosité et observer les phases des différents alliages.

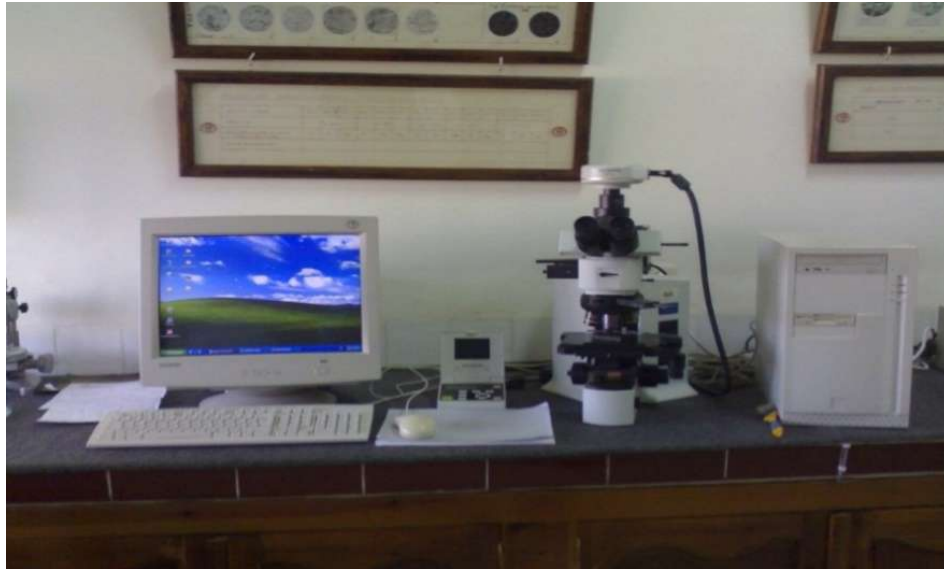


Figure III. 15 : Microscope optiques (olympvs- bxsam)

III. 8. 2. 2 Microscopie électronique à balayage (MEB)

Cette technique nous a permis d'analyser la morphologie et la composition chimique de nos structures à l'aide de trois signaux résultants de l'interaction du faisceau d'électrons avec l'échantillon.

La figure III. 16 montre le Microscopie Electronique à Balayage (MEB-EDX Quanta).

Les analyses dispersives en énergie (EDX) couplées au MEB sont aussi utilisées pour vérifier la proportion massique et atomique des composants microstructuraux des échantillons produits.

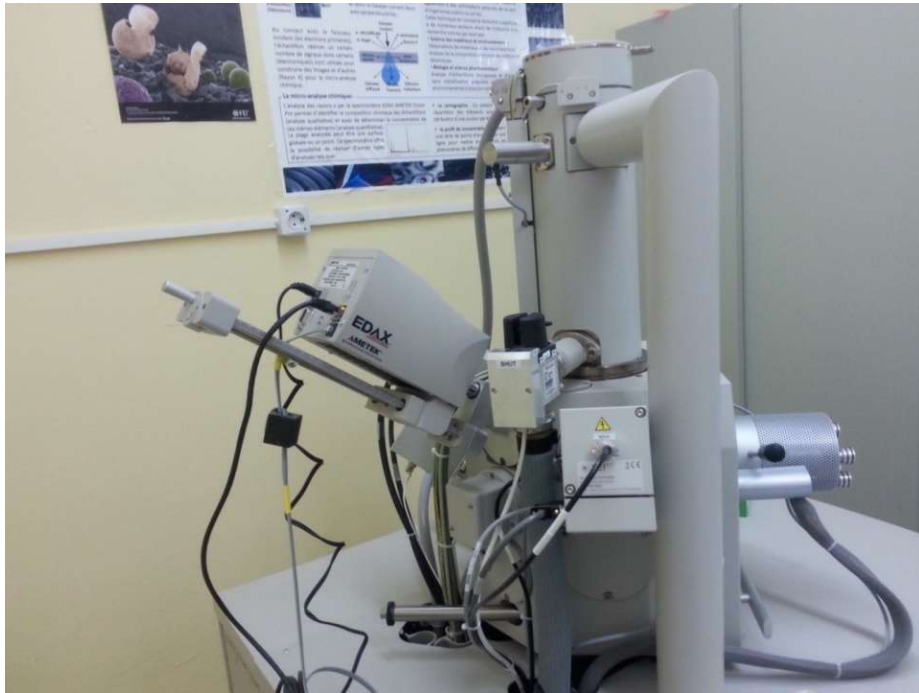


Figure III. 16 : MEB-EDX Quanta 250

III. 8. 2. 3 Spectrométrie des rayons X en sélection d'énergie (EDX)

La spectrométrie à dispersion des énergies a été utilisée conjointement au MEB pour identifier les éléments présents dans les principaux constituants microstructuraux. Les électrons primaires envoyés sur l'échantillon observé interagissent de plusieurs façons avec lui. Une de ces interactions consiste à ioniser les atomes. Un rayon X peut être créé suite à des transitions électroniques.

La technique EDX jumelée à la technique MEB est très utile puisqu'elle permet d'exécuter des microanalyses chimiques de régions ciblées. Les analyses EDX ont été conduites sous une tension d'accélération de 15keV. Des ratios d'intensité ont été calculés à partir des spectres EDX obtenus.

III. 9 Essais de dureté HRC

Des mesures multiples de dureté pour chaque échantillon fritté ont été prises à l'aide d'un appareil digital (OMAGAFFRI modèle 250 MRS) (fig. III. 17) muni d'une pointe en diamant de forme conique. La charge appliquée est de 150 N et ainsi les valeurs obtenues sont à l'échelle HRc.



Figure III. 17 : Duromètre digital (OMAGAFFRI modèle 250 MRS)

Chapitre: IV

Résultats et discussion

IV. 1 Introduction

Les résultats présentés dans ce chapitre sont obtenus suite aux investigations expérimentales suivantes :

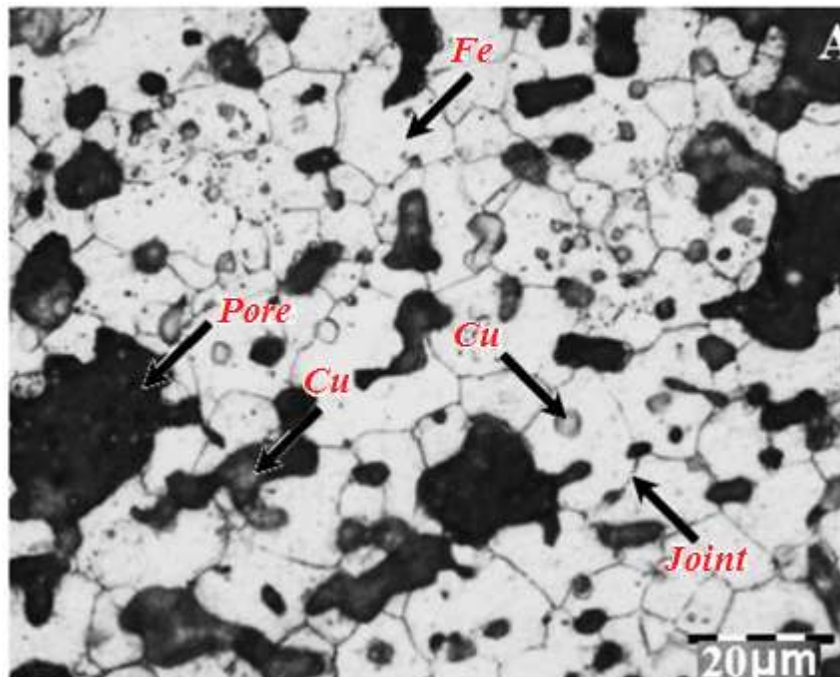
- Des échantillons, de dimensions $(29,5 \times 6 \times 5,5) \pm 0,2 \text{ mm}^3$, ont été élaborés avec une teneur massique en cuivre variant de 0.25 à 1 %.
- Ces échantillons ont été produits par frittage en utilisant une force de compression variable afin d'en relever l'effet.
- La propriété mécanique ciblée dans le présent travail est la dureté, laquelle a été examinée après traitement thermique et refroidissement dans un bain d'huile et un refroidissement plus rapide dans un bain d'eau.

IV. 2 Caractérisation microstructurale

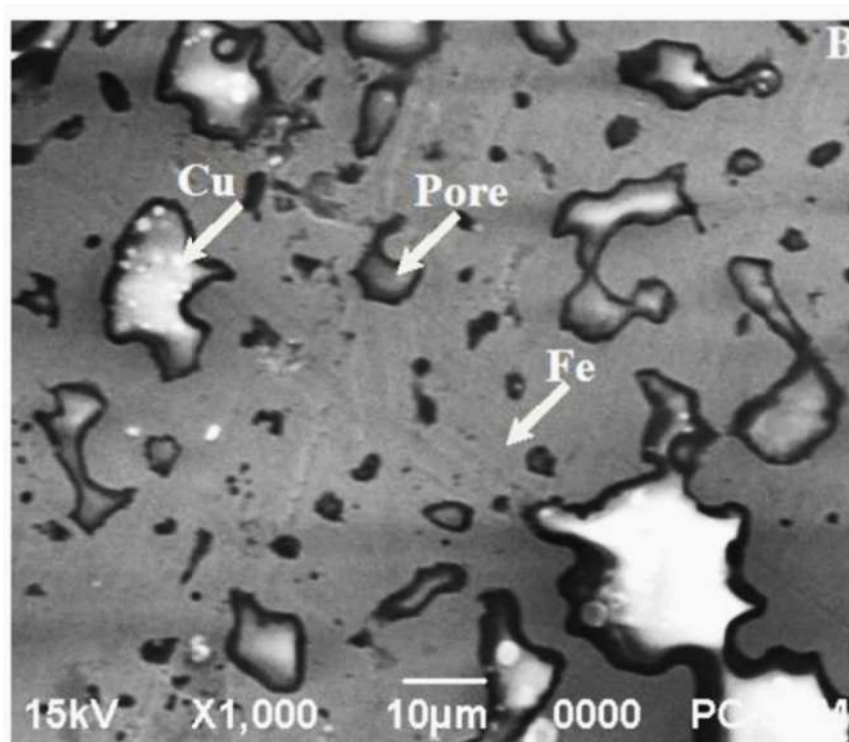
Nous avons examiné la microstructure du système binaire $\text{Fe}_{100-x}\text{-Cu}_x$ au microscope optique puis au MEB. Outre la porosité remarquée occupant une zone qui apparaît noire, la Figure IV. 1 montre que la structure de l'alliage se compose essentiellement de deux phases:

- Une phase de couleur grise qui correspond aux particules de fer frittées,
- Une phase lumineuse (blanche) qui correspond aux particules de cuivre présentes le long des joints des grains de fer . Ce qui est en accord avec les travaux de O. G. Rodchenko et al. [65].

On note aussi la présence de grains de cuivre dont la taille est relativement petite et qui sont de structure irrégulière. Ces grains se sont formés, probablement, avant l'infiltration du cuivre dans les joints de grains ou le long des grains de fer en contact. Comme la teneur en cuivre est faible (0,25 % à 1 %), celui-ci occupe les positions interstitielles pendant le frittage. A ce stade, le cuivre se précipite dans les pores existant. Cependant, cette porosité diminue quand le pourcentage de cuivre augmente.



