

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

**MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

UNIVERSITÉ DE BATNA

**FACULTE DES SCIENCES DE L'INGÉNIEUR
DÉPARTEMENT DE MÉCANIQUE**

MEMOIRE

**Pour obtenir le diplôme de
Magistère en mécanique**

Option : Science des matériaux

Présenté par

Nacer aicha

Thème

**Etude de la corrélation entre les propriétés mécaniques
et la teneur en cuivre d'alliages Fe-Cu**

Soutenue publiquement devant le jury composé de

Dr. Brioua Mourad	Professeur, Université de Batna	Président
Dr. Derardja Akila	Professeur, Université de Batna	Encadreur
Dr. Madani Salah	Professeur, Université de Batna	Examineur
Dr. Zedira Hama	Professeur, Université de Khenchela	Examineur

ANNEE UNIVERSITAIRE 2013/2014

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ
الْحَمْدُ لِلَّهِ الَّذِي
خَلَقَ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضَ
وَالَّذِي يُضَوِّبُ الْمَوْتِ
وَالَّذِي يُضَوِّبُ الْمَوْتِ
وَالَّذِي يُضَوِّبُ الْمَوْتِ

Remerciements

Avant tout, je tiens à remercier Dieu tout puissant qui m'a donné toutes les capacités, la santé, le courage et la force pour réaliser ce modeste travail.

Je tiens à remercier sincèrement, de tout cœur et de toute gratitude, mon encadreur

*M^{elle} **Derardja Akila**, Professeur à l'université de Batna, d'avoir proposé, dirigé et suivi ce travail, de ses précieux conseils et pour l'aide qu'elle m'a apporté tout au long de la réalisation de ce travail. Je tiens à lui exprimer mes profonds respects et je la remercie pour sa contribution dans ma formation. Merci de m'avoir fait découvrir le plaisir de la recherche et de m'avoir soutenue jusqu'au bout.*

Mes remerciements à :

Tous les membres de jury qui m'ont fait l'honneur de juger ce travail:

*Mes plus vifs remerciements à Mr. **Brioua Mourad**, Professeur à l'université de Batna, pour le grand honneur qu'il me fait de présider le jury de ce mémoire, ainsi que pour sa contribution dans ma formation.*

*Je tiens également à adresser mes remerciements à Mr. **Zedira Hamma**, Professeur à l'université de Khenchela, qui a accepté de se déplacer, malgré ses charges, pour nous honorer de sa présence en participant au jury.*

*Je tiens à exprimer vivement mes plus profonds remerciements à: Mr. **Madani Salah**, Professeur à l'université de Batna, pour l'honneur qu'il me fait en acceptant de participer à ce jury.*

Mes remerciements vont, également, à :

*Mr. **Naoun mahieeddine**, Docteur à l'université de Batna.*

*Mr. **Mansouri Salah**, Docteur à l'université de Batna.*

*Mr. **Saidani Noureddine**, Docteur à l'université de Batna.*

*Mr. **Aouf Moussa**, Technicien au labo de la corrosion à université de Batna.*

*J'adresse aussi mes sincères remerciements à Mr. **Boukhobza Nassim** pour son aide et ses encouragements.*

*J'adresse aussi mes remerciements à Mr. **Baroura Lazhar**.*

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. Comme je tiens à présenter mon respect à tous les enseignants qui m'ont attribué un savoir durant toutes ces années.

Résumé

Les applications de la technologie moderne requièrent des matériaux de plus en plus performants en qualité de caractéristiques mécaniques, physiques et chimiques. Dans ce contexte, de nombreux chercheurs se sont attelés à trouver des propriétés recherchées en utilisant différentes techniques d'élaboration. Le frittage constitue l'une de ces méthodes qui permet d'obtenir des alliages. Dans ce travail, il est sujet de rechercher une corrélation entre la composition d'un alliage fer cuivre dans le domaine métastable et les propriétés mécaniques appropriées. En effet, nous nous sommes intéressés à l'étude de la microstructure du système binaire Fe-Cu en jouant sur la teneur en cuivre (0.25% à 1%) dans l'alliage élaboré par frittage. Les échantillons ont été caractérisés au microscope optique puis au microscope électronique à balayage (MEB). Comme le cuivre est un élément essentiel pour le durcissement structural, des mesures de microdureté permettant, d'une part, d'obtenir une information quant à l'évolution de cette propriété en fonction de la composition de l'alliage et d'identifier, d'autre part, les phases en présence ont été réalisées. Les résultats indiquent une proportionnalité, déjà confirmée, entre la microdureté et la teneur en cuivre.

SOMMAIRE

Sommaire

Introduction générale

Chapitre I Synthèse bibliographique

I. 1 Introduction	1
I. 2 Aperçu théorique	1
I. 3 Conclusion	9

Chapitre II Généralités sur les diagrammes binaires

II. 1 Introduction	11
II. 2 Alliages binaires	11
II. 2. 1 Les propriétés des alliages	12
II. 2. 2 Structure microscopique des alliages	12
II. 2. 3 Diagramme de phase	12
II. 2. 3. 1 Diagramme d'équilibre binaire	13
II. 2. 3. 2 Différentes phases rencontrées dans les diagrammes binaires	15
II. 2. 4 Généralités sur les composés définis	17
II. 2. 5 La miscibilité	17
II. 2. 5. 1 Diagramme à solution solide miscibilité totale	17
II. 2. 5. 2 diagrammes d'équilibre des alliages formant des solutions Solides à miscibilité partielle	18
II. 2. 6 Construction du diagramme	20
II. 2. 7 Diagramme d'équilibre de l'alliage fer-cuivre	20
II. 3 La morphologie et la microdureté	22
II. 3. 1 La microdureté	23
II. 3. 2 Principe des essais de microdureté	24
II. 3. 3 Microdureté Vickers et Knoop	24
II. 3. 4 Relation entre la dureté Vickers et la résistance à la traction	25

II. 3. 5 Relation entre la dureté et la limite élastique	25
II. 3. 6 Propriétés des matériaux	25
II. 3. 7 Mécanisme de modification des propriétés mécanique	26
II. 3. 7. 1 Modification de la microstructure	26
II. 3. 8 Formation des joints de grains	27
II. 3. 9 Effet des joints de grains sur la résistance mécanique	28
II. 3. 10 Effet de la taille de grains sur la dureté Vickers	28
II. 4 Conclusion	29
 Chapitre III Les techniques d'élaboration des alliages binaires	
III. 1 Introduction	31
III. 2 La métallurgie des poudres	32
III. 2. 1 Etapes principales de la MDP	34
III. 2. 1. 1 Elaboration des poudres	34
III. 2. 1. 2 Procédé de mise en forme	34
III. 2. 1. 2. 1 Compression	34
III. 2. 1. 3 Frittage	35
III. 2. 1. 4 Aspects physico- chimiques de frittage	36
III. 2. 1. 5 Frittage sélectif au laser	38
III. 3 La fonderie	39
III. 3. 1 Moulage en moule non permanent	40
III. 3. 2 Moulage en moule permanent	42
III. 3. 2. 1 Moulage en coquille	43
III. 3. 2. 2 Moulage sous pression	43
III. 3. 2. 3 Moulage par centrifugation	43
III. 3. 2. 4 Moulage en coulée continue	44

III. 3. 2. 5 Moulage sous basse pression	44
III. 4 Conclusion	
Chapitre IV Investigations expérimentales	
IV. 1 Introduction	46
IV. 2 Définition et propriétés des métaux utilisés	46
IV. 2. 1 Le cuivre	46
IV. 2. 2 Le fer	46
IV. 2. 3 Le titane	46
IV. 3 Expérimentation	47
IV. 3. 1 Le frittage	47
IV. 3. 2 Préparation des échantillons pour analyse métallographique	51
IV.3. 2. 1 Polissage des échantillons	51
IV. 3. 2. 2 Attaque chimique	52
IV. 3. 2. 3 Observation au microscope optique	52
IV. 3. 2. 4 Microscope électronique à balayage MEB	54
IV. 3. 2. 5 Mesure de la microdureté	56
IV. 4 Conclusion	56
Chapitre V Résultats et interprétations	
V. 1 Introduction	58
V. 2 Interprétation des résultats	58
V. 2. 1 Microscopie optique	58
V. 2. 2 Microscopie électronique à balayage(MEB)	59

V. 2. 3 La microdureté	62
V. 3 Conclusion	63

Conclusion générale

Bibliographie

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

Les matériaux ont de tout temps défini le niveau de développement de notre civilisation. Aujourd'hui, ils jouent un rôle important dans tous les développements technologiques. Pour l'ingénieur, il est impossible de concevoir ou fabriquer de nouveaux produits sans savoir et tenir compte des différentes propriétés des matériaux qu'il utilise. L'utilisation des matériaux dépend aussi de leur disponibilité, de leur coût, de leurs méthodes de synthèse et de fabrication. De nombreux chercheurs, ayant la volonté d'améliorer les caractéristiques mécaniques, étudient toutes les combinaisons possibles. Sur le plan technologique, les alliages à base de fer sont toujours d'une importance capitale puisqu'on les retrouve, sous une forme ou sur une autre, dans tous les domaines. Les aciers et les fontes constituent (en masse) environ 90 % de la production mondiale des matériaux métalliques. L'importance technologique de ces alliages repose sur plusieurs facteurs. Ils sont bon marché et peuvent acquérir des propriétés très variées notamment en recourant aux traitements thermiques et à l'addition d'éléments d'alliages. Ce qui permet de les adapter aux exigences de fabrication et de les utiliser dans divers domaines. Dans le présent travail, nous nous intéressons à l'alliage binaire Fe-Cu et donc à la précipitation du cuivre en faible proportion dans une matrice de fer. Le but est de trouver pour une température constante, une corrélation entre la variation de la teneur en cuivre et les propriétés mécaniques de cet alliage. En plus d'une introduction et d'une conclusion, le mémoire comporte cinq chapitres.

Le premier chapitre est une synthèse bibliographique des différents travaux publiés sur le système binaire (Fe-Cu).

Le deuxième chapitre présente des généralités sur les diagrammes binaires et la relation entre la morphologie et la microdureté.

Le troisième chapitre explique les techniques d'élaboration des alliages binaires.

Le quatrième chapitre décrit le travail expérimental réalisé.

Le cinquième chapitre regroupe les résultats obtenus et les interprétations.

CHAPITRE I
SYNTHESE
BIBLIOGRAPHIQUE

I. 1 Introduction

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. Le cuivre pur ou sous forme d'alliage fut le premier métal utilisé par l'homme. Grâce à une gamme de propriétés intéressantes, il demeure indispensable dans de nombreux domaines d'applications. L'excellente conductibilité électrique du cuivre constitue sa qualité principale. Une autre raison pour laquelle on fabrique des alliages avec le cuivre est la nécessité d'améliorer la dureté, ce qui est le cas pour les alliages binaires **Fe-Cu**.

I. 2 Aperçu théorique

Ce chapitre est consacré à une synthèse des résultats les plus significatifs concernant le système fer-cuivre. La littérature montre que le système fer-cuivre présente une mauvaise solubilité entre deux domaines étroits de solution solides. En effet, la solubilité du cuivre dans le fer est inférieure à 9% à 1000°C et 0.4% à 650°C. Le diagramme d'état est déterminant pour étudier la solubilité du cuivre dans le fer. Le procédé d'élaboration joue un rôle important, également, dans l'étude de la solubilité du cuivre dans le fer. Deux principales méthodes permettent d'élaborer ces alliages ; le moulage et le frittage. Dans le cas du frittage, le mélange est réalisé en comprimant de la poudre mélangée de grains de granulométrie et de proportions souhaités au-dessous du point de fusion du cuivre. Parmi les techniques utilisées dans ce cas, la méthode d'imprégnation a fait ses preuves dans la métallurgie des poudres pour les pseudo-alliages frittés pour contact électrique dans l'élaboration d'alliages tungstène-cuivre et tungstène-argent. Elle consiste à imprégner du cuivre fondu une pièce en fer frittée poreuse. En appliquant des conditions de compression et de frittage bien déterminés, on peut obtenir une porosité variable. Des recherches effectuées sur des alliages contenant jusqu'à 35% de cuivre montrent que seule une teneur de cuivre entre 15 et 50% peut être obtenue et qu'il existe une étroite liaison entre la teneur de cuivre et certaines propriétés mécaniques **figure (1. 1)**.

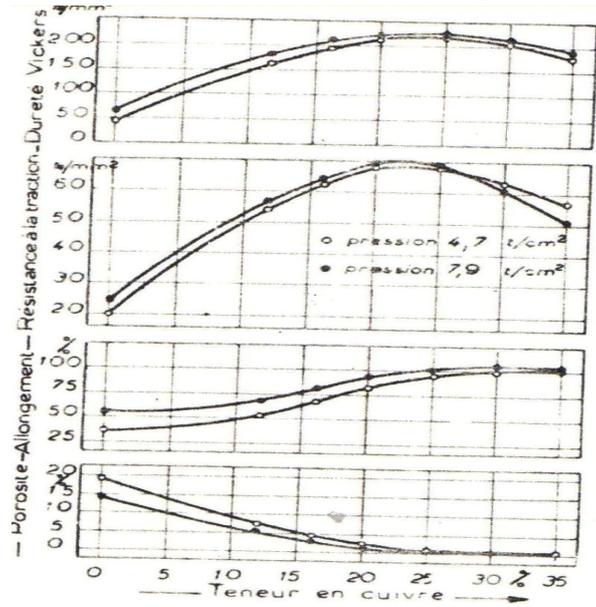


Fig. 1. Influence de la teneur en cuivre sur les propriétés mécaniques de pièces frittées fer –cuivre.

Cependant, il faut noter que la température de frittage a une influence primordiale sur la compacité de l’alliage. Comme la montre la **figure (1.2)**, les échantillons frittés au-dessus du point de fusion du cuivre présentent les meilleures caractéristiques mécaniques et la porosité la plus faible.