• Image A: Microscope optique x500



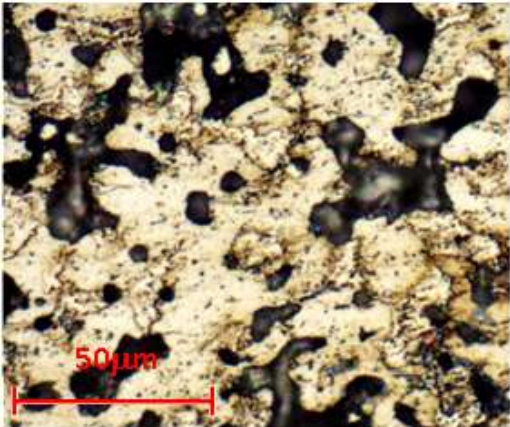
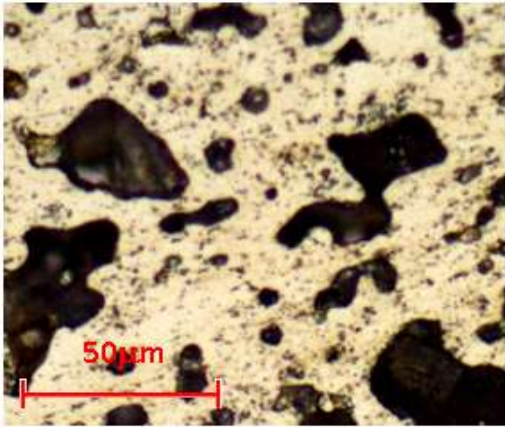
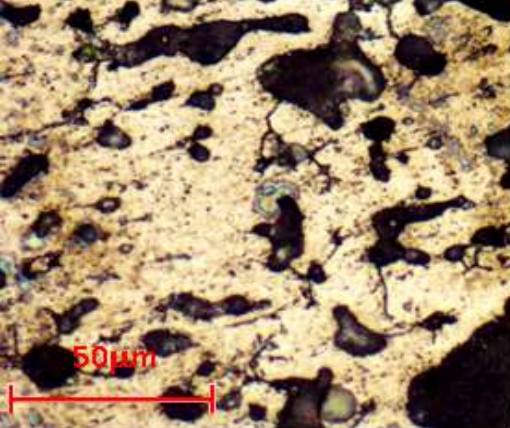
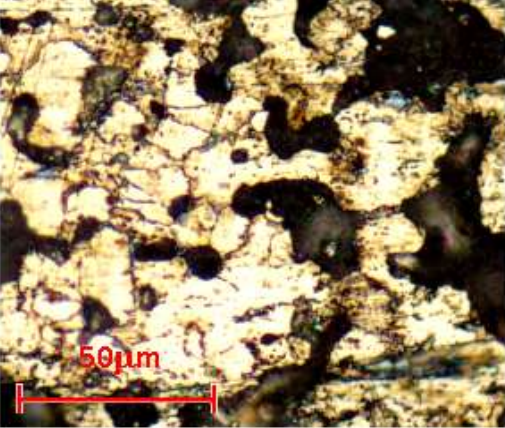
• Image B: MEB x1000

Figure IV. 1 : Les différentes zones de la structure microscopique du Fe-Cu

IV. 2. 1 Etude micrographique des différentes structures en fonction de la teneur en cuivre

Les images de la figure IV. 2 ont été prises au microscope optique afin de regarder dans un premier temps la morphologie de l'alliage et de suivre l'évolution de celle-ci en fonction de la teneur en cuivre.

On remarque que la taille des grains augmente après les traitements thermiques et on constate aussi, que quelques grains de cuivre de petite taille se précipitent entre les joints de $Fe_{100-x}Cu_x$. Cette précipitation est particulièrement relevée pour une teneur de 0.4 % en cuivre.

x	<i>Avant traitement</i>	<i>Après traitement</i>
0.25		
0.40		

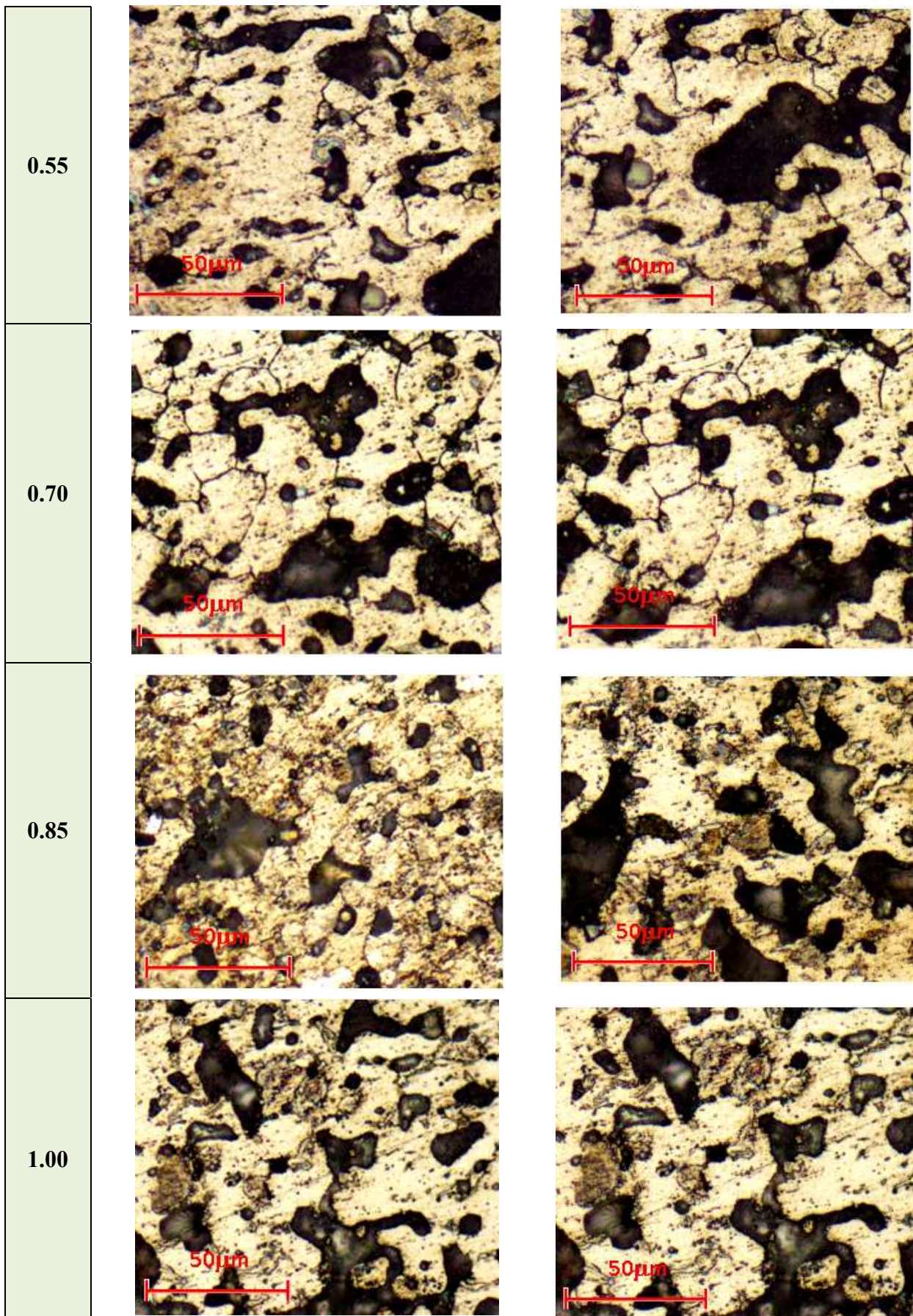
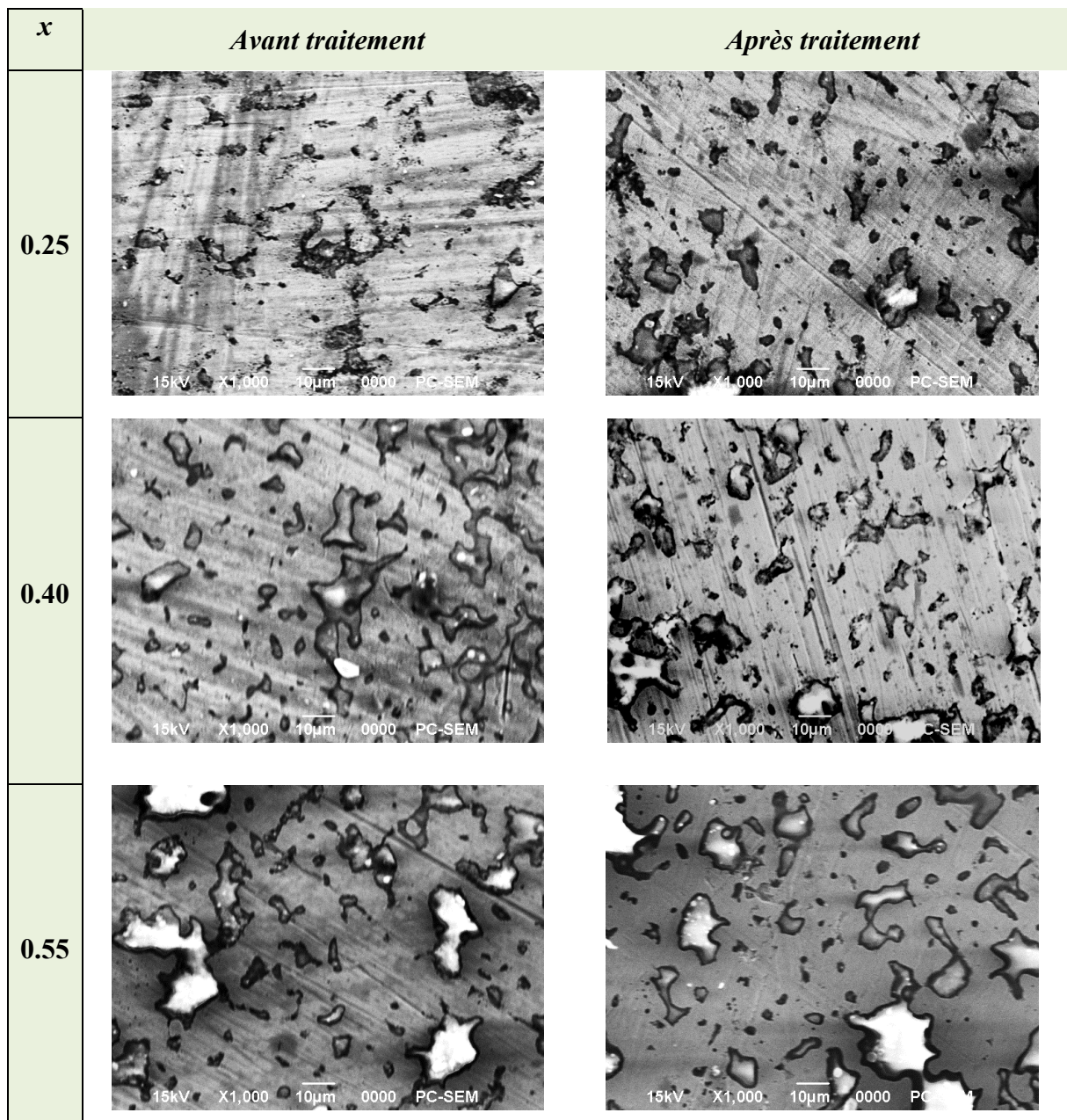


Figure IV. 2 : Observation par microscope optique de différente structure du $Fe_{100-x}Cu_x$

Par ailleurs, on peut noter qu'il n'y a pas de changement significatif en termes de morphologie après traitement thermique. Le taux de porosité reste assez élevé ce qui est dû à la pression de compactage égale à 10 ± 0.5 MPa. On constate que le taux de porosité diminue lorsque la pression de compactage augmente aussi bien avant qu'après traitement thermique.