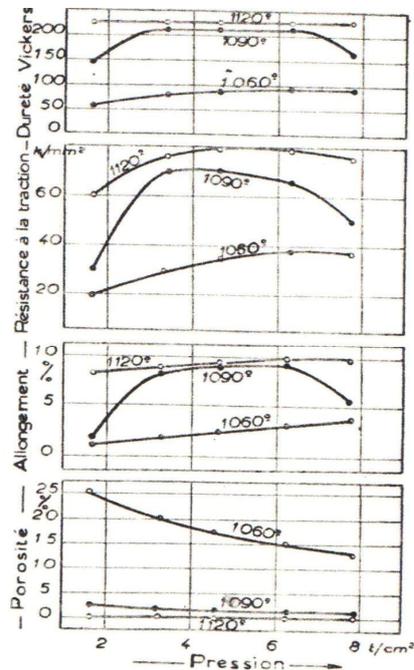


Fig.1. 2 Influence de la température de frittage et la pression d’agglomérations les propriétés mécaniques de pièces frittées fer-cuivre (25% Cu).

Par ailleurs, les micrographies du fer ou de l'acier fritté imprégné de cuivre font apparaître nettement le cuivre à la place des pores. On note l'arrondissement caractéristique des grains de fer pour la matière frittée à température très supérieure au point de fusion du cuivre. Sous un très fort grossissement, on arrive à distinguer sur les grains de fer des zones périphériques d'alliage fer-cuivre desquelles se sépare le cuivre par solidification **figure (1. 3) et figure(1. 4)**[1].

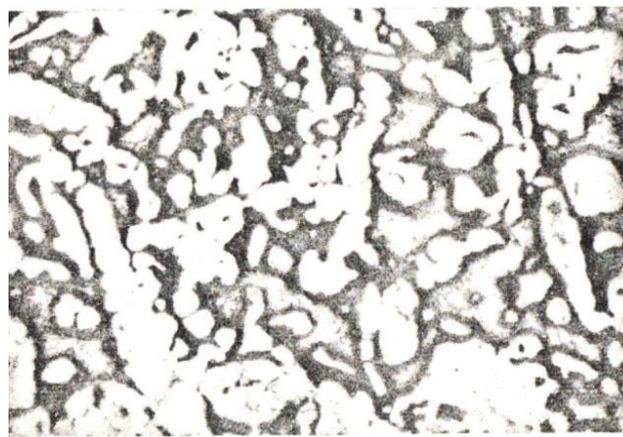


Fig. 2. 3 Matière frittée fer-cuivre, obtenue par imprégnation de fer poreux fritté avec cuivre 30%.

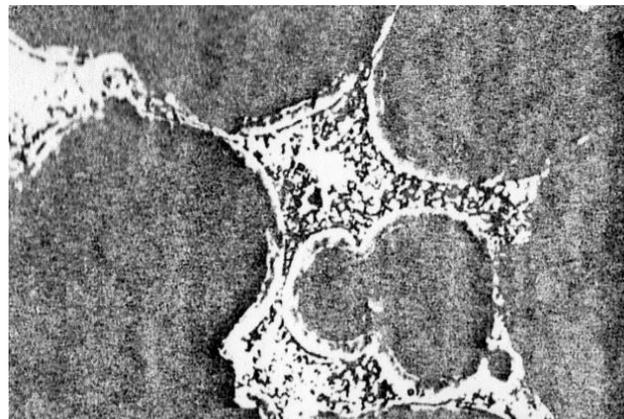


Fig.1. 4 Matière frittée fer-cuivre à 25% de cuivre (frittage de 4h à 1100°).

Ces dernières années, l'alliage mécanique est apparu comme une technique polyvalente pour la production des matériaux loin de l'équilibre. C'est le cas des alliages nano structurés et des alliages amorphes. Le système binaire Fe-Cu est choisi comme un système modèle pour étudier la formation de phase pendant l'alliage mécanique du mélange de la poudre élémentaire à haute énergie. L'alliage mécanique commence en mélangeant les différents constituants de poudre. Pour le système Fe-Cu, ce sont habituellement des poudres du fer

(99,9%) et du Cu (99,9%) avec des dimensions particulières plus petites que 100 μm . Le mélange de poudres est préparé avec une composition désirée et chargé en atmosphère d'air dans les fioles et les boules en acier trempé dans un broyeur. La fiole est scellée sous une atmosphère d'air pour empêcher l'oxydation des poudres de Fe et de Cu. L'énergie stockée dans les joints de grains sert de force motrice pour la formation d'une solution solide. L'étude est basée sur l'observation de la taille des grains des composants élémentaires qui diminuent jusqu'à l'échelle du nanomètre et il a été constaté qu'une quantité substantielle d'enthalpie peut être stockée en métaux nanocristallins au niveau des joints à gros grain. Dans le système Fe-Cu, l'alliage mécanique conduit à la formation d'une seule phase de solutions solides. Après un certain temps de broyage, le matériau atteint un état dit "stationnaire", caractérisé par des propriétés structurales (taille de grains, paramètre d'ordre à courte ou longue distance, concentration d'éléments en solution, taux de matériau amorphisé...) qui ne varient plus [2].

Le cuivre et le fer sont des éléments non miscibles selon le diagramme d'équilibre, mais ils peuvent former des phases métastables par le processus d'alliage mécanique. À l'état d'équilibre, il n'y a pas de séparation en deux liquides. Cependant, d'après certains auteurs, une démixtion du système fer-cuivre comporte les seules phases terminales $\text{Fe}\delta$, $\text{Fe}\alpha$ ou $\text{Fe}\gamma$ et $\text{Cu}\gamma$ [12].

D'après L.J. Swartzendruber, l'addition du Cu au Fe tend à stabiliser la structure cfc et à abaisser la température de fusion, limitant la gamme de la stabilité ($\text{Fe}\delta$). En dessous de la température eutectoïde (850 °C), le fer forme de grands précipités cohérents avec la matrice cfc du cuivre. Dans un alliage contenant 2,7% at de Fe, des précipités cohérents de fer ne pourraient pas être facilement transformés à la forme stable de structure cc par un traitement thermique, mais la transformation est aisément accomplie par déformation plastique [3].

La précipitation du fer dans les alliages de cuivre contenant de 1 à 4% en poids de fer, entraîne des modifications de leurs propriétés physiques et mécaniques. Les données bibliographiques concernant la nature et la morphologie des précipités peuvent se résumer de la façon suivante : le fer précipite initialement dans les grains sous une forme métastable cfc et les précipités sont sphériques. Ils sont repartis de façon homogène dans la matrice lorsque le diamètre des grains atteint 500 Å. Ces précipités peuvent évoluer vers leur forme stable cc. La transformation $\delta \rightarrow \alpha$ de caractère martensitique, n'a jamais lieu lors

d'un simple traitement thermique. Elle se produit, par contre, lors d'un écrouissage à froid après revenu ou lors d'une extraction des précipités. Les joints de grains favorisent la formation directe de la phase α . Les micrographies d'alliage de cuivre à 2,1% en poids de fer montrent que la répartition des précipités est très régulière et que leur dispersion en taille est assez réduite quelles que soient les conditions de revenu **figure (1.5)**. Aux joints de grains les précipités sont plus gros que dans les grains mais ils sont en petit nombre [4].

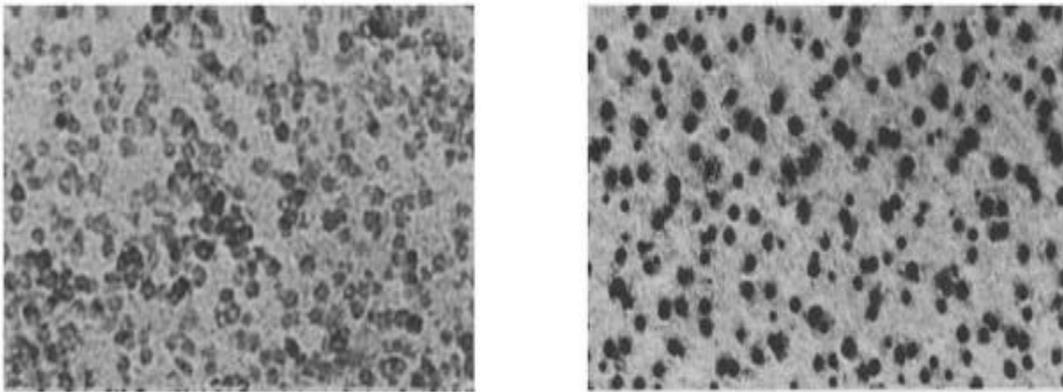


Fig. 1.5 Les micrographies d'alliage de cuivre à 2,1% en poids de fer.

Par ailleurs, Ludovic et al [5] avancent deux raisons principales pour lesquelles il existe de nombreux travaux publiés sur le système FeCu ; d'une part le cuivre, peu miscible dans la ferrite, forme des précipités qui peuvent avoir un effet de durcissement structural et augmenter la résistance à la recristallisation du matériau au cours de revenus à basse température ; propriété très recherchée dans l'industrie automobile par exemple. D'autre part, le cuivre présent dans les aciers utilisés pour les cuves des réacteurs nucléaires joue un rôle prépondérant dans les mécanismes de fragilisation sous irradiation. En effet, Le diagramme de phases du côté riche en fer **figure (1.6)** montre la faible miscibilité du cuivre dont la solubilité maximale est de 2,1% pds au palier eutectoïde (857°C).

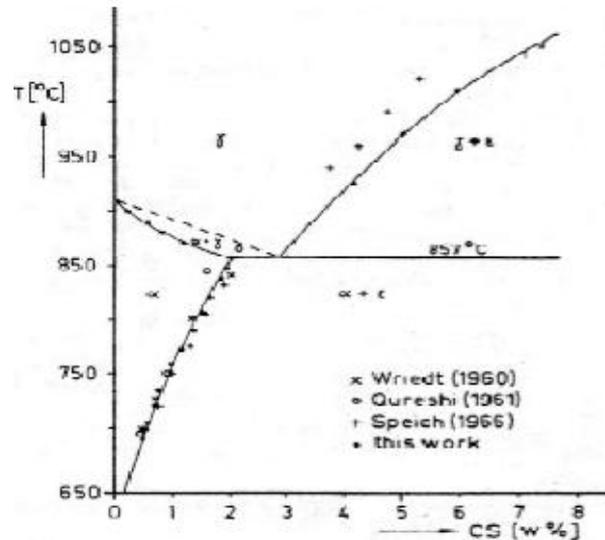


Fig.1.6Diagramme de phases du système fer-cuivre côté riche en fer.

Pour les alliages fer-cuivre dont la teneur en cuivre est comprise entre 0,7 % et 1,5%, Edwige Vincent trouve que les amas formés sous recuit thermique à des températures de 500 ou 550°C seraient d'abord des amas dilués en Cu, et évolueraient ensuite vers des précipités quasiment pur en Cu. Sous recuit thermique, les précipités de Cu sont d'abord de forme sphérique puis prennent une forme cylindrique ou ellipsoïdale. Proche d'une dislocation, ils prennent directement une forme allongée. Lors du recuit thermique, la germination homogène s'accompagne d'une germination hétérogène sur les dislocations, ce qui induit une légère augmentation de la dureté. En revanche, les distributions de tailles des amas restent identiques. Sous recuit thermique, l'incrément de dureté augmente, passe par un pic puis diminue[8].

De leur côté, Xavier Quelennec, et al[6], montrent que la microdureté du nanocomposite Cu-Fe (12% volume de fer) avant une torsion sous pression intense (HPT) est de 160 Hv. Après 5 tours de HPT, ils observent une augmentation de cette micro-dureté et un gradient entre le centre (175 Hv) et le bord de l'échantillon (200Hv). La déformation étant plus forte au bord de l'échantillon, le gradient de microdureté est révélateur du gradient de déformation entre ces deux zones. Après 25 tours de HPT, le gradient de microdureté sature à 250 Hv. Ce plateau à 250 Hv se situe entre 2 et 4 mm du centre de la pastille de HPT.

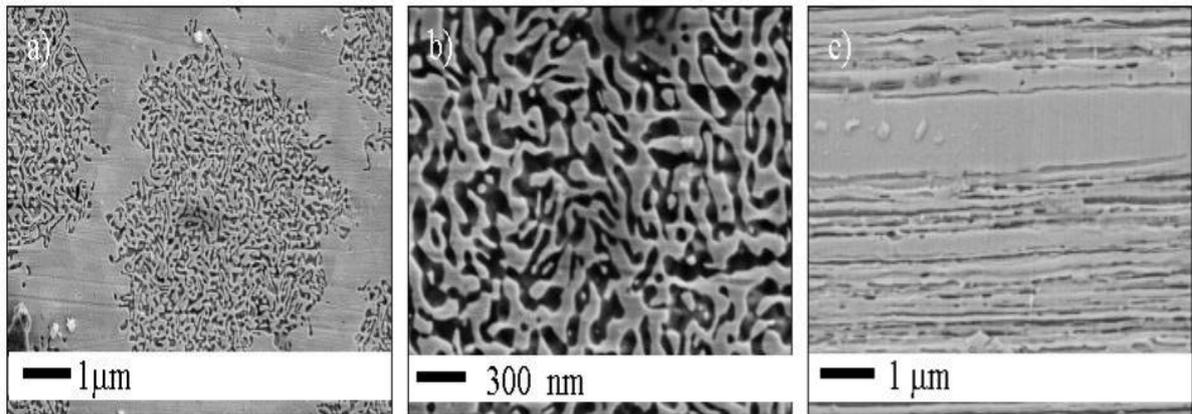


Fig.1. 7 Images MEB en électrons secondaires du composite Cu-Fe avant torsion sous pression intense (a, b: section transversale; c: section longitudinale à l'axe de tréfilage). Le fer apparaît sombre.

L'augmentation de la dureté du matériau (200 à 240 Hv) ne correspond pas à une diminution de la taille de grains (zones Cu-Fe) puisque celle-ci n'a pas évolué entre 5 et 25 tours. Cette augmentation peut, donc, être attribuée à la production de défauts, à la décomposition de la ferrite et la mise en solution solide de Fe dans Cu.

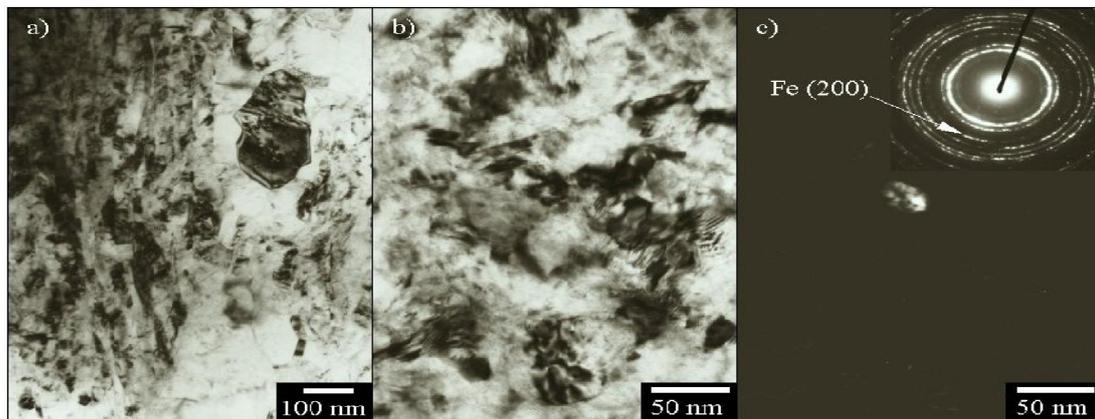


Fig. 1. 8 Micrographies en Champ clair du composite Cu-Fe après 5 tours (a) et 25 tours (b) de torsion sous pression intense.

Quant à la diffusion du cuivre dans le fer, d'Oliver Rott [7] se sont particulièrement intéressés à l'estimation du coefficient de diffusion du cuivre dans le fer, soit par un calcul direct grâce aux théories classiques de diffusion dans les alliages, ou encore par une mesure des coefficients de diffusion en utilisant la cinétique de simulation Monte Carlo basée sur un modèle de diffusion sur réseau rigide, dont les paramètres sont ajustés sur les résultats des calculs *ab initio*. Pour les deux cas, les résultats obtenus donnent des énergies

d'activation des coefficients de diffusion en bon accord avec les données expérimentales disponibles.

Par ailleurs, Z.M. Rdzwaski et al ont pu décrire des phénomènes liés à la formation des propriétés fonctionnelles des bandes CuFe_2 pour obtenir une dureté de 120-140 Hv et une conductivité électrique de 35MS/m. Leurs investigations débutent par une description de la microstructure et des propriétés à l'état initial, puis après des traitements de trempe ils constatent qu'avec l'augmentation de la température, la dureté augmente mais la conductivité électrique diminue. Après un laminage à froid ensuite un recuit à une température de 480°C pendant 12h, une dureté de 136Hv et une conductivité électrique 37MS/m sont obtenues [9].

Ren Hui-Ping et all [10]montrent que la bonne résistance due à la précipitation du Cu dans la matrice $\text{Fe}\alpha$ est un phénomène important qui est exploité pour concevoir des aciers de HSLA(high strength low alloy). En effet, l'addition du cuivre est employée pour compenser la perte de résistance due à la réduction du carbone dans les aciers faiblement alliés. La microstructure de bandes nanométriques de solution solide sursaturée en alliage de Fe-Cu (Cu de 1.18 %) a été étudié par microscopie HREM(high resolution electron microscopy). La **figure(1.9)** montre la microstructure de la solution solide de l'alliage Fe-Cu sur laquelle on peut observer beaucoup de cristaux équiaxes de ferrite dans la matrice de fer-cuivre est dans une région monophasé de Fe à 850 C°, ainsi ces particules pourraient seulement être des amas d'atomes de Cu. La ferrite sursaturée de l'alliage examiné de Fe-Cu est hétérogène après traitement de solution solide.

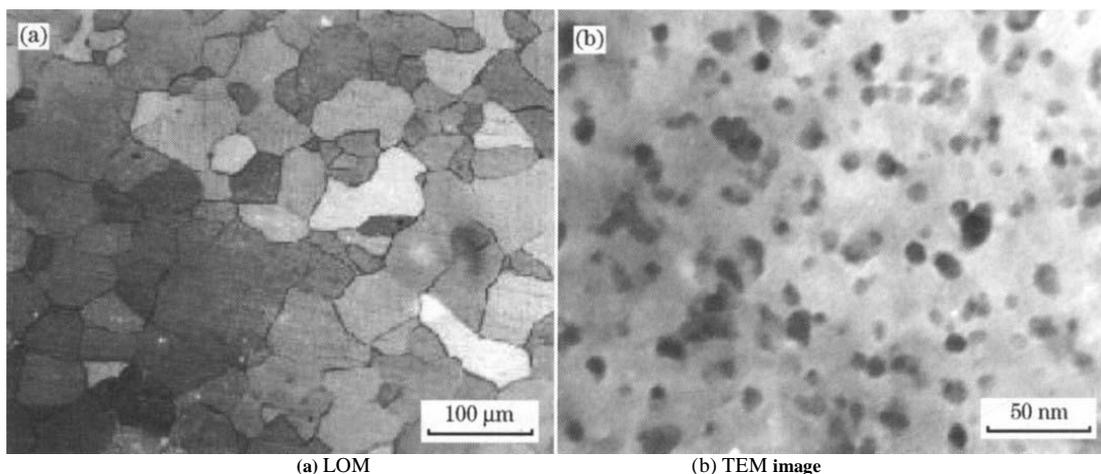


Fig. 1.9 La microstructure dans l'état solution solide.

En général, le diagramme de phase Fe-Cu met en évidence le caractère gammagène du cuivre, ainsi que l'absence de composé intermétallique entre le fer et le cuivre. A 850°C, on observe la décomposition de l'austénite en ferrite et en une phase riche en cuivre de structure cubique à faces centrées. La solubilité maximale du cuivre dans la ferrite est de 2.1%. Cette solubilité est bien connue entre 690°C et le palier eutectoïde. La plupart des recuits ont été conduits à 500°C, pour des teneurs variables en cuivre allant de 0.8 à 1.7% en poids[11]. Une homogénéisation à 850°C pendant 5 heures, suivie d'une trempe à eau permet de recristalliser la microstructure et de dissoudre les précipités présents. La composition de l'alliage facilite l'homogénéisation dans le domaine ferritique, ce qui conduit après la trempe à une structure granulaire équiaxe **figure (1.10)**.

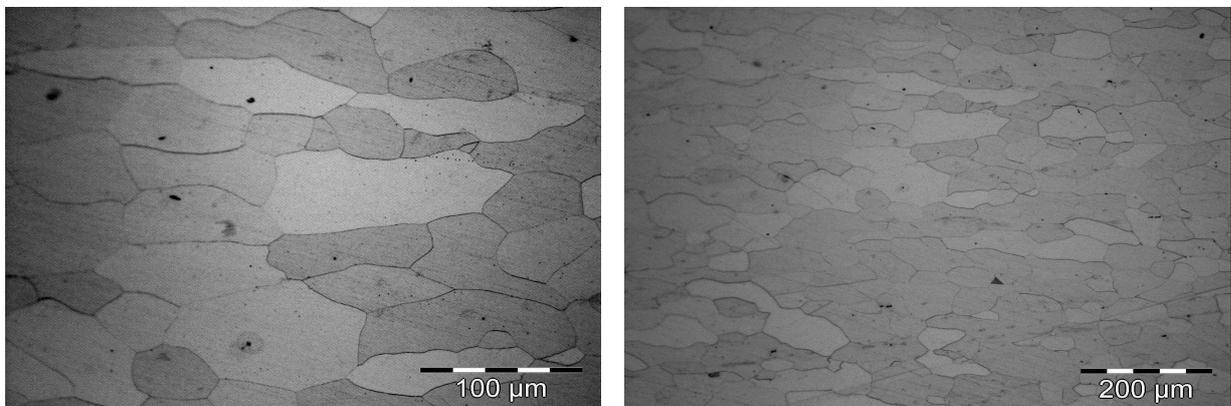


Fig.1. 10 Microstructure brut de trempe du binaire Fe-0.8% Cu. L'homogénéisation dans la ferrite a permis d'obtenir une structure granulaire équiaxe.

La précipitation du cuivre commence par la formation d'amas de structures cubiques centrées cohérentes avec la matrice, et croissant sous la forme de sphères lors d'une étape de pré-précipitation. Ces amas sont responsables du durcissement structural du matériau. La véritable cinétique de précipitation du cuivre correspond à la transformation en structure cubique faces centrées de ces amas[6].

I. 3 Conclusion

Le cuivre joue un rôle intéressant dans le durcissement structural des alliages industriels, même avec des petites quantités. L'objectif recherché actuellement par l'industrie est l'obtention d'alliages qui combinent de façon optimale la ductilité et la dureté. De nombreux chercheurs se sont donnés pour but d'atteindre cet objectif mais par des voies

différentes .Cependant, très peu de résultats sont fournis dans la littérature notamment en ce qui concerne les alliages binaires Fe-Cu avec une faible proportion de cuivre.

References

- [1]Brochures alliages frittés du fer avec divers éléments de la classification périodique.
- [2]J.Z. Jiang a, C. Gente b, R. Bormann mechanical alloying in the Fe–Cu system 2006.
- [3]L.J swartzendruberBinary alloy phase diagrams.
- [4]B. Borrelly et al. Etude par microscopie électronique de la cinétique de la précipitation dans un alliage de cuivre à 2,1% de fer, 1975.
- [5]Ludovic LAÉ, Étude de la précipitation en dynamique d'amas dans les alliages d'aluminium et dans les aciers, 2004.
- [6]Xavier Queleñec, Xavier Sauvage, Florian Wetscher et Alain Menand, Caractérisation et propriétés mécaniques d'un alliage Cu-Fe élaboré par déformation plastique intense, 2006.
- [7]Oliver Rott, Modélisations des propriétés thermodynamiques et cinétiques des alliages fer-cuivre, 2004.
- [8]Edwige Vincent, Simulations numériques à l'échelle atomique de l'évolution microstructurale sous irradiation d'alliages ferritiques, 2006.
- [9]Z.M. Rdzawski, J. Stobrawa, W. Głuchowski, Structure and properties of CuFe₂alloy, 2009.
- [10]REN Hui-ping, Wang Hai-Yan, Liu Zong-Chang,Nanometer stripemicrostructure ofsupersaturated SolidSolution in Fe-Cu Alloy.
- [11]Fabien Perrard. Caractérisation et modélisation de la précipitation du carbure de niobium et du cuivre dans les aciers bas carbone, 2004.
- [12]Madeleine Durand-Charre.La microstructure des aciers et des fontes : genèse et interprétation.

CHAPITRE II
GENERALITES SUR
LES DIAGRAMMES
BINAIRES

II. 1 Introduction

L'homme a toujours cherché des matériaux plus performants à l'utilisation, plus faciles à fabriquer ou à mettre en œuvre et plus économiques. Les alliages métalliques sont particulièrement importants dans la société humaine, et ce depuis l'Age du bronze. À part quelques cas particuliers, les métaux sont rarement utilisés industriellement à l'état pur. Généralement, on utilise des alliages qui sont des mélanges de plusieurs métaux purs en proportions données ; ils sont constitués de deux (alliages binaires), trois (alliages ternaires),... n éléments. Les alliages sont composés d'une phase (alliages monophasés) ou de plusieurs phases (alliages polyphasés). Une phase peut être définie comme étant une partie homogène du matériau ayant une composition chimique et une structure propre. À l'état solide, deux types de phases peuvent être mises en évidence : les solutions solides et les composés définis.

II. 2 Alliages binaires

Un matériau composite est constitué de deux ou plusieurs matériaux différents et possède des propriétés mécaniques meilleures que celles de chacun de ses constituants. Alliant la légèreté à d'excellentes caractéristiques mécaniques. Un **alliage binaire** est un composé formé d'un métal et d'un deuxième élément qui peut être un autre métal ou un élément tel que le carbone. Un métal pur a des caractéristiques mécaniques relativement faibles. Le fait d'ajouter d'autres éléments permet d'améliorer les caractéristiques mécaniques. Ces ajouts permettent également de modifier les caractéristiques chimiques des métaux (en particulier leur comportement à la corrosion) ou d'améliorer d'autres caractéristiques (facilité de mise en œuvre : coulabilité par exemple). La plus importante proportion du mélange, est appelée « métal de base ». Les éléments ajoutés volontairement sont appelés « éléments d'alliage ou d'addition » et les éléments non désirés sont appelés impuretés[1].

Les alliages peuvent être étudiés comme des systèmes physiques dont la variance est donnée par la règle de **Gibbs** (ou règle des phases) : $v = n + 1 - \phi$ [2.1]

v représente la variance du système et correspond au nombre de variables indépendantes dont il est nécessaire et suffisant de connaître la valeur pour définir complètement le système (généralement la température et la composition chimique des phases en présence, la pression étant quant à elle fixée dans la plupart des procédés métallurgiques), n représente le nombre de constituants indépendants et ϕ représente le nombre de

phases. Pour les alliages binaires, on a $n = 2$ et $v = 3 - \phi$. Le nombre de phases, selon les états du système, peut être égal à un (monophasé), à deux (biphasé) ou à trois (triphase) ; une variance négative est insignifiante.

II. 2. 1 Les propriétés des alliages

Elles dépendent de 4 facteurs qui sont :

- La composition chimique établie par analyse chimique.
- La constitution physico-chimique qui se définit par la nature et la proportion des constituants.
- La structure cristallographique des constituants.
- L'état mécanique caractérisé par l'existence des contraintes propre aux matériaux.

II. 2. 2 Structure microscopique des alliages

La micrographie et l'analyse chimique permettent de distinguer différents grains: il y a plusieurs constituants. Certains alliages montrent une structure uniforme. Ce sont des **alliages homogènes**, ils ne possèdent qu'une seule **phase**. D'autres alliages comportent plusieurs phases. Ce sont des **alliages hétérogènes** [1]. Lorsque la micrographie montre un seul type de grain, il s'agit d'un métal pur.

Une solution solide est un mélange d'éléments à l'échelle atomique, et c'est analogue à un mélange de liquides qui sont solubles l'un dans l'autre. Il ya deux types de solutions solides : **solution solide de substitution et solution solide d'insertion**[3].