Les images MEB illustrées sur la figure IV. 3, montrent que les grains de cuivre s'accumulent de plus en plus dans les pores chaque fois que la teneur en cuivre augmente. On note, qu'il y a une redistribution de ces grains après les traitements thermiques.



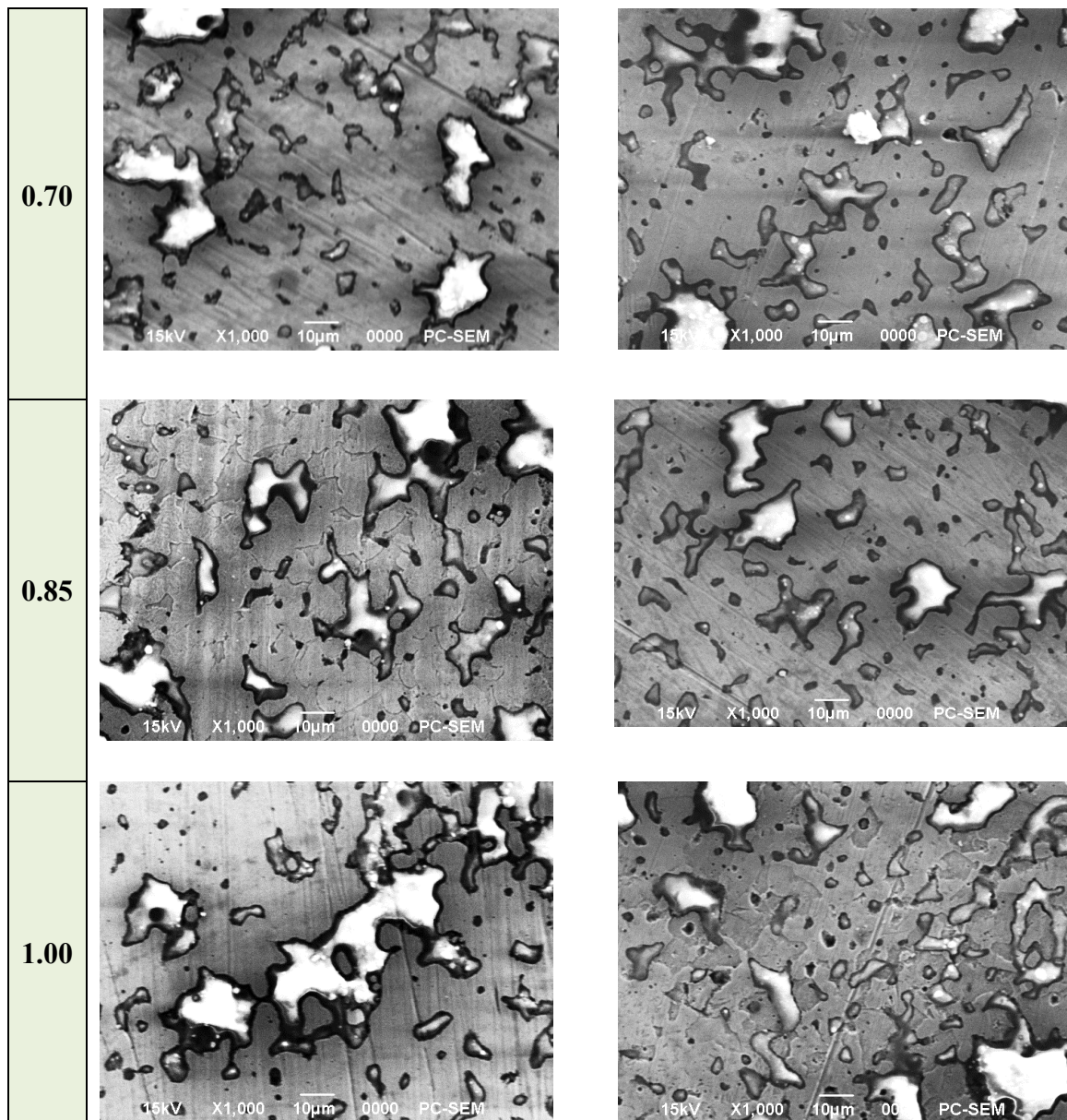
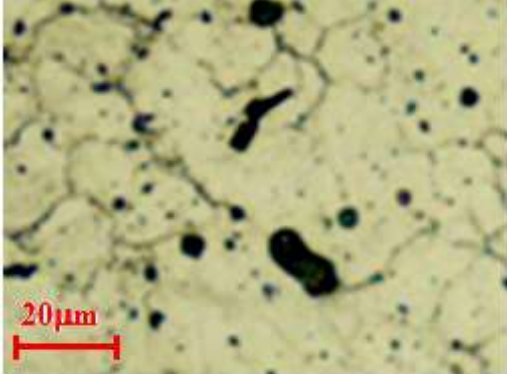
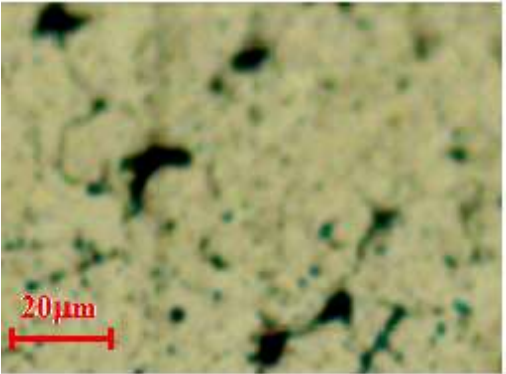
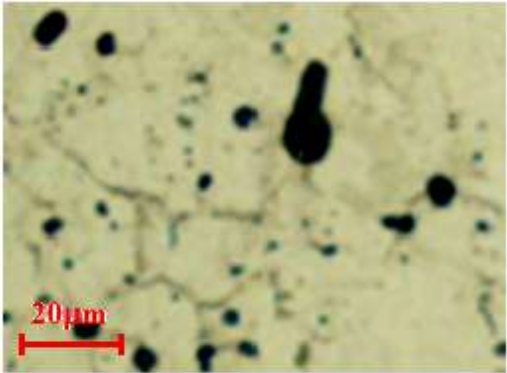
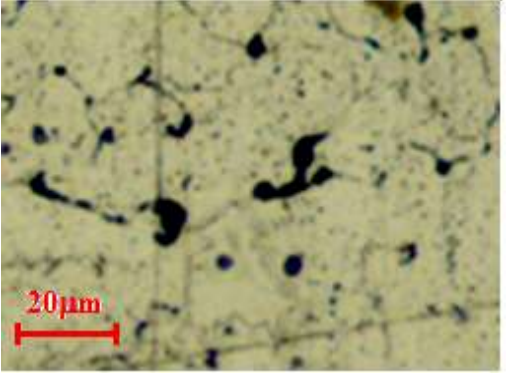
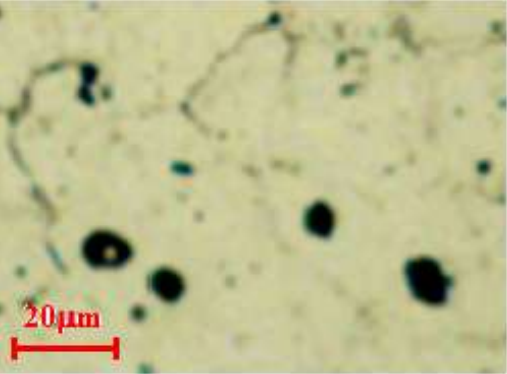
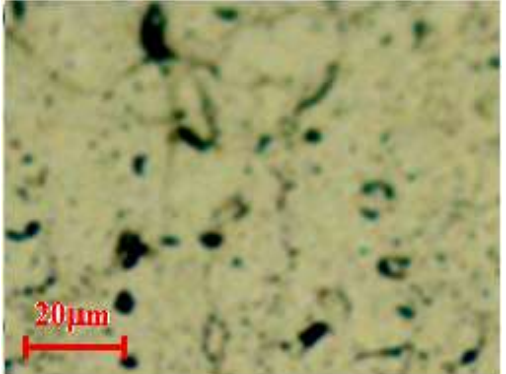
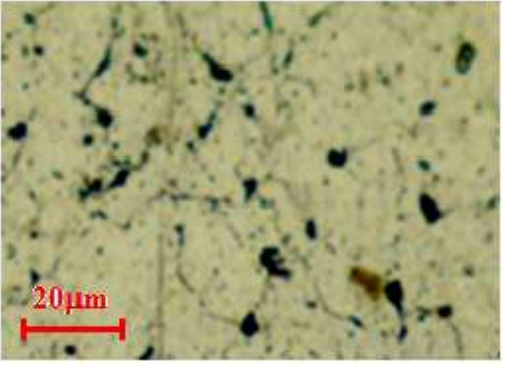
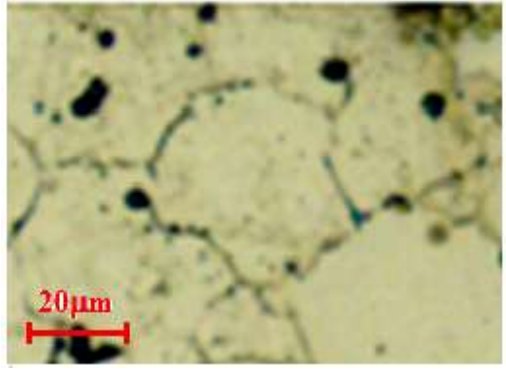


Figure IV. 3 : Observation par MEB de différente structure du $\text{Fe}_{100-x}\text{Cu}_x$

IV. 2. 2 Effet de la pression de compactage

La figure IV. 4 montre qu'il n'y a pas un changement remarquable au niveau du taux de porosité malgré que la teneur en cuivre a atteint la valeur de 2,1 % ; c'est à dire jusqu'à la limite de la zone de fer (α).

Les micrographies obtenues pour des échantillons ayant subi à un traitement de trempe montrent que la répartition des grains de cuivre ainsi que leurs tailles a changé. En effet, les grains de cuivre s'accumulent dans les pores plus grand, ce qui explique qu'il ya une recristallisation de ceux-ci.

<i>Pression [MPa]</i>	<i>Avant traitement</i>	<i>Après traitement</i>
3.5		
5		
10		
14.5		

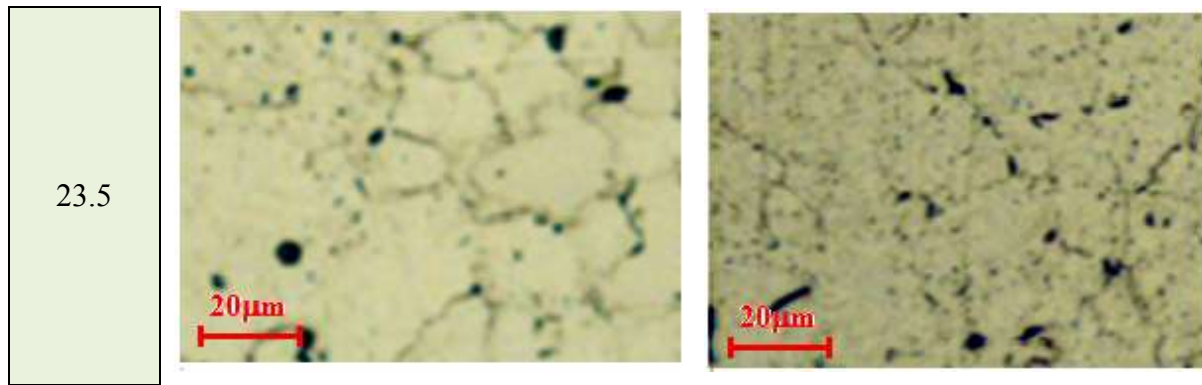


Figure IV. 4 : Observation par microscope optique de différente structure du Fe-Cu en fonction de pression de compactage

Les images de la Figure IV. 5. a-b montrent qu'il y a une accumulation des grains de cuivre après les traitements de trempe. Ceci explique l'augmentation de la dureté. Les pores de grande taille existant initialement dans le système Fe-Cu deviennent plus petits après la diffusion des grains de cuivre qui se déplacent sous l'effet de la trempe vers ces sites.

Le microscope électronique à balayage permet de voir la dépendance éventuelle, morphologique ou dimensionnelle des grains liés à la température de frittage. Il permet aussi d'évaluer qualitativement la porosité.

Les microstructures obtenues par MEB pour les différents échantillons montrent que la miscibilité du cuivre dans le fer est faible ; le cuivre précipite dans les pores. La distribution du cuivre est homogène, les précipités de cuivre sont entourés de grains de fer. On note qu'un certain nombre de grains de cuivre de quelques microns de diamètre sont observés à l'intérieur des grains de fer.

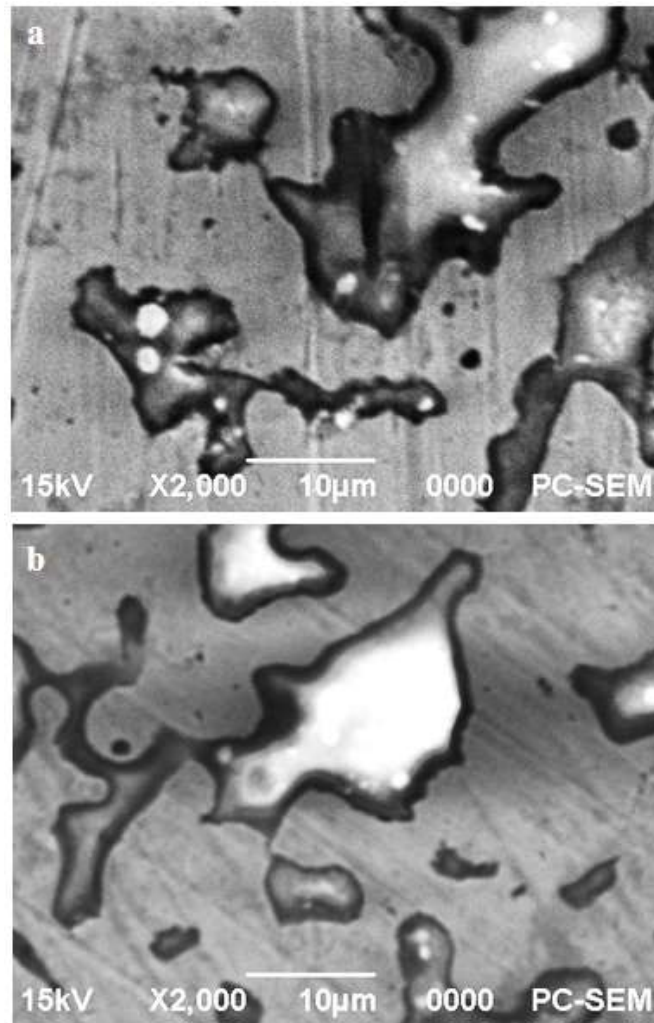


Figure IV. 5 : Les images MEB du $\text{Fe}_{100-x}\text{-Cu}_x$ ($x=0.55$)
a/ image avant traitement b/ image après traitement

Au cours de la caractérisation par MEB, nous avons remarqué une absence de fissure particulièrement pour les échantillons ayant subi une trempe où le refroidissement est rapide (Figure IV. 5- b). Cette microporosité interne observée joue un rôle de frein dans la propagation des fissures.

IV. 2. 3 Densification

Le tableau regroupe les résultats obtenus pour la densité et le coefficient de rétrécissement. La densité varie avec la teneur de cuivre dans l'alliage. Le coefficient de rétrécissement enregistré, pour chaque échantillon après frittage, est linéaire dans les trois directions et il est de l'ordre de 21 à 23 % [66].

La compression à froid est l'une des techniques qui permettent d'étudier le mécanisme de densification dans des conditions proches de celles de la phase de

compression industrielle. Le frottement joue systématiquement un rôle au sens ou l'hétérogénéité de la distribution de densité est mesurable. L'hypothèse que la répartition de densité est homogène en début de compression est souvent appliquée.

Le frittage conventionnel ne permet pas d'obtenir un matériau dense. Une compression isostatique à chaud est mieux adaptée pour atteindre des compacts d'une densité élevée. Les échantillons à vert présentent une densité sensible à la teneur en cuivre mais cette sensibilité n'est pas régulière. Similairement cette observation est notée après frittage. Par contre la teneur n'a pas d'impact sur le rétrécissement.

Echantillon	Composition %Cu (masse)	Dimensions (mm) ± 0.1	densité Verte	Densité après frittage	rétrécissement (%)
1	Fe- 0.4 % Cu	29,5 x 6,0 x 5,5	3,51	6,36	21 - 23
2	Fe- 0.55 % Cu		3,21	5,93	
3	Fe- 0.70 % Cu		3,40	5,89	
4	Fe- 0.85 % Cu		3,45	6,16	
5	Fe- 1 % Cu		3,29	6,07	

Tableau IV. 1 : La densité et le coefficient de rétrécissement du $Fe_{100-x}-Cu_x$

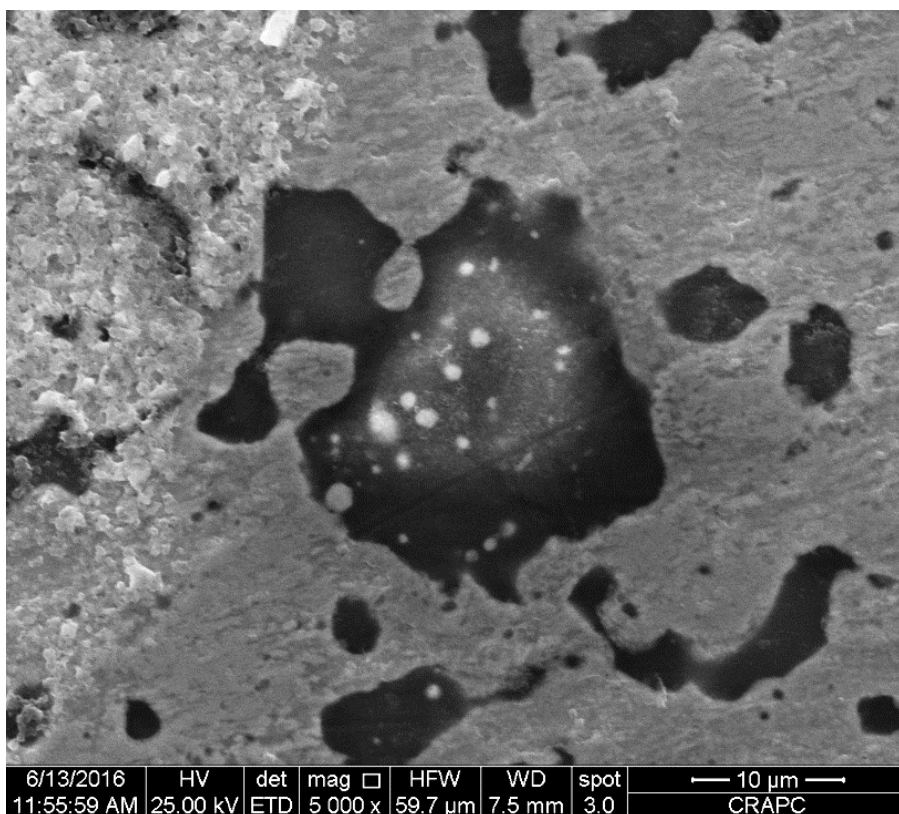


Figure IV. 6 : Micrographie de particules de cuivre à l'intérieur du pore du Fe-Cu

Sur la figure IV. 6 on peut noter que les particules de cuivre n'adhèrent pas aux parois de la matrice ce qui montre l'immiscibilité du cuivre. Les précipités semblent être de tailles irrégulières et sont concentrés aux centres des pores de grandes dimensions.

- **Taille de grains du Cuivre**

Une accumulation des grains de cuivre pour une teneur de 0,55 % en masse est illustrée sur la figure IV. 7. Ces grains n'ont pas une orientation préférentielle. Il est connu que la taille des grains possédant une orientation donnée permet de procéder à une analyse quantitative de la microstructure. Malheureusement, même à partir d'un nombre élevé de grains, très peu d'entre eux sont orientés exactement dans des directions idéales. C'est le cas du type de morphologie observée sur les cartographies. La taille des particules de cuivre ne varie pas de façon significative, elle est de l'ordre de 500nm en moyenne quel que soit la teneur en cuivre. La distribution des grains de cuivre est hétérogène (Fig. IV. 7. (b)).