II. 2. 3 Diagramme de phase

Un **diagramme de phase** est une expression utilisée en thermodynamique ; elle indique une représentation graphique, généralement à deux ou trois dimensions, représentant les domaines de l'état physique (ou phase) d'un système (corps pur ou mélange), en fonction de variables, choisies pour faciliter la compréhension des phénomènes étudiés. Les diagrammes d'équilibre sont des diagrammes composition-température qui permettent de connaître la composition et les proportions relatives des différentes phases présentes à l'équilibre. Ils ne donnent aucune indication sur leur morphologie. Un diagramme de

phases (ou diagramme d'équilibre) permet de résumer les constituants d'équilibre d'un système d'alliage [2].

II. 2. 3. 1 Diagrammes d'équilibre binaire

Pour un système binaire $N=2$ (nombre de constituants) **figure (2.1)** le diagramme d'équilibre permet de représenter :

- a- les domaines de stabilité des phases.
- b- Les conditions d'équilibre en plusieurs phases en fonction de deux variables qui sont :
 - La température (T).
 - La composition chimique dite teneur ou concentration des composants en pourcentage.
- c- Le diagramme comporte plusieurs zones de stabilité séparées par deux types de courbes essentielles
 - Les liquidus**: courbes qui représentent les températures de solidification commençante.
 - Les solidus**: courbes qui représentent les températures de solidification finissante [4].

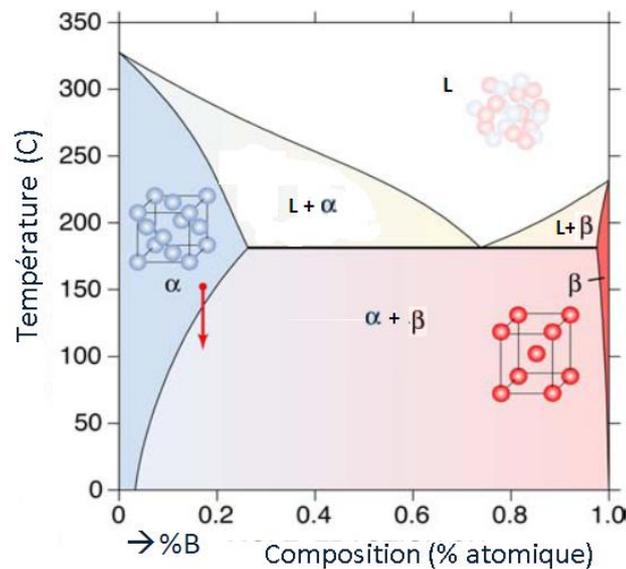


Fig.2.1 Diagramme d'équilibre A-B.

-Solidification

Le refroidissement d'un métal pur **figure (2. 2)** ou d'un alliage en fusion à température ambiante entraîne une solidification. Le passage de la phase liquide à la phase solide s'appelle un changement de phase. Lorsqu'un métal pur en fusion est refroidi, sous pression constante (pression atmosphérique par exemple), le changement de phase s'effectue toujours à une température fixe. La détermination de ce point s'effectue en enregistrant la courbe de refroidissement (température en fonction du temps) [3]

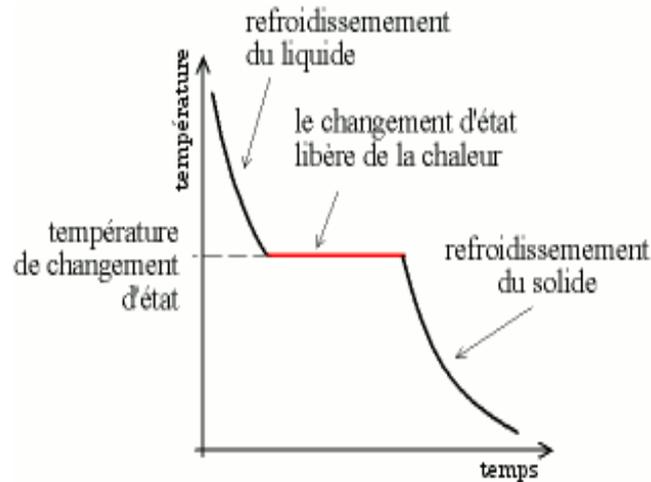


Fig.2.2 Courbe de refroidissement d'un métal pur.

Pour réaliser un alliage, des proportions définies de constituants différents sont fondues et mélangées, puis l'ensemble est refroidi **figure (2. 3)**.

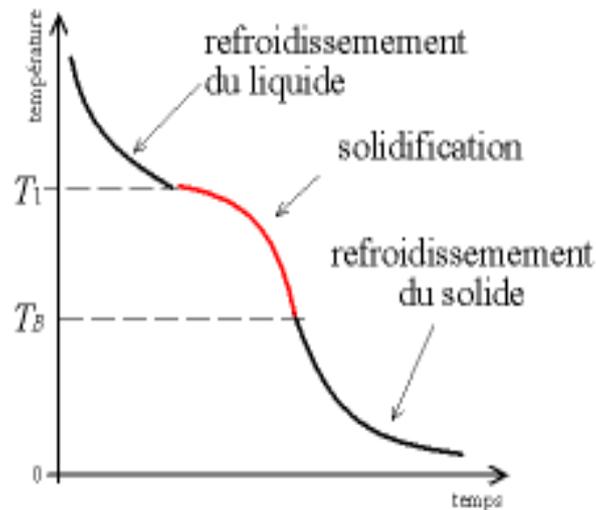


Fig.2.3 Exemple de courbe de refroidissement d'un alliage de composition AB.

II.2. 3. 2 Différentes phases rencontrées dans les diagrammes binaires

La **figure (2.4)** donne l'allure d'un diagramme de phases : il s'agit d'un diagramme fictif d'alliage binaire AB mettant en évidence des domaines monophasés, biphasés et triphasés en accord avec la règle de Gibbs. Dans le cas de l'alliage de composition AB, l'élément A présente deux formes cristallines notées A_α et A_α' et l'élément B présente également B_β et $B_{\beta'}$. Le diagramme de phases présente sept phases différentes :

- la phase liquidus.
- α solution solide primaire de B dans A_α .
- α' solution solide primaire de B dans A_α' .
- β solution solide primaire de A dans B_β .
- β' solution solide primaire de A dans $B_{\beta'}$.
- γ solution solide intermédiaire B_β' .
- A_mB_n composé défini.

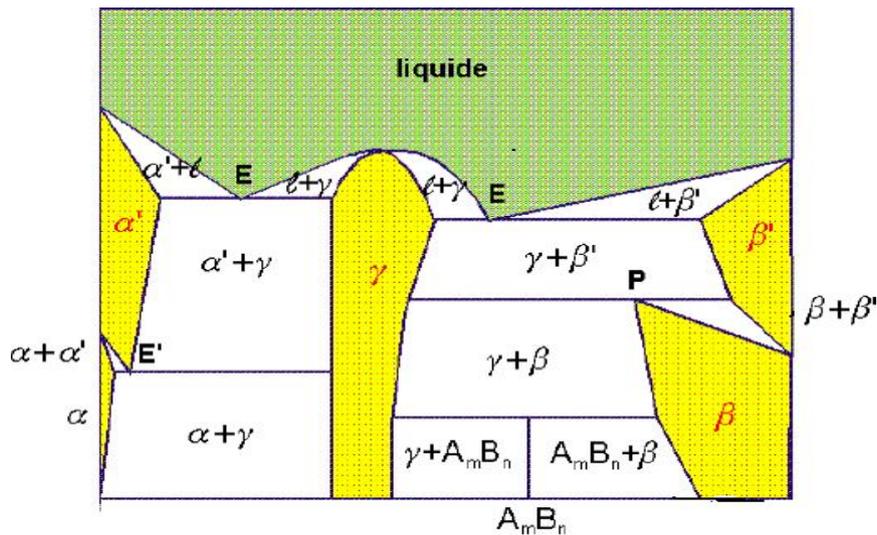


Fig.2.4 Schéma d'un diagramme de phase d'un alliage binaire A-B

Sur la **figure (2.4)**, les seuls domaines monophasés sont α , α' , β et β' auxquels il faut ajouter la verticale du composé défini sont hachurés. Tous les autres domaines sont biphasés mis à part les horizontales pour lesquelles trois phases sont en équilibre. Dans les limites des domaines monophasés ($v = 2$), la température et la composition peuvent varier indépendamment sans changer la nature de la phase. Dans les domaines biphasés ($v = 1$), les compositions des deux phases en équilibre sont parfaitement déterminées à une température donnée. Deux règles simples permettent de les déterminer **figure (2.5)**.

a- règle de l'horizontale

À la température T_i (i de 1 à 3), tous les alliages AB de composition en pourcentage de masse X (% masse de B) sont constitués de deux phases ϕ_1 et ϕ_2 caractérisées respectivement par des teneurs $x_i(\Phi_1)$ de B et $(100 - x_i(\Phi_1))$ de A et $x_i(\Phi_2)$ de B et $(100 - x_i(\Phi_2))$ de A. Les compositions correspondent aux abscisses des points M et P intersections de l'horizontale à la température T et des limites du domaine biphasé.

La règle de l'horizontale précise donc la nature et la composition chimique des phases en équilibre à toutes les températures où le domaine biphasé existe.

b- règle des segments inverses

À la température T , l'alliage particulier de composition X en élément B est caractérisé par une fraction massique des phases ϕ_1 et ϕ_2 particulières. Si m_1 , m_2 et m sont respectivement les masses des phases ϕ_1 , ϕ_2 de l'alliage, on a :

$$m_1 + m_2 = m$$

$$m_1 \cdot X(\Phi_1) + m_2 \cdot X(\Phi_2) = m \cdot X$$

$$\frac{m_1}{m} = \frac{(X_2 - X)}{(X_2 - X_1)} = \frac{P\bar{N}}{P\bar{M}}$$

$$\frac{m_2}{m} = \frac{N\bar{M}}{P\bar{M}}$$

Dans les domaines triphasés pour lesquels la variance est nulle, trois phases de compositions fixées sont en équilibre à une température donnée. On ne peut pas changer la température sans que l'une des phases disparaisse[7]. Il y a équilibre isotherme entre trois phases selon des réactions du type : $\phi_2 \Leftrightarrow \phi_1 + \phi_3$

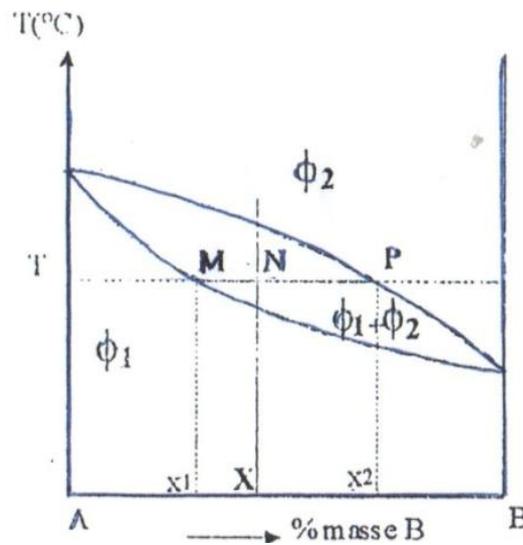


Fig.2.5 Diagramme binaire (méthodes de calcul).

II. 2. 4 Généralités sur les composés définis

Les composés définis sont des composés dont le changement de phase se fait à température constante. On distingue [5]:

- ▶ **Les eutectiques** : un eutectique fond à température constante, il se comporte en fait comme un corps pur.
- ▶ **Les eutectoïdes** : les eutectoïdes subissent une transformation de phase solide-solide à température constante ; la seule différence avec les eutectiques est que la phase au-delà de la température limite n'est pas liquide.
- ▶ **Les péritectiques** : il y a une transformation solide A \rightarrow solide B + liquide à température constante.
- ▶ **Les péritectoïdes** : il y a une transformation solide A \rightarrow solide B + solide C à température constante.

II. 2. 5 La miscibilité

C'est la formation d'un mélange parfaitement homogène. En conséquence, une miscibilité totale à l'état solide signifie que, lorsque le système est solidifié, il ne reste qu'une seule phase en présence.

II.2. 5. 1 Diagramme à solution solide miscibilité totale

Dans certains cas, comme par exemple pour les alliages argent-or, il n'y a pas de composé défini. Dans ces cas-là, le diagramme binaire est très simple, comme illustré ci-dessous :

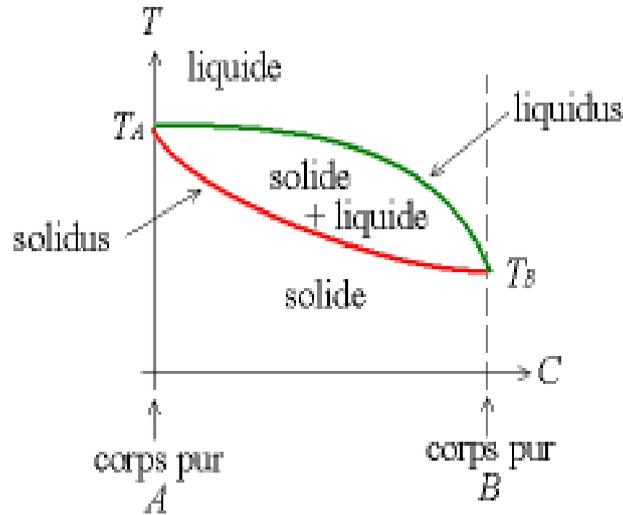


Fig.2.6 Diagramme binaire.

Où : T_A est la température de fusion du corps pur A et T_B la température de fusion du corps pur B .

On définit **figure (2. 6)**:

- Le **liquidus** : au-dessus de cette courbe, le produit est entièrement liquide; le liquidus définit la composition du liquide qui est à l'équilibre avec un solide à une température donnée.
- Le **solidus** : en dessous de cette courbe, tout le produit est solide ; le solidus définit la composition d'un solide qui est en équilibre avec un liquide à une température donnée.

Entre le liquidus et le solidus, on a un mélange solide-liquide. Ce diagramme permet de prédire la manière dont va se passer une solidification [6].

II. 2. 5. 2 Diagramme d'équilibre des alliages formant des solutions solides à miscibilité partielle

Il existe deux types de diagramme d'équilibre des alliages formant des solutions solides limitées :le diagramme à transformation eutectique et le diagramme à transformation péritectique[7].

a) diagramme à transformation eutectique

La solubilité devient beaucoup plus limitée dans les phases solides et liquides et de plus les courbes solidus-liquidus et la bimodale de solubilité en phase solide se rejoignent et forment ce que l'on appelle un segment eutectoïde CD. La détermination du diagramme se fait toujours à l'aide des courbes de refroidissement **figure (2.7)**.