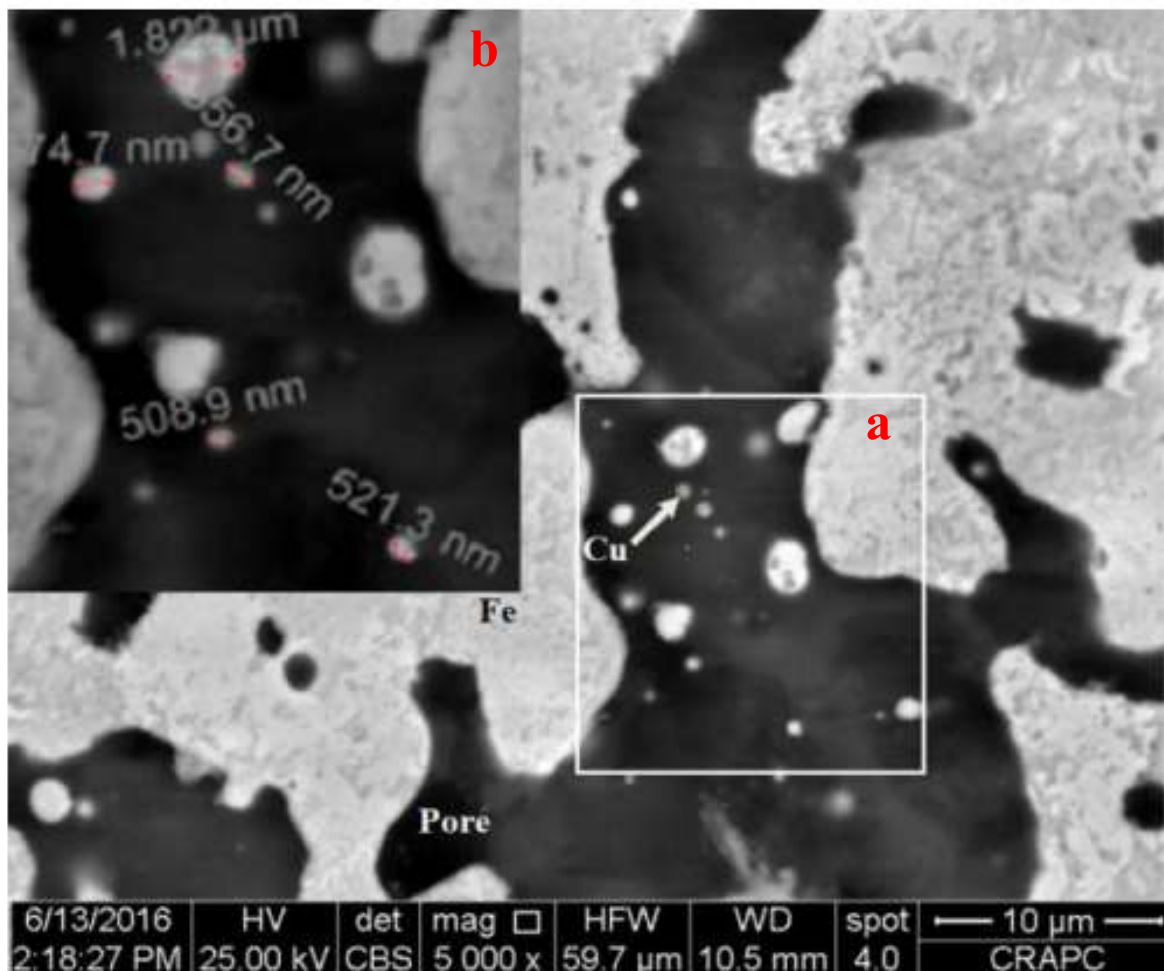
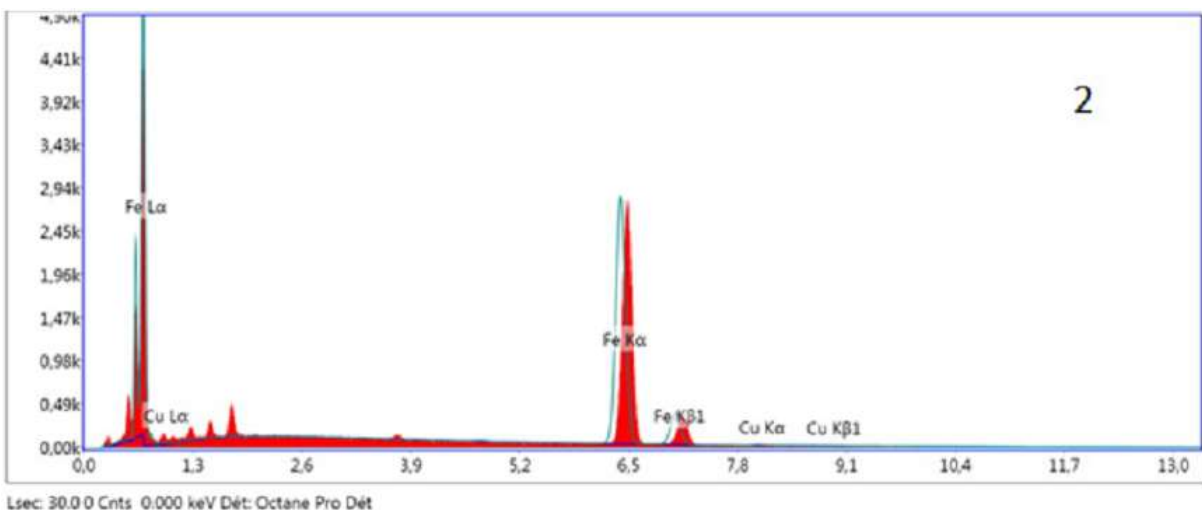
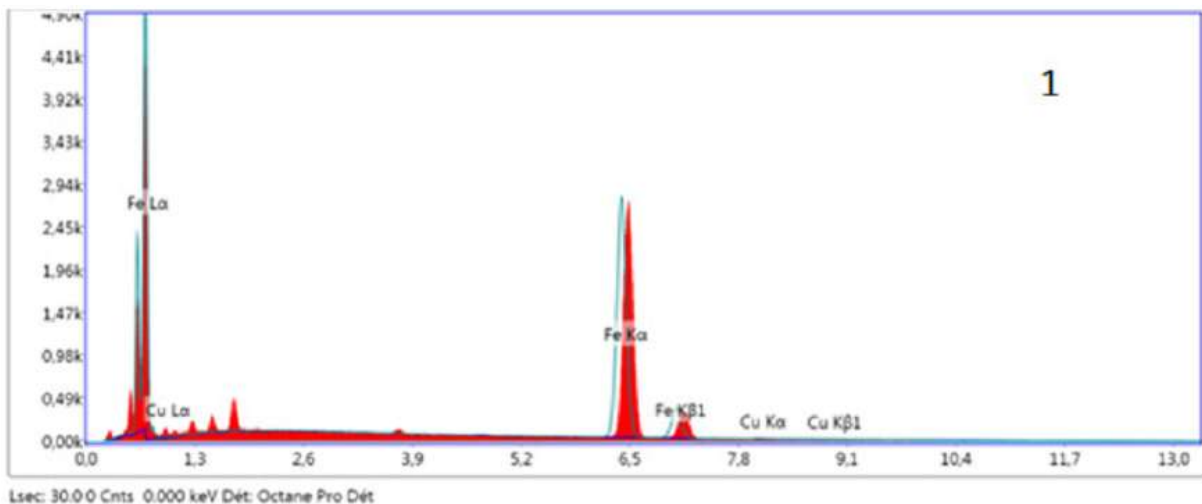


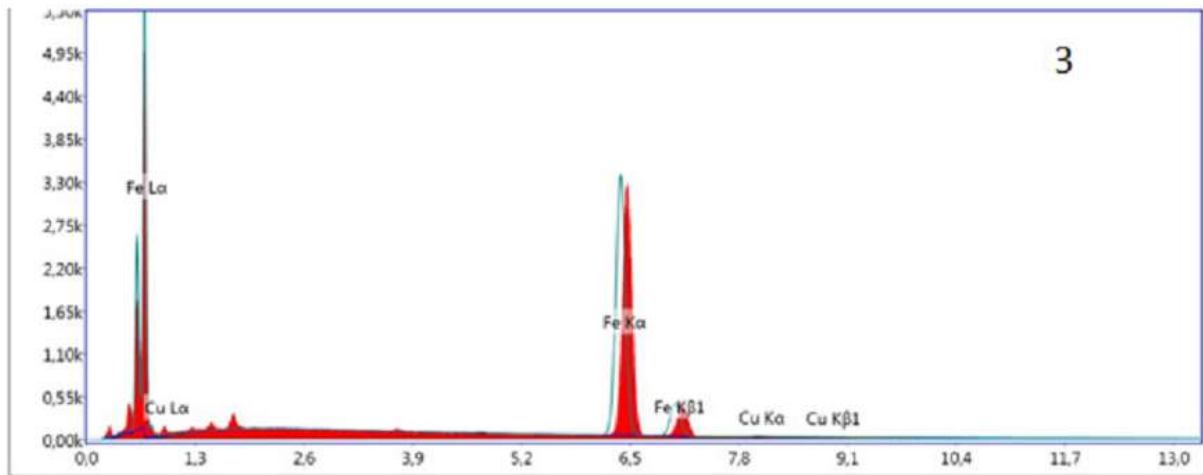
Figure IV. 7 : La taille de grain du $\text{Fe}_{100-x}\text{-Cu}_x$ ($x=0.55$)

Les deux éléments sont immiscibles, mais une croissance de taille causé par l'inter-diffusion Cu-Cu et Fe-Fe peut être observée après frittage. La texture ne varie pratiquement pas par rapport à celle de l'alliage avant traitement.

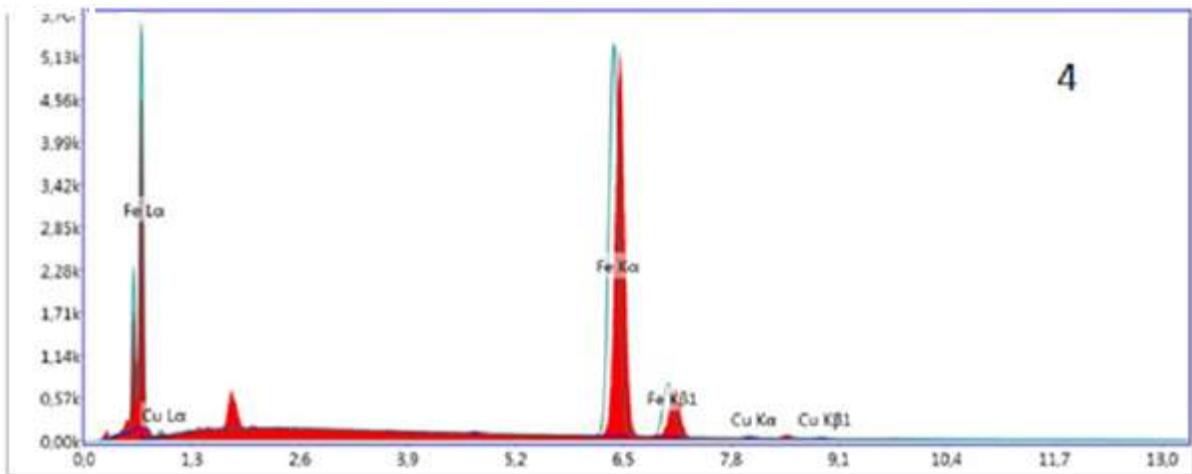
IV. 3 Analyse MEB / EDX

Cette analyse permet de définir quantitativement les compositions chimiques, pour connaître avec précision les proportions des éléments constitutifs du système $Fe_{100-x}Cu_x$ (Tableau 1) et pouvoir calculer, ainsi, le taux de porosité dans l'alliage. Afin de vérifier la composition chimique des échantillons produits, une analyse EDX a été effectuée. Les spectres obtenus révèlent la présence de traces de cuivres dans la matrice de fer. On peut remarquer que les valeurs fournies par cet examen et les données initiales sont identiques (Tableau IV. 2).

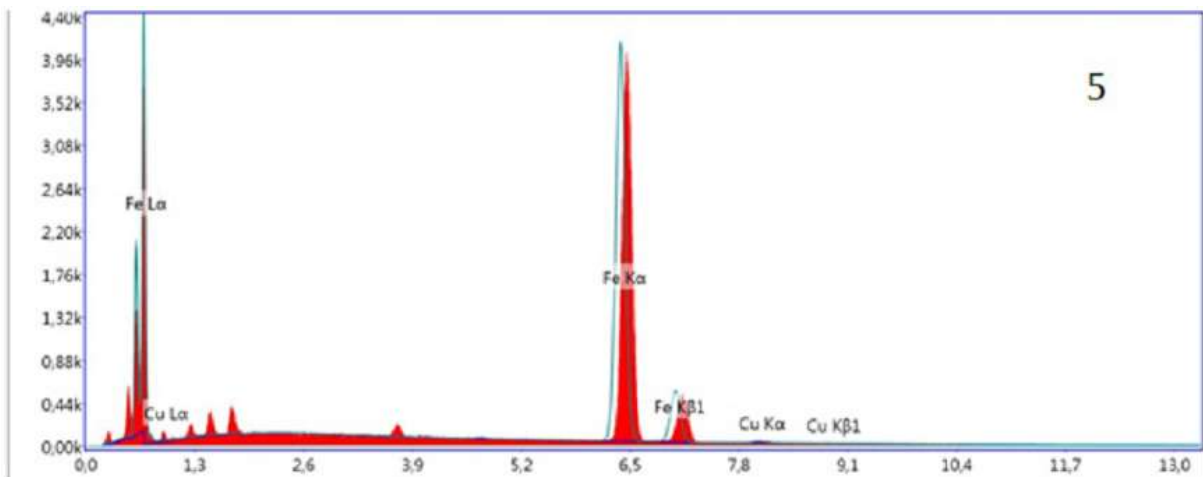




Lsec: 30.0 0 Cnts 0.000 keV Dét: Octane Pro Dét



Lsec: 30.0 0 Cnts 0.000 keV Dét: Octane Pro Dét



Lsec: 30.0 0 Cnts 0.000 keV Dét: Octane Pro Dét

Figure IV. 8 : Les spectres EDX pour les différents alliages $Fe_{100-x}-Cu_x$ [66]

Echantillon	Eléments	% de masse	% atomique	Intensité totale
1	Fek	99.57	99.65	2562.02
	Cuk	0.43	0.35	6.15
2	Fek	99.49	99.55	2558.78
	Cuk	0.51	0.45	7.24
3	Fek	99.41	99.48	3037.16
	Cuk	0.59	0.52	9.88
4	Fek	99.20	99.33	4757.89
	Cuk	0.80	0.67	20.14
5	Fek	99.01	99.13	3718.49
	Cuk	0.99	0.87	20.31

Tableau IV. 2 : Composition chimique des différents alliages $Fe_{100-x}-Cu_x$

IV. 4 Cartographie

La figure IV. 9, montre la cartographie de la structure du système Fe-Cu pour une teneur en cuivre de 0.55 %. On voit des grains de cuivre de forme sphériques localisées dans les sites poreux.

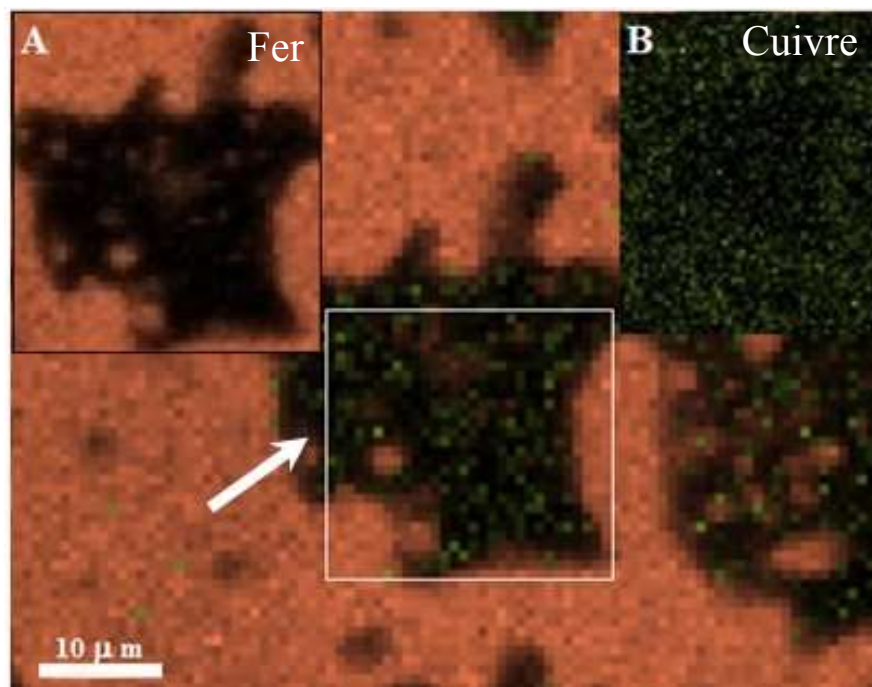
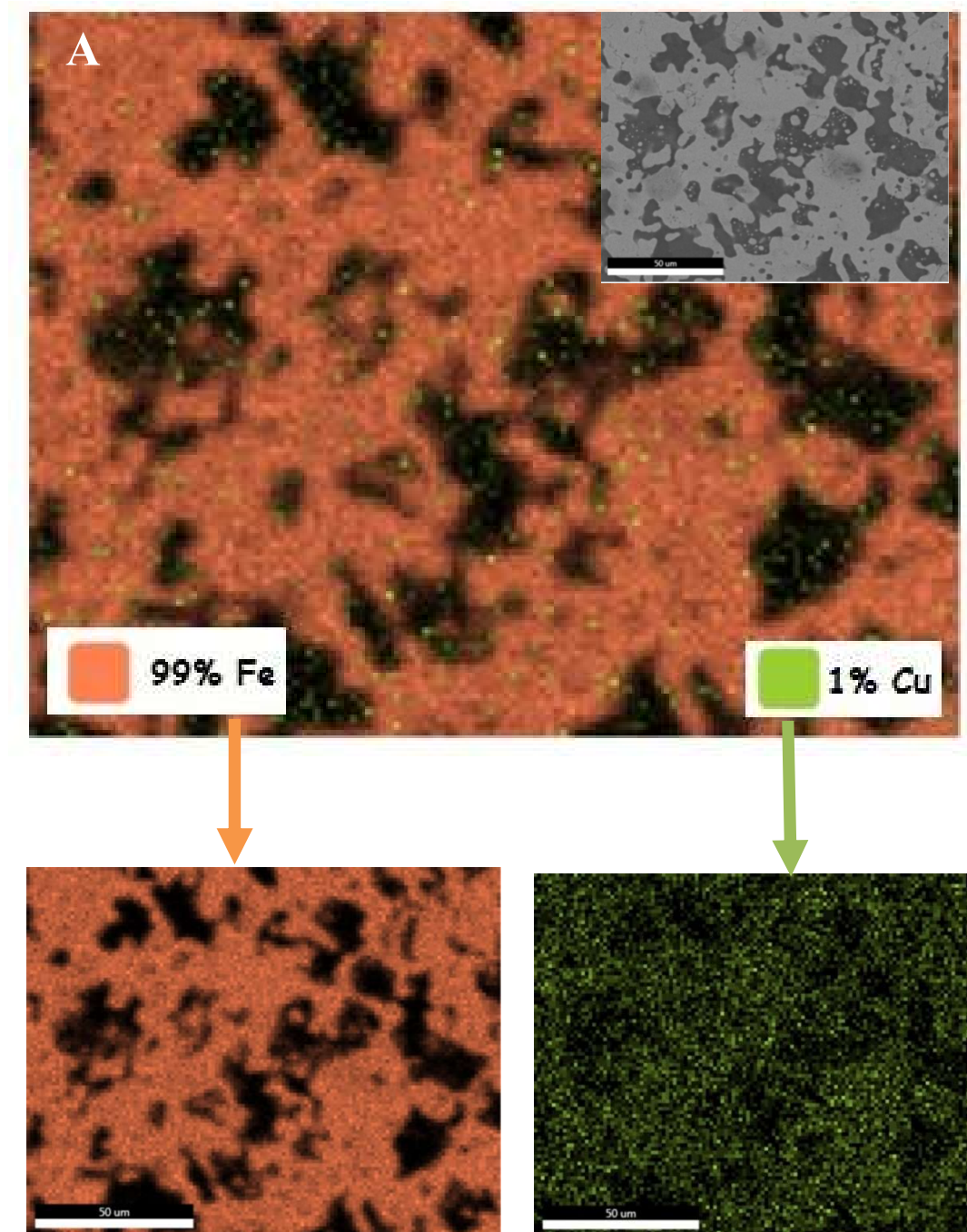
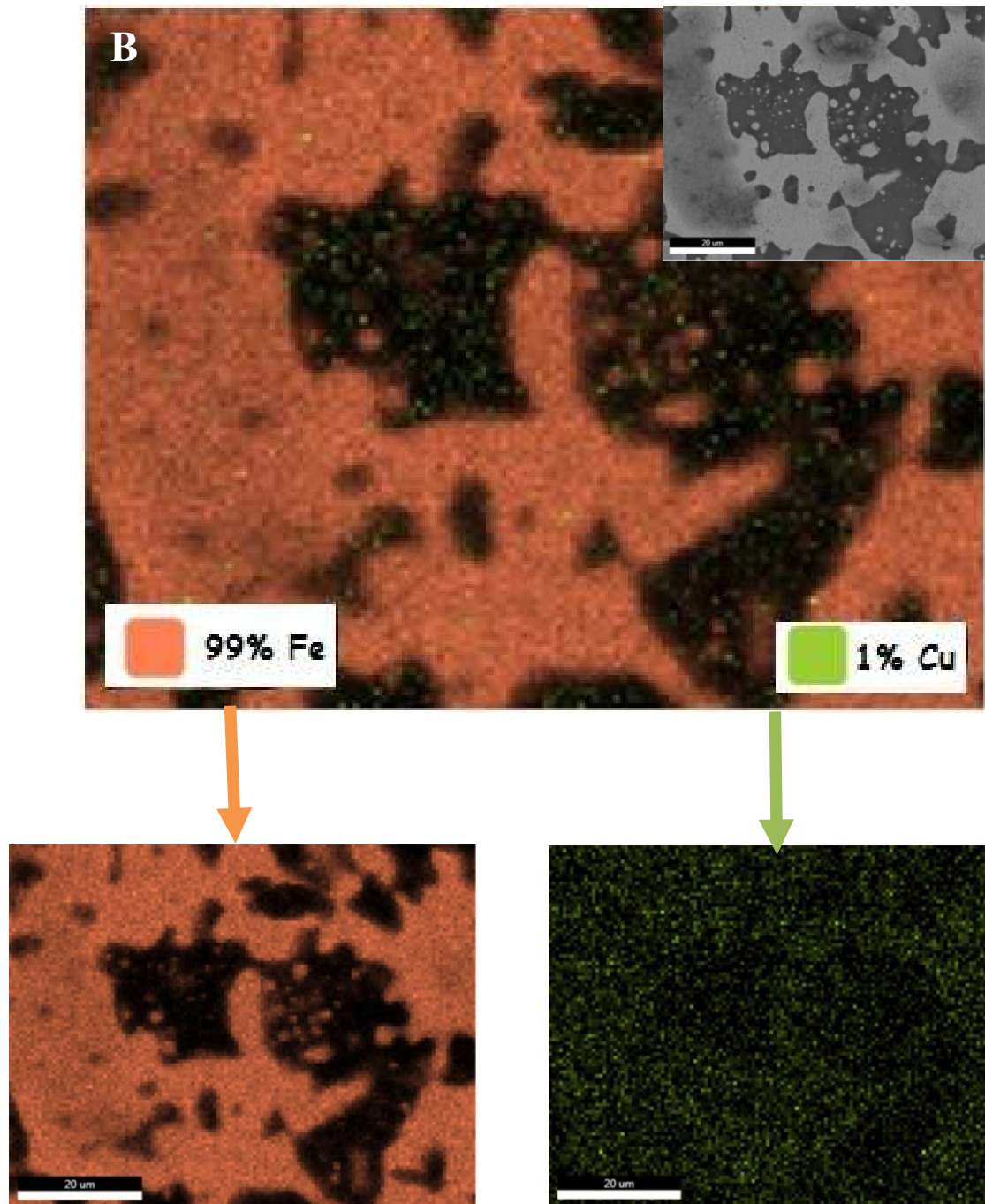


Figure IV. 9 : La cartographie de la structure du $Fe_{100-x}-Cu_x$ ($x=0.55$)

La cartographie de l'image du MEB de l'alliage $\text{Fe}_{100-x} - \text{Cu}_x$ ($x=0.55$) montre qu'il y a une redistribution des grains de cuivre après traitement, en particulier dans les pores (fig. IV. 10).