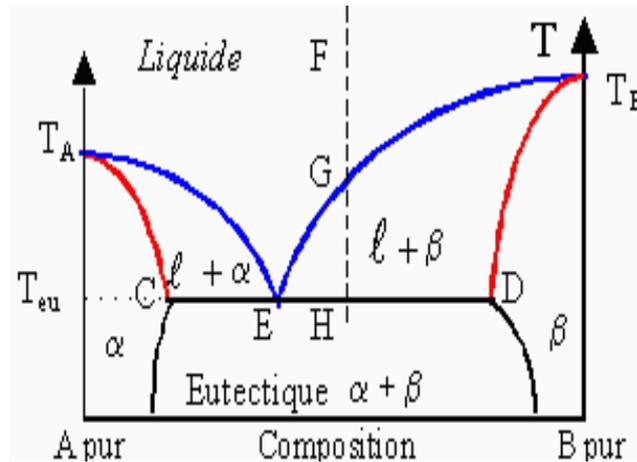


Fig.2.7 Diagramme d'un eutectique.

b) diagramme de transformation peritectique

Dans ce cas, la température de fusion de l'eutectique vient s'insérer entre la température de fusion des deux composés A et B purs : le système est appelé péritectique **figure (2.8)**.

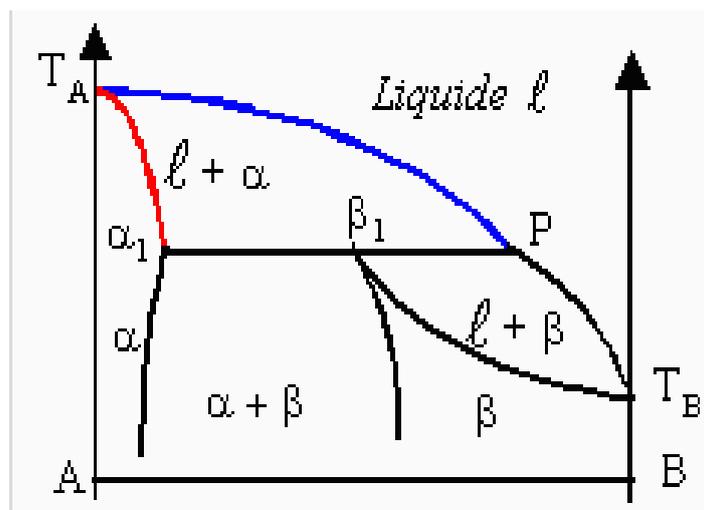


Fig.2.8 Diagramme d'un mélange péritectique.

II. 2. 6 Construction du diagramme

L'intérêt de la construction d'un diagramme est de connaître la composition d'un alliage[1]. En effet, avec les deux composés M_1 et M_2 (dont l'un au moins est un métal), on forme des alliages de composition variable. On réalise leur analyse thermique et l'on reporte, en fonction de leur composition centésimale en masse, les températures de début et de fin de solidification :

- les températures de début forment une courbe appelée **liquidus**.
- les températures de fin forment une courbe appelée **solidus**.
- l'ensemble constitue le **diagramme de solidification** des alliages M_1 et M_2 .

Entre les deux courbes, les alliages sont en cours de solidification **figure (2. 9)**.

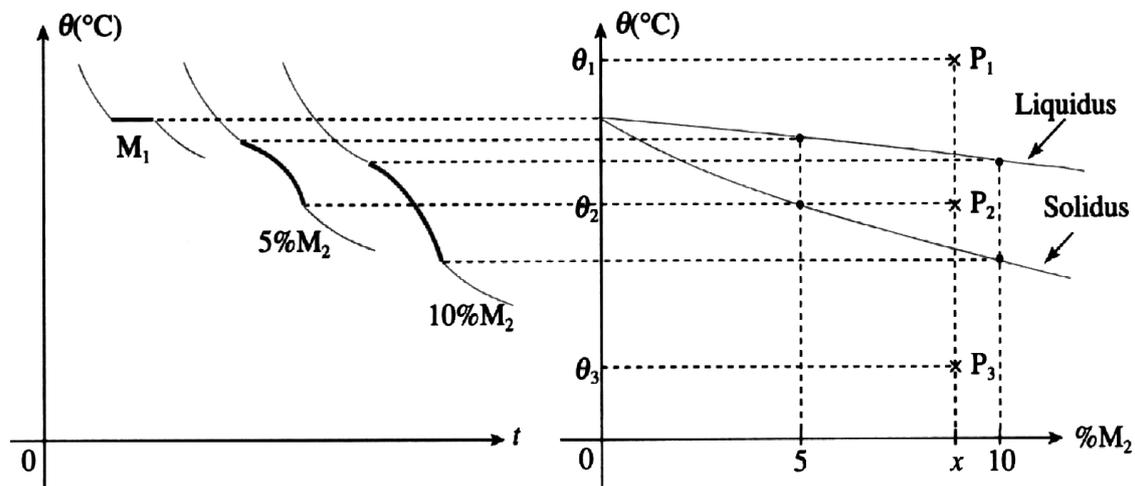


Fig.2. 9 Construction du diagramme.

II. 2. 7 Diagramme d'équilibre de l'alliage fer-cuivre

Le diagramme de phases thermodynamique du système Fe –Cu **figure (2. 10)** présente une importante lacune de miscibilité. En effet, la solubilité du fer dans le cuivre est de 2,8% at. à 1025°C, de 1,0 % at. à 800°C, de 0,6 % at. à 700°C et de 1,5. % at. à 200°C. Celle du cuivre dans le fer est de 0,8 % at. à 800°C et de 0,3 % at. à 700°C[8].

Les phases d'équilibre sont le liquide L, la solution solide riche de Cu (**cfc**), la solution solide riche en Fe (**cc** ou $Fe\delta$) à haute température et à une température moyenne, la solution solide riche en Fe (**cfc** ou $Fe\gamma$), et à une basse température, la solution solide riche en Fe (**cc** ou $Fe\alpha$). L'addition du Cu au Fe tend à stabiliser la structure (**cfc**) et à baisser la température de fusion, limitant la gamme de la stabilité ($Fe\delta$). Quand la température de

fusion du Fe pur aux environs de 1538 °C, est combinée avec des calculs thermodynamiques, on obtient une solubilité maximum de Cu dans du Fe δ de $6,7 \pm 1\%$ at. Le Cu dans (Fe δ) + L \rightarrow (Fe γ) 1485 \pm 10 °C point péritectique. Au péritectique, (Fe δ) est en équilibre avec (Fe γ), contenant $7,2 \pm 1\%$ at. de Cu. La solubilité maximum du Cu dans le Fe α est de $1,88 \pm 0,5\%$ at. Cu à la température Eutectoid (850 du \pm 5 °C). La solubilité maximum du Fe dans le Cu est $3,5 \pm 0,5\%$ at.% Fe à la température peritectique (1096 \pm 5°C). Au-dessous de la température eutectoid (850 °C), le fer forme de grands faisceaux cohérents dans la matrice de Cu (cfc). Dans un alliage contenant 2,7% at. de Fe, des précipités cohérent de fer ne pourraient pas être facilement transformés à la forme stable (cc) par seul traitement thermique, mais la transformation est aisément accompli par une déformation plastique [9].

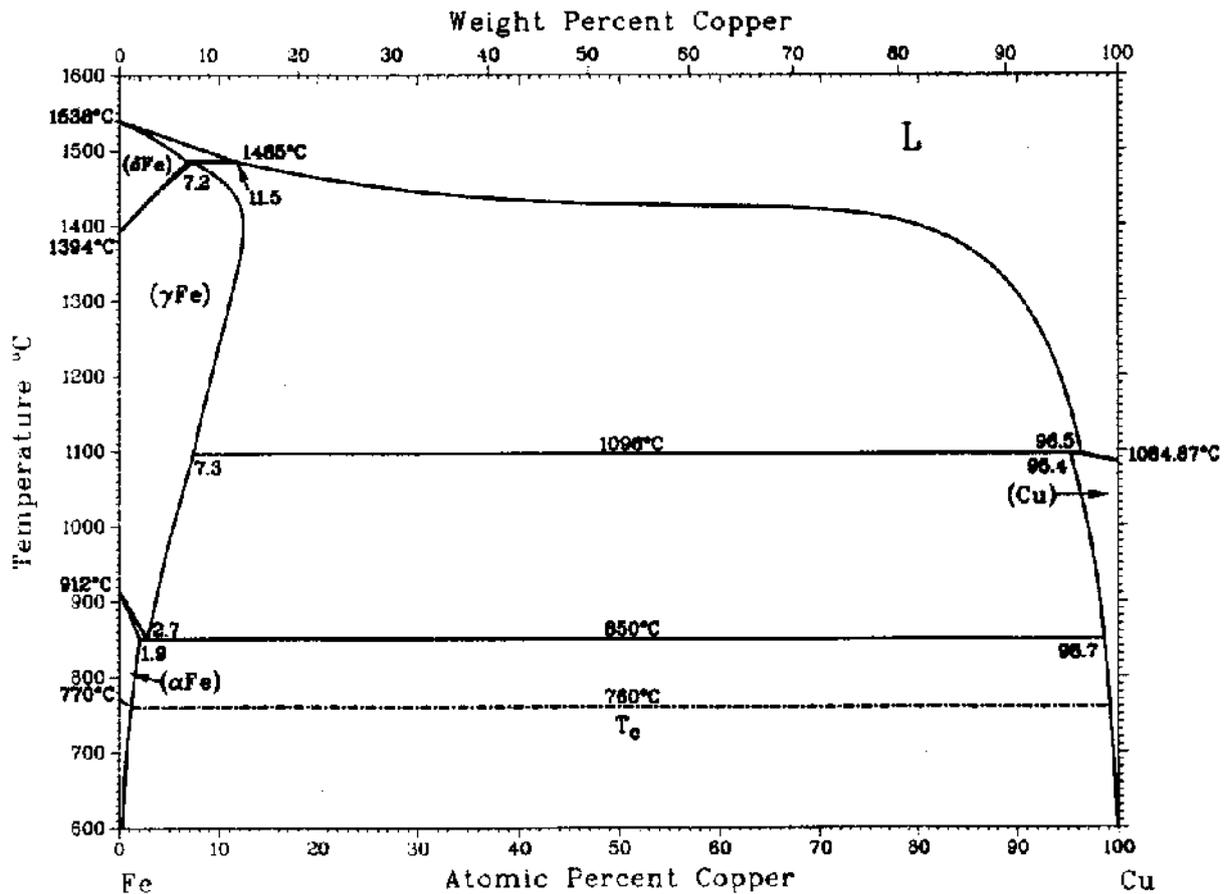


Fig.2. 10 Diagramme de phases du système Fe-Cu

II. 3 La morphologie et la microdureté

Les propriétés des matériaux sont liées à la nature des liaisons chimiques, l'arrangement structural et la microstructure. Les essais d'examen métallographiques ont pour but de caractériser la structure d'un matériau ou d'un assemblage métallique à l'échelle macrographique ou micrographique. Les critères retenus sont alors des critères d'ordre morphologique, de répartition de phases, de taille de grain, etc...

Les essais mécaniques ont pour but de caractériser le comportement d'un matériau ou d'un assemblage métallique en fonction des sollicitations mécaniques choisies. Les plus fréquents sont l'essai de dureté, destiné le plus souvent à estimer rapidement et simplement la limite d'élasticité du matériau, et l'essai de résilience visant à caractériser le risque de rupture fragile du matériau. L'essai de dureté est largement utilisé sur les métaux[10]. La dureté est une propriété d'un matériau qui est simple à mesurer et permet de différencier et de décrire les matériaux et leur état physique en cours de processus. La dureté se définit comme la résistance d'un matériau à l'empreinte d'un corps en matériau plus dur. Conformément à cela, la plupart des tests de dureté conventionnels impliquent l'utilisation d'un pénétrateur dur (par exemple, en diamant) qui est pressé à la verticale dans la surface de l'échantillon. La méthode la plus communément utilisée dans les laboratoires de tests est le test de dureté Vickers[11]. Il caractérise la résistance qu'oppose le matériau à la pénétration d'un autre corps plus dur que lui. Il existe trois principaux types d'essais de dureté, qui diffèrent essentiellement par la forme du pénétrateur : l'essai Brinell, l'essai Vickers et l'essai Rockwell[10].

- a- Essai Brinell :** le pénétrateur est une bille en acier extra dur de diamètre D . On la pose sur l'échantillon à étudier et on exerce sur elle une force F pendant un temps donné t . La dureté est ensuite calculée comme le rapport entre F (exprimée en Kgf) et la surface S (exprimée en mm^2) de la calotte sphérique ainsi formée :

$$HB = F/S \quad \{2.2\}$$

La surface S peut être aisément calculée à partir du diamètre d de l'empreinte.

- b- Essai Rockwell :** le pénétrateur est soit une bille, soit un cône de diamant d'angle au sommet 120° , avec une extrémité sphérique de $0,2\text{mm}$ de diamètre. On ne mesure plus la surface de l'empreinte, mais sa profondeur. On applique en général une précharge d'environ 10Kg avant l'essai, et on mesure l'évolution de la profondeur de l'empreinte

lors du passage à la charge totale. La valeur de la dureté est notée HR, avec un indice supplémentaire donnant le type de bille ou cône utilisé.

c- **Essai Vickers** : le pénétrateur est une pyramide en diamant à base carrée. L'empreinte formée est donc pyramidale (figure (2.11)). Si S est la surface latérale de cette empreinte (exprimée en mm^2), d sa diagonale (en mm) et F la force appliquée (en Kgf), alors la dureté est : $H_v = F/S \approx 1,8544F/d^2$ [2.3]

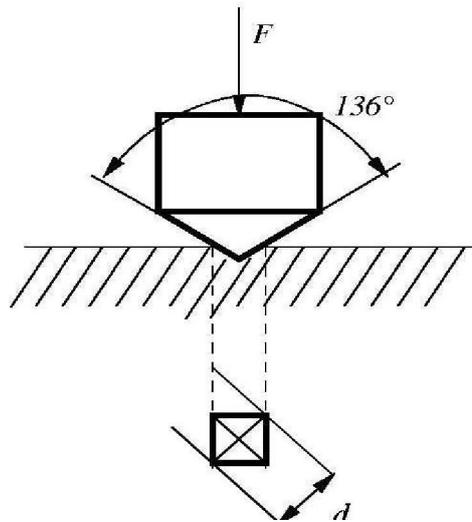


Fig.2. 11 Essai de dureté Vickers

II. 3. 1 La microdureté

La microdureté consiste à utiliser des pénétrateurs de taille submillimétrique. Les empreintes ne couvrent alors qu'un à quelques grains [12]. La mesure de la dimension se fait avec un microscope métallographique. Les empreintes font quelques microns. Elle permet de résoudre de nombreux problèmes tels que: La mesure de la dureté des couches minces, évaluation de l'érouissage local, exploration d'alliages à phases multiples, etc. [10]. La microdureté Vickers s'effectue sous une charge de quelques grammes à quelques centaines de grammes, l'appareil utilisé est un microduremètre qui comporte une colonne de microscope optique en réflexion qui permet de viser la zone souhaitée sur un échantillon poli, le pénétrateur Vickers placé dans l'axe optique pour effectuer l'essai, puis le microscope permet de mesurer les diagonales des empreintes (de quelques microns à quelque dizaines de microns) (figure (2.12)).



Fig.2.12 Microduromètre[19]

II. 3. 2Principe des essais de microdureté

Un pénétrateur de forme et de résistance appropriées (sphère, pyramide, cône...) est appliqué progressivement sous l'action d'une force F sur la surface et maintenu pendant un temps précis. Si le matériau est plastiquement déformable, une empreinte de surface latérale S et de profondeur e subsiste après retrait de la charge.

La dureté s'exprime alors par: $H=F/S$ {2.4}

Bien qu'homogène à une contrainte de résistance à la pénétration, la microdureté doit être exprimée, selon les normes, comme un nombre sans dimension[13].

II.3. 3 Microdureté Vickers et knoop

Au cours de ces essais, on introduit un très petit pénétrateur en diamant de forme pyramidale dans la surface de l'éprouvette. Les charges appliquées sont nettement inférieures à celles utilisées pour les essais Rockwell et Brinell. L'empreinte est observée et mesurée à l'aide d'un microscope, puis la mesure est convertie en nombre de dureté. On désigne les nombres de dureté knoop et Vickers par HK et HV respectivement, et les échelles de dureté pour les deux méthodes sont à peu près équivalentes. Les méthodes knoop et Vickers sont dites des essais de microdureté en raison de la charge et les dimensions du pénétrateur ; elles mesurent bien la dureté de petites régions d'éprouvette sélectionnées, de plus la méthode knoop est appliquée sur des matériaux fragiles tels que

les céramiques. D'autres méthodes d'essai de dureté sont fréquemment employées comme l'essai de microdureté ultrasonore, l'essai par rayage...etc.[14].

II. 3. 4 Relation entre la dureté Vickers et la résistance à la traction

Comme pour la dureté Brinell, la dureté Vickers est reliée aux caractéristiques contrainte-déformation du matériau. En particulier, on a observé une relation avec la résistance à la traction R_m de la forme [15] :

$$R_m(\text{MPa}) \approx \gamma H \{2.5\}$$

Où :

H : est la dureté (Vickers HV ou Brinell HB).

γ : une constante qui dépend du type d'alliage considéré. Pour les aciers au carbone et les aciers faiblement alliés γ vaut environ 3.

II. 3.5 Relation entre la dureté et la limite d'élasticité

La relation entre la dureté Vickers et la limite d'élasticité R_p :

$$H_v = c R_p \{2.6\}$$

Où $c = 0,29$ ou $0,3$.

La dureté augmente avec l'augmentation de la limite élastique et la résistance à la traction.

II. 3. 6 Propriétés des matériaux

Les propriétés de certains matériaux sont directement liées à leur structure cristalline. Les grandeurs physiques telles que le module d'Young (E), la température de fusion, le coefficient de dilatation linéique (α) dépendent des forces de liaison interatomiques.

a) Propriétés intrinsèques

- difficilement modifiable.
- dépendent du type de liaison et de l'architecture atomique (quasiment insensibles aux défauts) .
- varient de façon continue en fonction de la composition du mélange.

b) Propriétés extrinsèques

- dépendent des défauts inclus dans le matériau et de la microstructure.
- varient considérablement en fonction de la composition et des traitements thermiques ou mécaniques qu'on applique au matériau. Des grandeurs telles que la conductivité, la limite d'élasticité, la résistance à la traction, l'allongement à la rupture, la ténacité, la dureté décrivent ses propriétés [16].

II. 3. 7 Mécanismes de modification des propriétés mécaniques

- Variation de la composition.
- Modification de la microstructure.
- Traitements mécaniques (écrouissage).
- Traitements thermiques (refroidissement et chauffage).

II.3. 7. 1 Modification de la microstructure

La modification de la structure peut être réalisée par une technique dite le durcissement par affinement de la taille des grains **figure (2. 13)**. En effet, la limite élastique par exemple dépend essentiellement de la taille des grains. La diminution de la taille des grains permet d'augmenter la limite élastique et la ténacité sans toutefois diminuer la ductilité.

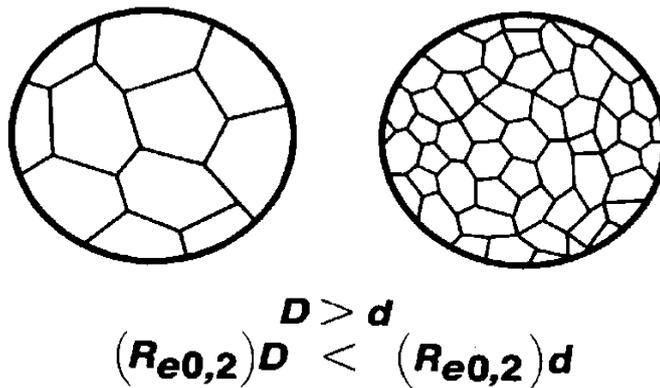


Fig.2. 13 Modification de la microstructure.

Exemple: variation de la limite élastique $R_{e,0,2}$ en fonction de la taille des grains pour différents métaux et alliages **figure (2.14)**.

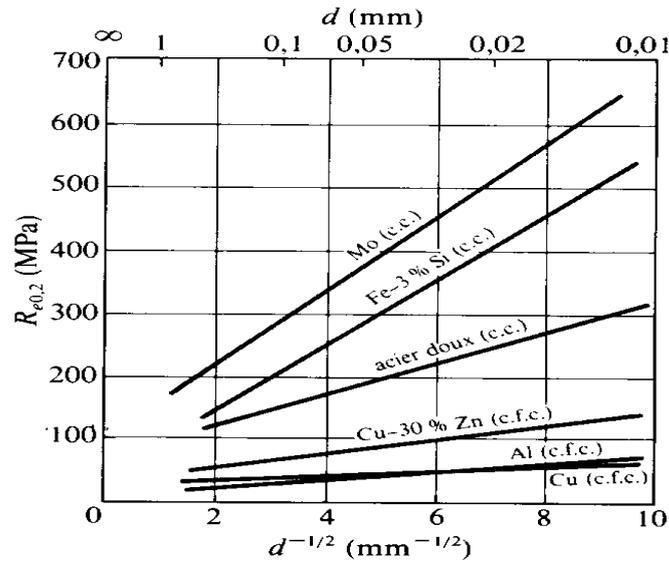


Fig.2.14 Relation entre la taille des grains et $R_{e0.2}$

II. 3. 8 Formation des joints de grains

Lors de leur refroidissement, les matériaux cristallisés ont une croissance qui s'effectue en deux phases :

- la germination, ou formation de sites favorisant thermodynamiquement le regroupement d'atomes.
- la croissance tridimensionnelle autour de ces sites.

Ces mécanismes s'effectuant de façon parallèle en plusieurs points de l'espace, plusieurs réseaux cristallins sont formés avec des orientations aléatoires. Quand ces réseaux se rencontrent ils ne sont donc pas alignés, la zone de changement d'orientation est appelée joint de grain[17]. Les matériaux cristallins utilisés couramment, sont généralement polycristallins. Ils ne sont pas formés d'un seul grain (monocristal) mais d'un ensemble de grains de taille plus ou moins grande (de 1 μm à plusieurs centimètres selon le mode d'élaboration et les traitements thermomécaniques subis par le matériau). Ces grains sont juxtaposés et les régions où les différents grains sont en contact sont appelées joints de grains. Ces régions sont des zones de transition caractérisées par des structures plus ou moins perturbées qui permettent l'accommodation géométrique et cristallographique des grains constitutifs du polycristal. De manière générale, les joints de grains sont à la fois des sources et des pièges pour les défauts ponctuels et les dislocations. Les procédés d'élaboration des alliages permettent de contrôler la taille et la morphologie des grains[18].

II. 3. 9 Effet des joints de grains sur la résistance mécanique

Généralement, Les joints de grains contiennent des dislocations qui interagissent peu entre elles si elles ne sont nombreuses ce qui conduit facilement à une déformation plastique. Si le nombre de dislocations augmente, leur mouvement sera bloqué et on assiste à un phénomène de durcissement structural. Les joints de grains empêchent les plans préférentiels de glissement de se prolonger d'un grain à l'autre car l'orientation des plans cristallins est différente d'un grain à un autre. La taille de grain influe donc sur les propriétés mécaniques des polycristaux : le nombre de joints de grains est inversement proportionnel à leur taille (Loide Hall-Petch). Ce phénomène rend les matériaux polycristallins plus résistants à la traction que les monocristaux à composition chimique égale [17].

La **loi de Hall-Petch** est une relation entre la contrainte à partir de laquelle un matériau polycristallin subit une déformation plastique et la taille de ses grains. Elle s'écrit :

$$\sigma_c = \sigma_0 + K / \sqrt{d} \quad \{2.7\}$$

σ_c désigne la contrainte critique, d est la taille des cristallites, σ_0 et K sont des constantes.

II. 3. 10 Effet de la taille de grain sur la dureté Vickers (HV)

Il a été déterminé qu'un matériau à grains fins est plus dur et plus résistant qu'un matériau à grains grossiers **figure(2. 15)**. En effet, la loi de Hall- Petch permet de suivre l'évolution de la dureté comme l'inverse de la racine de la taille des grains (d).

$$H_v = HV_0 + k/\sqrt{d} \{2.8\}$$

Avec : HV_0 et k constantes

Toute modification microstructurale (précipitations, dislocations...) est susceptible de durcir le matériau et d'augmenter sa limite élastique.

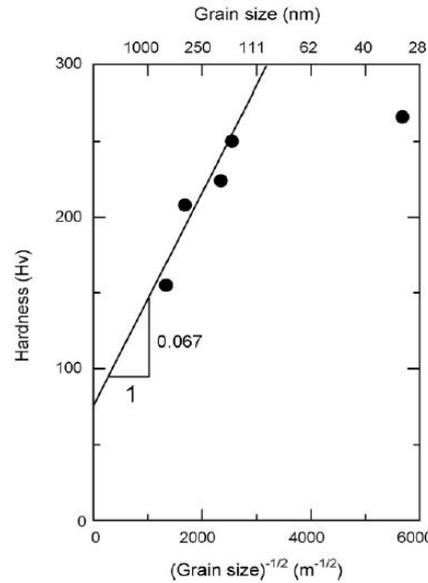


Fig.2.15 Variation de la dureté (Hv) en fonction de la taille des grains (d)

II. 4 Conclusion

Les objectifs de ce chapitre sont de comprendre la construction des diagrammes de phase binaires et de retenir les différents types de diagrammes de phases possibles. À partir de ces connaissances, il devient possible d'expliquer l'intérêt des alliages et les variations de leurs propriétés mécaniques en fonction des variations de composition.

Référence

- [1] [c.divoux.free.fr/phyapp/chimie/Cours alliages binaires.pdf](http://c.divoux.free.fr/phyapp/chimie/Cours%20alliages%20binaires.pdf).
- [2] cours du module 403 chapitres v. Diagramme d'équilibre des phases.
- [3] umvf.univ-nantes.fr.
- [4] dut-gmp.e-monsite.com/chap-1-diagrammes-d-equilibres-binaire.docx
- [5] http://heberge.univ-tlemcen.dz/b_belhachemi/diagrammes.html.
- [6] <http://www.techno-science.net>.
- [7] [nte.enstimac.fr/Sci Mat/co/SM4 2.html](http://nte.enstimac.fr/Sci%20Mat/co/SM4%202.html).
- [8] Sophie Galdeno, Influence des conditions de broyage sur la distribution de nanoparticules magnétiques (Fe,Co) dans une matrice de cuivre. 2001
- [9] Binary alloy phase diagrams Cu-Fe (copper –iron) LJ Swartzendruber.

- [10] www.emse.fr/~fortunier/cours/Constitutive_Equations/poly.pdf. Comportement Mécanique des matériaux Roland Fortunier.
- [11] www.struers.com/resources/elements/12/1463/36art6_fr.pdf.
- [12] aide-mémoire, sciences des matériaux Michel dupeux, dunod.
- [13] foad.univ-ubs.fr/file.php/977/TP/TPwinch/5_essai_vickers.pdf.
- [14] Jr. Callister .Science et génie des matériaux édition modulo.
- [15] Technique de l'ingénieur.
- [16] www.civil.usherbrooke.ca/cours/gci116/.../4.2.1%20Bonification.materiaux.de.l'ingenieur.ppt.
- [17] fr.wikipedia.org/wiki/Joint_de_grain.
- [18] nte.enstimac.fr/SciMat/co/SM3uc3-1.htm science des matériaux.
- [19] mms2.ensmp.fr/mms_paris/experimental/polycop/caracterisation.pdf.