A: Avant traitement



B: Après traitement

Figure IV. 10 : Cartographie reconstruite X de la distribution de Cu dans $Fe_{100-x}-Cu_x$

IV. 5 Mesure de dureté (HRC)

Les courbes de la figure IV. 11, illustrent la variation de la dureté pour les teneurs en cuivre considérés. Les mesures de la dureté ont été réalisées avant et après traitement thermique en unité Rockwell HRC. Le milieu de refroidissement est soit l'huile, soit

l'eau. La dureté augmente considérablement pour les échantillons refroidis dans l'eau et l'écart en termes de dureté entre les deux refroidissements est apparent. Les échantillons, n'ayant pas subi de traitement thermique, ont une dureté qui est proportionnelle à la teneur en cuivre. Malgré son immiscibilité, la teneur en cuivre contribue au durcissement de l'alliage ; particulièrement pour une teneur massique qui est voisine de 1 % [66].

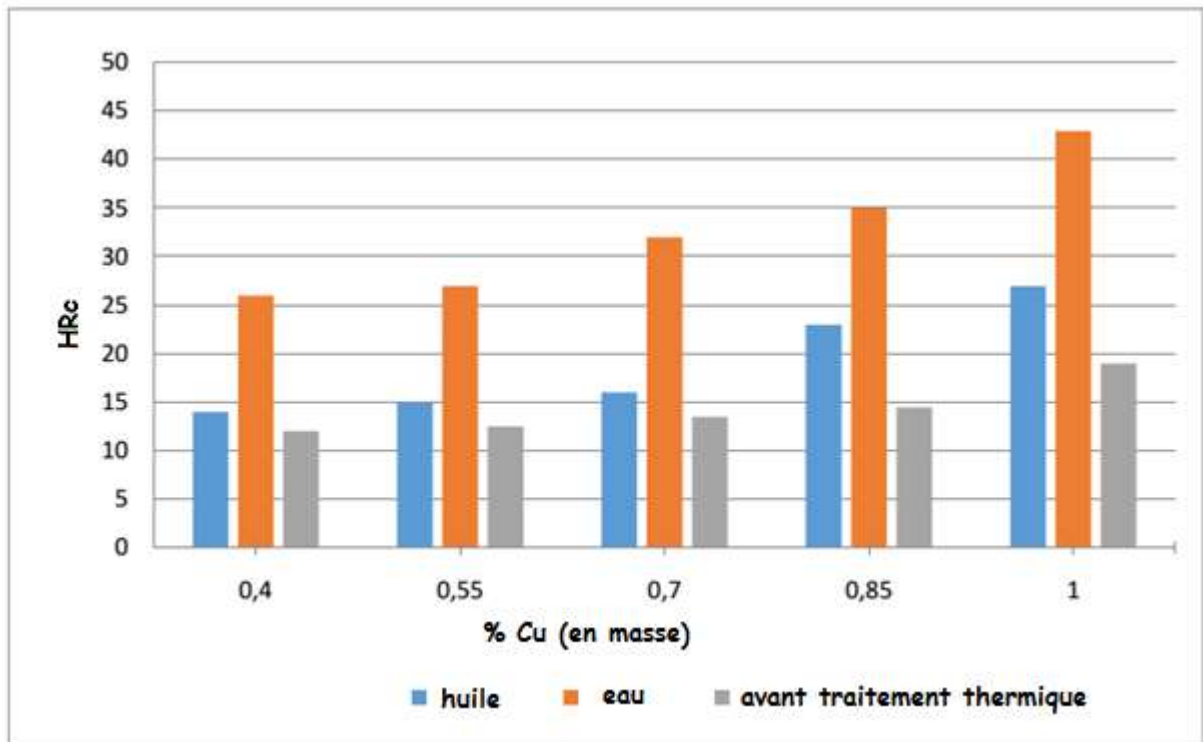


Figure IV. 11: Evolution de la dureté en fonction de teneur de cuivre

Conclusion générale

Conclusion générale

Cette thèse a pour objectif d'élaborer des alliages binaires Fe-Cu métastables en utilisant la métallurgie des poudres et de les caractériser.

En effet, la métallurgie des poudres regroupe un ensemble de procédés de mise en forme ayant pour dénominateur commun une matière première pulvérulente. Dans ce travail, l'alliage pulvérulent Fe-Cu a été fritté dans le but d'en faire un matériau massif. Les teneurs en cuivre ont été choisies afin d'en étudier l'effet dans la zone métastable. Nous avons noté qu'une teneur en cuivre qui est inférieure ou égale à 1 % influence la dureté de l'alliage. D'un point de vue microstructural, la précipitation du cuivre dans la matrice de fer provoque un durcissement structural.

L'observation microscopique a révélé la présence de deux phases ayant subi une diffusion causée par le frittage liquide. Les grains de fer sont plus cohésifs les uns avec les autres et leurs tailles ne dépassent pas au moyenne 500 nm. Les grains de cuivre ne sont pas aussi cohésifs. L'évolution de la microstructure après frittage dépend essentiellement des caractéristiques de la poudre initiale et du type de broyage adopté. Par ailleurs, la métallurgie des poudres favorise la porosité dans l'alliage. En compression à froid, le taux de porosité est élevé pour améliorer la caractéristique de dureté et donc réduire le taux de porosité, on doit procéder par compression isostatique à chaud pour élaborer l'alliage bimétallique Fe-Cu. Une fois produits, la dureté des échantillons a été relevé avant de les soumettre à un traitement de thermique de trempe pour toutes les teneurs en cuivre considérées. Cette dureté est améliorée pour les échantillons refroidis à l'eau plutôt que pour ceux refroidis à l'huile. Lors de la trempe, aucune trace de fissure microscopique n'a été observée sur les échantillons malgré le taux de porosité élevé constaté. La répartition des particules de cuivre change après traitements thermiques de trempe et de revenu. Ces particules occupent les zones poreuses dans la microstructure, sans toutefois, adhérer à la matrice de fer.

L'étude de la morphologie permet de mettre en évidence l'état de surface des échantillons synthétisés.

Les outils d'analyse tels que le MEB et l'EDX ont été mis en œuvre afin de déterminer l'état morphologique de l'alliage Fe-Cu élaboré. Les images MEB montrent que le cuivre est immiscible dans la matrice de fer et que les particules de cuivre se redistribuent après traitement thermique pour occuper les pores à grande taille.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

[1] **STS IPM**, Etude des produits et des outillages, jgb, matériaux2. Odt, **(05/2008)**.

[2] **T. Xi, M. Babar Shahzad, D. Xu, J. Zhao, C. Yang, M. Qi and K. Yang**, Copper precipitation behavior and mechanical properties of Cu-bearing 316L austenitic stainless steel: A comprehensive cross-correlation study, *Materials Science and Engineering: A* 675, 243-252 **(2016)**.

[3] **Randall M. German**, Manipulation of Strength During Sintering as a Basis for Obtaining Rapid Densification without Distortion, *Materials Transactions*, Vol.42 No.7 pp. 1400-1410, **(2001)**.

[4] **R. M. German, K. F. Hens, and J. L. Johnson**, "Powder metallurgy processing of thermal management materials for microelectronic applications," *International Journal of Powder Metallurgy*, vol. 30, no. 2, pp. 205-215, **(1994)**.

[5] **Jonathan IDRAC**, Comportement électrochimique d'alliage modèles binaires Aluminium-Cuivre, Thèse, Institut National Polytechnique de Toulouse-France, **(2005)**.

[6] **BOUKHERROUB Nadia**, Effet des conditions de broyage sur les propriétés structurales et magnétiques des nanomatériaux Fe-Al élaborés par mécanosynthèse, Thèse, Université M'hamed Bougara- Boumerdes- Algérie, **(2015)**.

[7] **Abdelouahab REDJECHTA**, Etude microstructurale et mécanique des alliages Cu-Zn frittés sous pression et par électrodéposition, Thèse, UNIVERSITE Ferhat Abbas - Setif – 1- Algérie, **(2015)**.

[8] **FrancinéAlves da Costa, Angelus Giuseppe Pereira da Silva , Uilame Umbelino Gomes**, The influence of the dispersion technique on the characteristics of the W–Cu powders and on the sintering behavior, *Powder Technology* 134, 123–132, **(2003)**.

- [9] **J.Y. Huang, Y.D. Yu, Y.K. Wu, H.Q. Ye**, Microstructure and nanoscale composition analysis of the mechanical alloying of $\text{Fe}_x \text{Cu}_{100-x}$ ($X = 16, 60$), *Acta Mater.* 45, 113 (1997).
- [10] **L.B.Hong and B. Fultz**, Two-phase coexistence in Fe-Cu alloys synthesized by ball milling, *Acta Mater.* Vol.46, No.8, pp2937-2946 (1998).
- [11] **J.Y. Huang, J. Z. Jiang and H. Yasuda and H. Mori**, Kinetic process of mechanical alloying in Fe50Cu50, *Physical Review B (The American Physical Society)*, vol. 58, N° 18, p817-820 (1998).
- [12] **Hannora AE, Hanna FF, Marie LK**, Super Saturated Solid Solution Fe-50wt. %Cu by High Energy Ball Milling (Attritor), *Journal of Scientific and Engineering Research*, 3 (3): 408-413, (2016).
- [13] **Franciné Alves da Costa, Angelus Giuseppe Pereira da Silva, Uilame Umbelino Gomes**, The influence of the dispersion technique on the characteristics of the W-Cu powders and on the sintering behavior, *Powder Technology* 134, 123-132, (2003).
- [14] **L. B. Hong, B. Fultz**, Two-phase coexistence in Fe-Cu alloys synthesized by ball milling, *Acta mater.* vol. 46, no. 8, 2937-2946, (1998).
- [15] **J. Z. Jiang, C. Gente, R. Bormann**, Mechanical alloying in the Fe–Cu system, *Mat. Sci. Eng. A*, vol. 242, Issues 1-2, 268-277, (1998).
- [16] **O. Drbohlav, A.R.Yavari**, Mechanical alloying and thermal decomposition of Ferromagnetic nanocrystalline f.c.c.-Cu50Fe50, *Acta Mater.*, vol. 43, no. 5, 1799-1809, (1995).
- [17] **J.Y. Huang, Y.D. Yu, Y.K. Wu, D.X. Li, H.Q. Ye**, Microstructure and nanoscale composition analysis of the mechanical alloying of $\text{Fe}_x \text{Cu}_{100-x}$ ($X=16, 60$), *Acta Mater*, vol. 45, 113-124, (1997).

- [18] **T Fang, L Wang¹, C X Peng and Y Qi**, Liquid immiscibility in an Fe–Cu alloy by molecular dynamics simulation, *Journal of Physics: Condensed Matter* 24 505103 (6pp), (2012)
- [19] **Perrard, F.**, Caractérisation et Modélisation de la Précipitation du Carbure de Niobium et du Cuivre dans les Aciers Bas Carbone, Thèse CPR Précipitation, Institut National Poly technique de Grenoble, (2004).
- [20] **Ludovic LAÉ**, Étude de la précipitation en dynamique d’amas dans les alliages d’aluminium et dans les aciers, Thèse, Institut National Polytechnique de Grenoble- France- (2004).
- [21] **R. Ruer and R. Klesper**, *Ferrum*, 9, in German, 257-261 (1914)
- [22] **R. Ruer and F. Goerens**, *Ferrum*, 4, in German, 49-61 (1917)
- [23] **D. Hanson and G. W. Ford**, *J. Ins.Met.*, 32, 335-361 (1924)
- [24] **G. Tammann and W. Oelsen**, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 186, in German, 257-288 (1930)
- [25] **J. T. Norton**, *Trans. AIME*, 116, 386-394 (1935)
- [26] **W. R. Maddocks and C.E. Claus. Sen**, *Iron Steel Inst. Spec. Rept.*, (14), 97-124 (1936)
- [27] **Othen, P. J., Jenkins, M. L., Smith, G. D. W. and Phythian, W. J.**, Transmission Electron Microscope Investigations the Structure of Copper Precipitates in Thermally-Aged Fe-Cu and Fe-Cu-Ni, *Philosophical Magazine Letters*, vol. 64, p . 383, (1991).
- [28] **Pizzini, S., Roberts, K. J., Phythian, W. J., English, C. A. and Greaves, G. N.**, A fluorescence EXAFS study of the structure of copper-rich precipitates in iron copper and iron-copper-nickel alloys, *Philosophical Magazine Letters*, vol. 61, p. 223 - 9, (1990).