CHAPITRE III
LES TECHNIQUES
D'ELABORATION
DES ALLIAGES
BINAIRES

III. 1 Introduction

La métallurgie est l'ensemble des procédés d'extraction, de production, de transformation à chaud des métaux ferreux, des métaux non ferreux et de leurs alliages. Elle englobe aussi les techniques d'élaboration, de formage, de transformation et de traitement des métaux, ainsi que l'étude des microstructures formées par les éléments métalliques et les propriétés physico-chimiques de ces matériaux. Les métaux sont extraits de minerais et transformés selon différents procédés pour obtenir des métaux purs ou des alliages. Les transformations des métaux se font par fusion, par déformation mécanique à chaud ou à froid en utilisant selon les cas le laminage, le forgeage, le matriçage, l'emboutissage, le frittage, l'estampage, l'étirage, le filage et le tréfilage etc.... [1].

Ensemble de techniques visant l'obtention d'une pièce ou d'un objet par transformation de matière brute. L'obtention d'une pièce désirée nécessite parfois l'utilisation successive de différents procédés de fabrication, parmi ces procédés d'élaboration la **fonderie** et la **métallurgie des poudres**.

La **métallurgie des poudres** est une technique tout à fait originale et diffère totalement des autres techniques classiques de mise en forme d'objet métallique. Cette originalité vient du fait que la matière première est sous forme de poudre, ce qui permet de créer un large éventail de pièces tout en restant économiquement favorable. Le processus habituel de mise en œuvre de la métallurgie des poudres comporte essentiellement deux stades :

- Une première phase de compression, généralement à température ambiante, d'une masse pulvérulente au moyen d'une presse permettant d'obtenir un aggloméré (appelé aussi comprimé) d'une forme proche de la pièce désirée.
- Une seconde phase dite **frittage** du comprimé. Cette opération s'effectue par chauffage en atmosphère appropriée à température inférieure au point de fusion du métal, mais suffisamment élevée pour provoquer les liaisons des particules métalliques entre elles et consolider ainsi le produit issu de la phase précédente[2].

Aujourd'hui, la fonderie représente un secteur important de l'activité industrielle, fournissant des produits finis directement utilisables, ou des pièces venant s'intégrer dans des ensembles mécaniques une fois qu'elles sont usinées [3].

Sous le terme "**Fonderie**", on englobe généralement l'ensemble des techniques de mise en œuvre pour l'obtention d'un objet par coulée d'un métal en fusion dans une empreinte appelée "**moule**" qui peut être en sable ou métallique[4].

III. 2 La métallurgie des poudres

Elle a pour but de fabriquer des pièces métalliques à partir de poudres, par compression (au moyen d'une presse permettant d'obtenir un aggloméré appelé aussi comprimé qui a la forme de la pièce désirée) suivie de frittage (chauffage à une température inférieure au point de fusion de la poudre, ou du plus élevé des points de fusion des constituants dans le cas d'un mélange de poudres). Le produit reste donc constamment solide, ou bien n'est que partiellement fondu[5]. Les différents modes de fabrication sur lesquels elle repose, permettent l'obtention de pièces poreuses ou non, de formes, de dimensions et de masses variés. Les techniques intervenant successivement au cours de l'élaboration d'un composant peuvent se résumer de la façon suivante :

- élaboration de la poudre.
- densification et mise en forme.
- frittage.
- calibrage, traitements thermiques et finitions.

- **L'élaboration de poudres métalliques compressibles** : les poudres peuvent être des métaux purs ou des alliages, elles peuvent être mélangées entre elles ou à d'autres poudres, des non-métaux ou des composés métalliques tels que les oxydes ou les carbures ; le mélange comprend, en outre, une faible proportion d'une poudre d'un lubrifiant solide.

- **La compression à froid** : c'est une étape qui permet de compacter les poudres afin d'obtenir une pièce agglomérée, de forme et de dimensions précises et manipulable au cours des opérations envisagées.

- **Le frittage** : Il consiste à chauffer les comprimés à une température élevée mais nettement inférieure à la température de fusion du métal pur ou de l'alliage obtenu ; une atmosphère contrôlée et réductrice est nécessaire dans la plupart des cas. Dans cette filière, la forme et les dimensions des pièces ne varient que très peu et le matériau final a donc une porosité résiduelle non négligeable. Exceptionnellement, au cours du frittage, un retrait dimensionnel peut conduire à une porosité nulle **figure(3. 1)**.

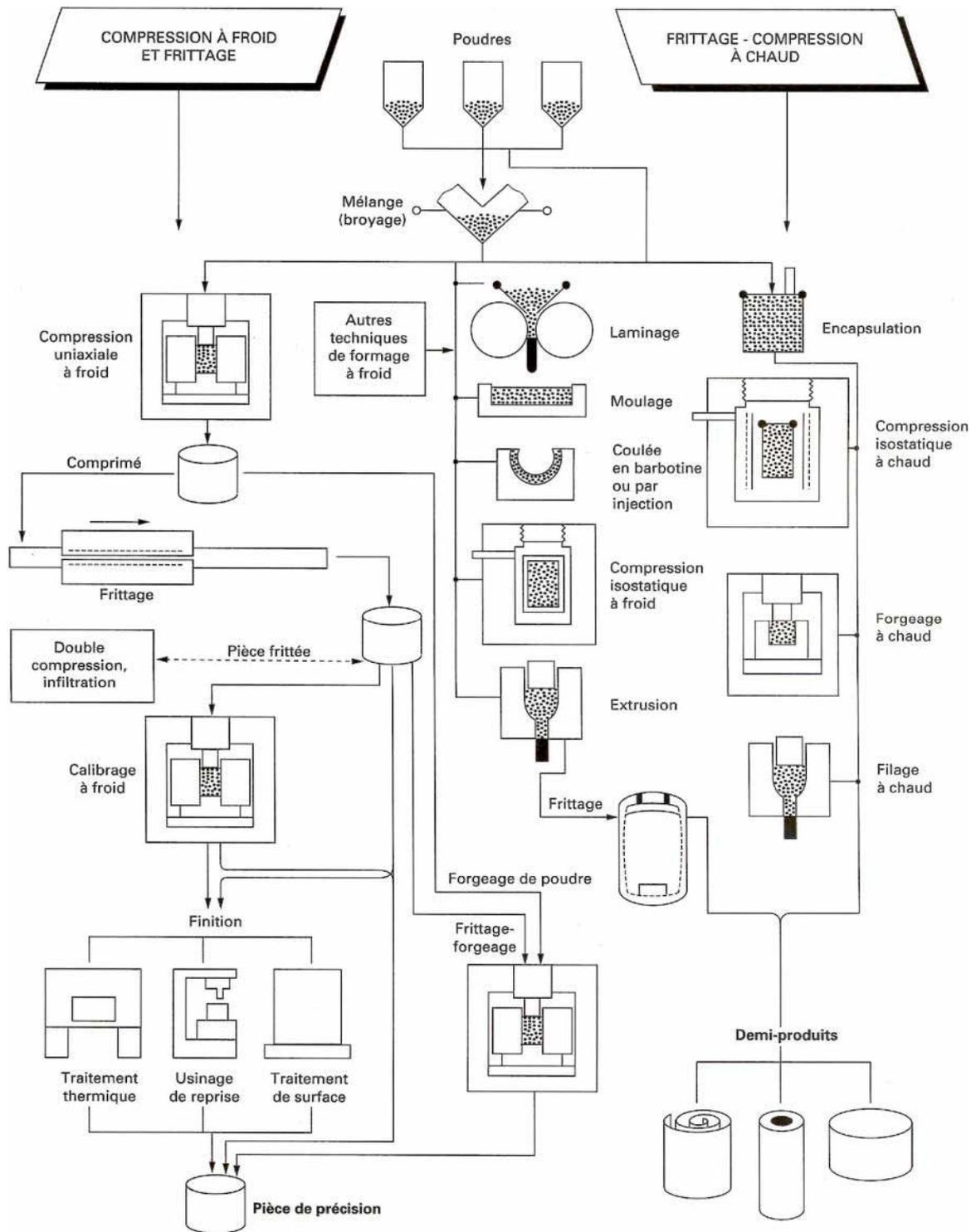


Fig.3. 1 Filières de la métallurgie des poudres.

III. 2. 1 Etapes principales de la métallurgie des poudres

III. 2. 1.1 Élaboration des poudres

Les poudres métalliques sont produites par un grand nombre de procédés standards dans le domaine de la physique et de la chimie. Selon la nature du métal et les exigences, différentes méthodes de production ont été développées. Les méthodes de fabrication des particules de poudres peuvent se classer en trois catégories :

-**Mécanique** : consiste à diviser un solide essentiellement par choc (broyage, mécano synthèse).

-**Physique** : le procédé usuel est l'atomisation qui représente la principale méthode de fabrication des poudres métalliques (atomisation par un fluide, par centrifugation, sous vide ou par gaz, par ultrasons).

-**Chimique** : elle permet de préparer des poudres de tous les éléments (et de quelques composés) avec un spectre très important de taille de particule (évaporation, réaction chimique, électrolyse, précipitation, décomposition thermique d'un solide, etc..).

L'étape d'élaboration de la poudre est une opération qui vise à optimiser les caractéristiques de la poudre. Le choix d'une méthode, outre l'aspect du coût final de l'élaboration, a évidemment une influence importante sur les propriétés de la poudre résultante[6].

Les caractéristiques qualitatives ou quantitatives principales de la production de la poudre sont :

- la granulométrie
- la morphologie.
- la microstructure (taille des particules et des grains métallurgiques qui les constituent).
- la composition chimique.
- le comportement mécanique du matériau constitutif.
- l'aptitude à la compaction.
- le coût.

III.2.1.2 Procédé de mise en forme à partir des poudres

III.2.1.2.1 Compression

L'avantage des pièces frittées vient en partie de leur tenue mécanique. Cette particularité est due à la phase de compression. C'est en effet cette phase qui permet la densification de la poudre et délimite ainsi ses caractéristiques techniques telles que l'élasticité ou la dureté. La densification de la pièce est due à la déformation plastique des particules de poudre qui adaptent leurs contours aux particules adjacentes formant ainsi une structure liée. La poudre est comprimée grâce à des presses de puissances différentes. La machine de compression est choisie en fonction des caractéristiques à obtenir mais aussi en fonction de la taille de la pièce à réaliser. Dans la pratique la plus courante, on comprime la poudre à froid afin d'obtenir un objet ayant une cohésion suffisante pour qu'il puisse être manipulé et transporté jusqu'au four de frittage. La compression est le plus souvent **uniaxiale** mais, comme cela conduit à certaines limitations de forme, d'autres moyens sont parfois employés tels que **la compression isostatique**[7].

Le cycle de compression peut être divisé en trois étapes **figure (3.2)**:

- ♦ Le remplissage de la matrice.
- ♦ La densification de la poudre.
- ♦ L'extraction du comprimé de la matrice.

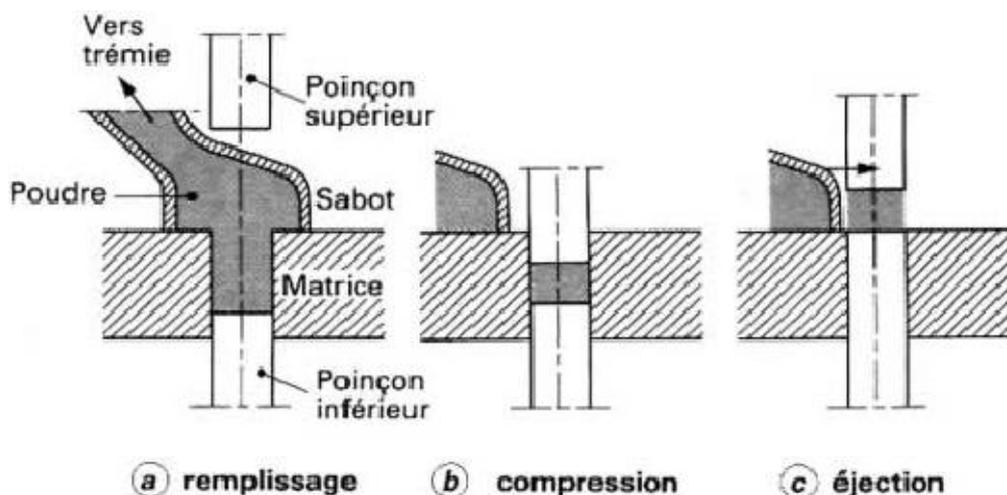


Fig. 3.2 Cycle de compression d'un cylindre.

III.2.1.3 Frittage

Le frittage est un procédé de fabrication de pièces consistant à chauffer une poudre sans la mener jusqu'à la fusion. Sous l'effet de la chaleur, les grains se soudent entre eux, ce qui forme la cohésion de la pièce. Le frittage est un procédé qui permet de réaliser des pièces mécaniques ou d'autres objets à partir de poudres plus ou moins fines. Le frittage peut être réalisé avec ou sans liant, sur des matériaux très divers. Le frittage permet de passer d'une poudre mise en forme à froid à un matériau consolidé. La consolidation du matériau découle de la formation de joints de grains et de l'élimination de la porosité introduite lors de la mise en forme. Dans la plupart des cas, le frittage s'accompagne d'un retrait (réduction des dimensions de la pièce) et donc d'une densification (réduction du volume de la pièce). La porosité est pratiquement nulle pour les poudres de fer mises en forme par compression à froid **figure (3. 3)**.



Fig.3. 3 Des pièces frittées, élaborées à partir des poudres métalliques fer, cuivre, bronze.

III.2.1.4 Aspects physico-chimiques de frittage

Le frittage peut être décrit comme le passage d'un compact pulvérulent à un matériau cohérent sous l'action de la chaleur. Au cours de cette transformation, la forme de la pièce est conservée, son volume en général diminue (phénomène de retrait). La consolidation du compact s'effectue par la formation de liaisons entre les grains ; s'il y a fusion au cours du frittage, celle-ci ne peut être que très localisée afin de conserver une cohérence à l'ensemble de la pièce. Avant l'étape de frittage, la pièce est mise en forme par des techniques qui dépendent de ses dimensions et de sa complexité : le pressage uniaxial pour

les formes simples cylindriques, le coulage pour les pièces creuses, l'injection pour des pièces de précision. La pièce ainsi préparée dite pièce en cru (ou vert) est ensuite consolidée et densifiée par le traitement thermique de frittage. D'un point de vue technologique on distingue le frittage naturel effectué sans contrainte mécanique (chauffage sous air ou sous atmosphère contrôlée), du frittage sous charge effectué en appliquant une pression extérieure simultanément au chauffage. Ce dernier est particulièrement utilisé pour les matériaux difficiles à fritter ou pour obtenir des densités proches de la densité maximale théorique.