- [29] **Mathon, M. H.**, Etude de la Précipitation et des Mécanismes Microscopiques de Durcissement sous Irradiation dans des Alliages Ferritiques Dilués, Thèse, Université de Paris XI Orsay , (1995).
- [30] **Mathon, M. H., Barbu, A., Dunstetter, F., Maury, F., Lorenzelli, N. and de Novion, C. H.**, Experimental study and modeling of copper precipitation under electron irradiation in dilute Fe-Cu binary alloys, Journal of Nuclear Materials, vol. 245, p . 224-237, (1997).
- [31] **Salje, G. et Feller-Kniepmeier, M.**, The diffusion and solubility of copper in iron, Journal of Applied Physics, 48, 5, pp. 1833-1839, (1977).
- [32] **Edwige VINCENT**, Simulations numériques à l'échelle atomique de l'évolution microstructurale sous irradiation d'alliages ferritiques, 2006
- [33] **L. J. Swartzendruber**, Binary alloys phase diagrams.
- [34] **Alexis DESCHAMPS**, Précipitation durcissante dans les matériaux de structure, (2009).
- [35] **Deschamps, A. and Brechet, Y.**, Influence of predeformation and ageing of an Al-Zn-Mg alloy - II. Modeling of precipitation kinetics and yield stress, Acta Materialia, vol. 47, p . 293-305, (1998).
- [36] **V. M. T. S. Barthem, R. D. Noce, O. D. M. Gomes, S. D. de Magalhães, W. Wolf, R. B. Guimarães, A. C. de Castro, M. J. M. Pires, W. A. A. Macedo, and D. Givord**, Magnetic properties of Fe–Cu alloys prepared by pulsed electrodeposition, journal of applied physics, Volume 106 , (2009).
- [37] **Mitsuhiro Hasebe and Taiji Nishizawa**, Further study on phase diagram of the iron-copper system, Calphad, Volume 5, Issue 2, Pages 105-108, (1981).
- [38] **G. Mazzone and M. V. Antisari**, Structural and Thermodynamic Factors of Suppressed Interdiffusion Kinetics in Multicomponent High-entropy Materials, Phys. Rev. B 54 441–446, (1996).

- [39] **I. Lyasotsky, N. Dyakonova, D. Dyakonov, E. Vlasova**, Metastable phases and nanostructuring of Fe-Nb-Si-B base rapidly quenched alloys, *Rev. Adv. Mater. Sci.*, 18, 695-702, (2008).
- [40] **Abdul Hai Alami, Afra Alketbi and Meera Almheiri**, Synthesis and microstructural and optical characterization of Fe-Cu meta stable alloys for enhanced solar thermal absorption, *Energy Procedia* 75 (The 7th International Conference on Applied Energy – ICAE2015), 410 – 416 (2015).
- [41] **Brahim Malki**, Etude électrochimique de la Corrosion Sous Contrainte d'alliages de Cuivre, Thèse, Ecole Doctorale Sciences de la Matière et du Rayonnement, Université des Sciences et Technologies de Lille -France- (1999).
- [42] **Laslouni W et al**, Structure and properties of nanocrystalline Cu₇₀Fe₁₈Co₁₂ obtained by mechanical alloying. *J Non-cryst Solids*; 353:2090–3, (2007).
- [43] **E. Ma, Michael Atzmon, and F. E. Pinkerton**, Thermodynamic and magnetic properties of metastable Fe_xCu_{100-x} solid solutions formed by mechanical alloying. *Journal of applied physics* 74.2: 955-962, (1993).
- [44] **Okamoto, H.**, *Journal of Phase equilibria*, 14, 5, pp. 650-652, (1993).
- [45] **Le May, I. et Krishnadev, M. R.**, *Copper in Iron and Steel*, John Wiley & Sons, (1982).
- [46] **Philibert, A. Vignes, Y. bréchet, P. Combrade**, *Métallurgie — Du minerai au matériau*, p. 798, 805, 833-862, (1998).
- [47] **Luis Rafael OLMOS NAVARRETE**, Etude du frittage de poudres par micro-tomographie in situ et modélisation discrète, Thèse, Institut polytechnique de Grenoble, France, (2009).
- [48] **I. LAKHTINE**, *Métallographie et traitements thermiques des métaux*, chap xx, Traduction français édition Mir, 395 (1978).

- [49] **L. J. Oliveira**, Processing and characterization of the system Fe–Cu-diamond for use in diamond wire beads. MSc dissertation. PPGECM/UENF- Brazil; 137p, **(2005)**.
- [50] **L. J. Oliveira, GS. Bobrov nitchii, M. Filgueira**, Processing and characterization of impregnated diamond cutting tools using a ferrous metal matrix. Int J Refract Met Hard Mater; 25:328–335, **(2007)**.
- [51] **S. Curiotto**, The liquid metastable miscibility gap in Cu-based systems. Fluid Phase equilibria; Vol. 256:132–136, **(2007)**.
- [52] **Laslouni W et al.**, Structure and properties of nanocrystalline Cu₇₀ Fe₁₈ Co₁₂ obtained by mechanical alloying. J Non-cryst Solids; 353:2090–3, **(2007)**.
- [53] **E. Ma, Michael Atzmon, and F. E. Pinkerton**, Thermodynamic and magnetic properties of metastable Fe_xCu_{100-x} solid solutions formed by mechanical alloying. Journal of applied physics 74.2: 955-962, **(1993)**.
- [54] **J.S. Benjamin**, Metall. Trans. 1, 2943 **(1970)**.
- [55] **D. Bouvard**, Métallurgie des Poudres. Hermès Science Publications, p: 10, 11, 14, 18 et 24, **(2002)**.
- [56] **R. M. German**, Powder Metallurgy Science. MPIF, second édition, ISBN 1-878954-42-3, p: viii, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 17 et 18, **(1994)**.
- [57] **D. Bouvard**, «métallurgie des poudres» ; livre ; Lavoisier ; **(2002)**.
- [58] **C. Quinard**, «Expérimentation modélisation et Simulation » l’Université de Franche ; Compte ; **(Année 2008)**.
- [59] **M. Kermarrec**, «Metal injection moulding». Agence Rohone -Alpes. **(Mai 2003)**
- [60] **A. benabbes**, «Approches micromécanique de la compaction de poudre» ; université de REIMS CHAMPAGNE ARDENNE ; **(décembre 2009)**.

- [61] **W.B. Eisen, B.L. Ferguson, R.M. German, R. Iacocca, P.W. Lee, D. Madan, K. Moyer, H. Sanderow, et Y. Trudel Hardbound**, Powder metal technologie and applications, volume 7. ASM, pages 11 et 18, (1998).
- [62] **P.R. Brewin, O. Coube, P. Doremus, et J.H. Tweed**, Modelling of powder die compaction. Springer, p: 19, 20 et 28, (2008).
- [63] **L.J Swartzendruber**, The assessed Fe-Cu phase diagram is the equilibrium phases are the liquid, L; the fcc Cu-rich solid solution, (Cu); submitted APD program Ferrum in German, 4, 49-61 (1917).
- [64] **MEBARKI Lahcene**, Contribution à l'étude de précipitation du carbure dans les aciers fortement alliés (frittée), mémoire de magistère, Département de Mécanique Université de Batna – Algérie-, (2014).
- [65] **O. G. Radchenko, O. I. Getman**, Microstructure evolution of fine-grain Fe–Cu composites during heat treatment in hydrogen, International Journal of Hydrogen Energy, Volume 26, Issue 5, Pages 489-491, (2001).
- [66] **BAROURA Lazhar, BOUKHOBZA Abdelyamine, DERARDJA Akila et FEDAOUI Kamel**, Study of Microstructure and Mechanical Properties of Sintered Fe-Cu Alloys, International Journal of Engineering Research in Africa, ISSN: 1663-4144, Vol. 34, pp 5-12, (2018).

ملخص

الهدف من هذا البحث هو دراسة تأثير نسبة النحاس المضاف ($X=0.25, 0.40, 0.55, 0.70, 0.85, 1\%$ من الوزن الكلي) , للنظام الثنائي $Fe_{100-x}-Cu_x$ والمعالجات الحرارية بالإضافة إلى تغيير الضغط المطبق لدمج المسحوق على الخصائص البنيوية لهذا النظام الثنائي و ذلك في المجال الشبه مستقر «*métastable*». هذه السبائك تم تحضيرها بتقنية التليد أو ما يسمى بعملية التصليد الحراري.

تمت مشاهدة بنية العينات المحصل عليها تحت المجهر الضوئي و المجهر الماسح الإلكتروني MEB المرتبط بـ EDX (*Energie Dispersive de rayon X*). صلادة سبائك Fe-Cu تزداد مع ارتفاع نسبة النحاس و الضغط المطبق في دمج المسحوق و كذلك نوعية وسط التبريد أثناء المعالجات الحرارية. تظهر المشاهدة المجهرية أيضا بالـ MEB أن هناك إعادة تشكيل في البنية المجهرية للنظام الثنائي Fe-Cu بعد المعالجة بالتقسية وهو ما يفسر تشتت في توزيع وتغير في حجم حبيبات النحاس المتواجدة في العنصر الأساسي وهو الحديد المكون للنظام Fe-Cu .

الكلمات المفتاحية: صلادة، تليد، شبه مستقر، المعالجات الحرارية، التبريد.

Abstract

This work aims to study the influence of the addition of copper ($X = 0.25, 0.40, 0.55, 0.70, 0.85$ and 1% by mass), heat treatments and compaction pressure variation on the structure and hardness of the system, whose alloy is sintered, in the metastable range of binary diagram. The samples were characterized by optical microscopy followed by a scanning electron microscope associated with dispersive energy spectroscopy analysis (SEM / EDS). The hardness of the Fe-Cu alloys becomes high with the increase of the Cu content, the nature of the cooling bath and the increase of the compaction pressure. The SEM observation also shows that there is a redistribution of grains after heat treatment which explains the dispersion and the irregularity of the size of the copper grains in the iron matrix.

Keywords: hardness, sintering, metastable, heat treatment, cooling.

Résumé

Ce travail a pour but d'étudier l'influence de l'ajout de cuivre ($X=0.25, 0.40, 0.55, 0.70, 0.85$ et 1% en masse dans le système binaire $Fe_{100-x}-Cu_x$), des traitements thermiques et de la variation de la pression de compactage sur les propriétés structurales de l'alliage élaboré par frittage, dans le domaine métastable). Les échantillons élaborés ont été caractérisés au microscope optique puis au microscope électronique à balayage associée à la micro analyse par énergie dispersive de rayon x (MEB/EDX). La dureté des alliages Fe-Cu est proportionnelle à la teneur en Cu, à la nature du bain du refroidissement ainsi qu'à l'augmentation de la pression de compactage. L'observation MEB montre aussi qu'il y a une redistribution des grains après traitement de trempe ce qui explique la dispersion et l'irrégularité de la taille des grains de cuivre dans la matrice de fer.

Mots-clés: dureté, frittage, métastable, traitement thermique, refroidissement.