D'un point de vue physico-chimique, on distingue deux types de frittage suivant les réactions qui se produisent à l'intérieur du comprimé :

- Le « **frittage en phase solide** » si tous les constituants restent en phase solide,
- Le « **frittage en phase liquide** » si au moins l'un des constituants est en phase liquide et l'un au moins reste en phase solide.

a) Frittage en phase solide

Au cours duquel tous les constituants restent solides. La densification est produite par la soudure et le changement de forme des grains. Ce frittage peut donc être monphasé à un constituant ou polyphasé. On peut ajouter des additifs qui permettent, sans créer de phase liquide, d'accélérer la densification. Ce mode de frittage est particulièrement utilisé pour les céramiques techniques dont la pureté des joints de grains est importante pour les propriétés d'usage thermomécaniques (outils de coupe, combustible nucléaire), électriques ou magnétiques (supraconducteurs, diélectriques), optiques [8].

b) Frittage en phase liquide

Pour lequel la quantité de liquide qui apparaît est juste suffisante pour permettre le réarrangement des particules, former des points liquides entre les grains et les amener ainsi au contact les uns des autres. Ce type de frittage est lui aussi polyphasé ; il fait appel à la réaction entre plusieurs constituants chimiques [8].

Avant l'étape de frittage, la pièce est mise en forme par des techniques qui dépendent de ses dimensions et de sa complexité : le pressage uniaxial pour les formes simples cylindriques, le coulage pour les pièces creuses, l'injection pour des pièces de précision. La pièce ainsi préparée dite pièce en cru (ou vert) est ensuite consolidée et densifiée par le traitement thermique de frittage. D'un point de vue technologique on distingue le frittage

naturel effectué sans contrainte mécanique (chauffage sous air ou sous atmosphère contrôlée), du frittage sous charge effectué en appliquant une pression extérieure simultanément au chauffage. Ce dernier est particulièrement utilisé pour les matériaux difficiles à fritter ou pour obtenir des densités proches de la densité maximale théorique. Si le matériau après frittage a la même composition chimique que la poudre initiale, on parle de **frittage non réactif** ; c'est le cas le plus général. Dans certains cas particuliers, la poudre initiale peut être composée d'un mélange de deux (ou plusieurs) composés chimiques ; dans ce cas, le traitement thermique permet, d'une part de former un nouveau composé chimique, d'autre part de densifier ce nouveau matériau ; **on parle alors de frittage réactif**[9].

III.2.1.5 Frittage sélectif au laser

Le procédé SLS (selective laser sintering) est une technique de prototype rapide par frittage laser sélectif sans phase liquide. Il est utilisé pour créer des objets à 3 D, strate (section de la pièce) par strate, à partir de poudres qui sont frittées ou fusionnées grâce à l'énergie d'un laser de forte puissance. Grâce à la variété des matériaux pouvant être utilisés par ce procédé, une large gamme d'applications est possible. De l'aérospatial à l'électronique en passant par l'automobile, les entreprises à travers le monde utilisent SLS pour accélérer la conception, le développement et l'introduction sur le marché de nouveaux produits.

Le frittage sélectif par laser est un procédé de mise en forme par apport successifs de matière essentiellement utilisé pour le prototypage rapide **figure (3. 4)**.

Le laser fournit localement, à chaque strate l'énergie thermique permettant la cohésion des particules de poudres. 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 [10].

Divers types de poudre sont proposés selon les constructeurs de machine :

- * Plastiques (nylon, polystyrène...)
- * Métaux (acier, bronze -nickel...)
- * Céramiques.
- * Cire.

La poudre utilisée pour le frittage doit satisfaire certains critères concernant le diamètre des grains, leurs forme, leurs surface, leurs composition

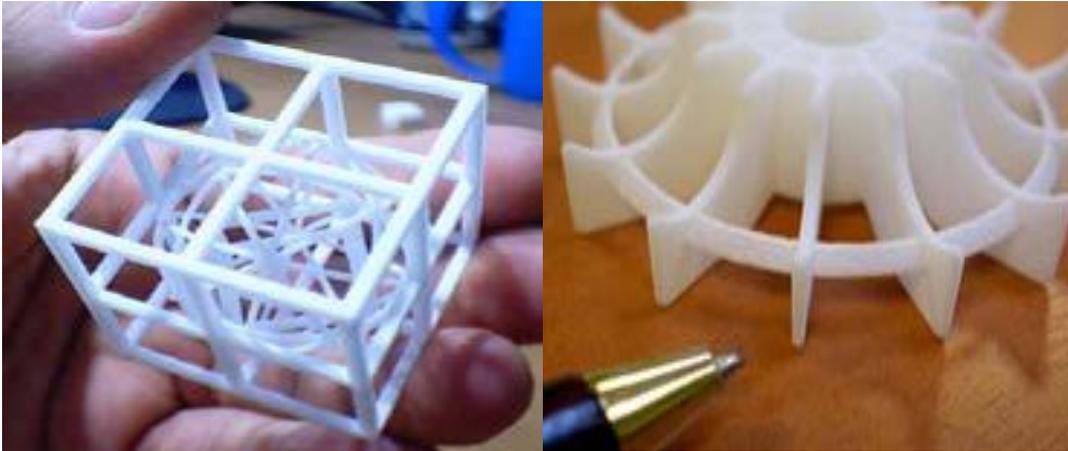


Fig.3.4 Prototypes en polyamide.

III.3 La fonderie

La fonderie consiste à couler un métal ou un alliage en fusion dans un moule pour obtenir, après solidification, une pièce dont les formes reproduisent celles du moule. Du fait qu'elles mettent en forme le métal liquide, les industries de la fonderie doivent maîtriser deux technologies essentielles : la fusion des métaux et alliages, et le moulage.

Le remplissage des moules par un métal permet d'obtenir les formes les plus complexes (pleines ou creuses) dès lors que l'on peut concevoir et réaliser les moules correspondant aux pièces. L'opération de moulage est une des plus importantes du processus industriel de la fonderie[11].

Elle détermine en effet, d'après le modèle, les formes de la pièce à couler, ses dimensions et sa précision, ses états de surface, son refroidissement, et joue un rôle prépondérant sur de très nombreux paramètres influant sur sa qualité. Le moulage, au cœur de toute fonderie, fait intervenir deux types de moules. Les moules destructibles et les moules permanents.

a-Les moules destructibles sont fabriqués en sable ou en céramique. Après la coulée et la solidification du métal, ils doivent être désagrégés pour libérer les pièces. L'atelier de moulage est organisé autour de la fabrication et de la manutention des moules, ce qui implique l'existence d'une sablerie et d'importants transferts de matériaux. Le moulage en

sable est utilisé pour tous les alliages, mais particulièrement pour la réalisation de pièces en fontes ou en acier.

b- Les moules permanents sont métalliques, réutilisables plusieurs milliers de fois, ce qui les rend bien adaptés aux fabrications de grande ou très grande série. Le moulage par centrifugation et en coquille gravité est utilisé pour certaines fabrications en alliages ferreux. Les alliages d'aluminium, de magnésium et de zinc sont dans leur très grande majorité coulés en moules métalliques par les procédés sous pression, coquille gravité, coquille basse pression **figure (3.5)**.

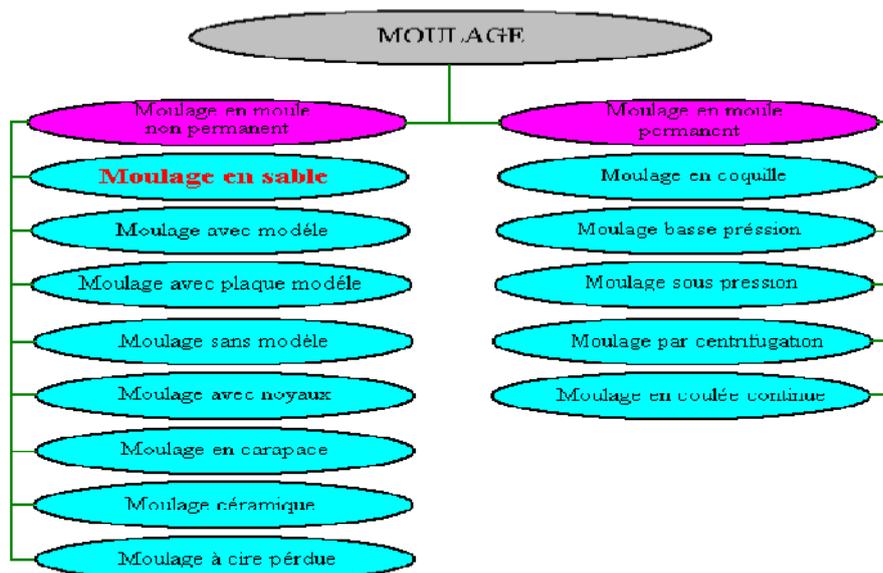


Fig.3. 5Types de moulage.

III. 3. 1 Moulage en moule non permanent

Moule non-permanent est un moule qui ne sert qu'une seule fois, pour réaliser une pièce. Pour chaque pièce brute de coulée produite, le moule est détruit. Un moule non permanent est une structure principalement réalisée en matériaux de moulage (généralement en sable), composée d'une ou de plusieurs parties et offrant après assemblage une empreinte finale. Celle-ci correspond à la pièce brute (en tenant compte du retrait) et aux systèmes de remplissage et d'alimentation. Après coulée de l'alliage, cette structure est désagrégée (décochage) pour extraire la pièce brute. Chaque partie du moule correspondant à une forme de la pièce constitue une empreinte partielle. Une empreinte donne, généralement, les

formes extérieures de la pièce. Un noyau donne, généralement, les formes intérieures de la pièce [12].

La technique de moulage la plus utilisée est le moulage en sable[13].

Le moulage en sable est un procédé de fonderie qui consiste à réaliser une empreinte de la pièce à réaliser dans le **sable** à l'aide d'un outillage appelé modèle, représentant la moitié de la pièce à réaliser. Le **sable** est ensuite solidifié par différents moyens (argile + eau ou réactions chimiques). Si la pièce à réaliser présente une contre dépouille, des noyaux en sable seront également réalisés. Les deux parties du **moule** sont ensuite assemblées, en y ajoutant éventuellement les noyaux nécessaires, puis le métal est coulé par des conduits prévus à cet effet. Le **sable** étant poreux, il est inutile d'ajouter des événements pour évacuer l'air initialement contenu dans le moule. Lorsque le **métal** est solidifié, le **moule** est détruit et la pièce est nettoyée pour éliminer les résidus de sable **figure (3.6)**.

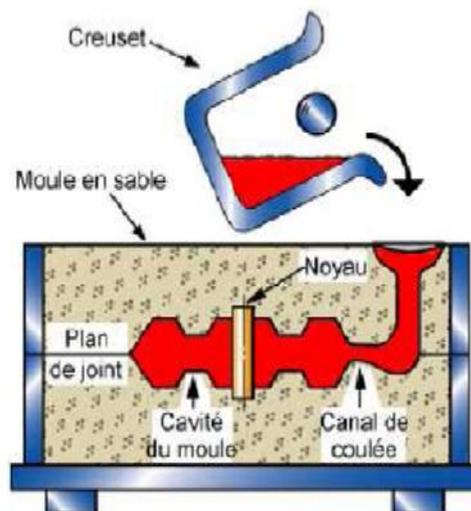


Fig.3. 6 Moulage en sable.

Un moule est confectionné à partir de deux châssis. Ces châssis sont faits de sable compacté. Le liquide en fusion coule à travers le trou de coulée et remplit ainsi l'empreinte laissée par le modèle dans le sable. Le trou d'évent sert à laisser sortir l'air une fois le moule fermé, au fur et à mesure de l'arrivée de l'alliage liquide dans l'empreinte. Le godet de coulée facilite le remplissage de l'empreinte. Le sable de fonderie est transformé en une pâte malléable constitué de grains très fins de silice humidifiés [14].

La réalisation d'une pièce de fonderie nécessite diverses opérations qui doivent se suivre :

- Le modelage : confection des modèles,
- Le moulage : confection des empreintes,
- La fusion : obtention du métal liquide à partir de minerais et de lingots dans des fours,
- La coulée : remplissage des moules à l'aide du métal liquide recueilli dans des poches de coulée,
- Le décochage : extraction de la pièce par destruction du moule par vibrations,
- Le dessablage : nettoyage des pièces par brosse métallique, par jets de sable ou de grenailles, etc...,
- L'ébarbage : enlèvement des parties supplémentaires de métal : bavures, jets de coulée, etc... à l'aide de burin manuel, pneumatique, de meule à découper, etc... [4].

III. 3. 2 Moulage en moule permanent

Les moules permanents (métalliques), permettent d'obtenir avec le même moule, une série de pièces aux formes et dimensions identiques. Le nombre de réutilisation possibles de ce même moule, donnant des pièces identiques dans un intervalle de tolérance imposé déterminera le seuil de rentabilité de cette technique. Le moulage en moule permanent est un procédé qui permet d'obtenir une pièce à partir d'un moule rigide (souvent métallique) en le remplissant avec un métal en fusion. Le remplissage est réalisé soit par la seule action du poids du métal soit par l'action composée de la pesanteur et d'une force de nature différente. Les procédés de moulage en moule permanent peuvent être classifiés en utilisant comme critère la nature des forces agissant sur l'alliage pendant le remplissage et la solidification. Sur la **figure (3. 5)**, on identifie cinq techniques différentes de fabrication des pièces en moule permanent :

- moulage en coquille.
- moulage sous pression.
- moulage sous basse pression.
- le moulage par centrifugation.
- le moulage en coulée continue.

Comme pour tous les procédés de fonderie, l'analyse du procédé de moulage en moule permanent doit viser deux phénomènes principaux :

a) **Le remplissage** du moule, fortement influencé par les caractéristiques des matériaux (l'échange thermique alliage – moule), par les paramètres de coulée (vitesse et température de coulée, température du moule...) et par le tracé de l'empreinte et du système de coulée.

b) **La solidification** de la pièce coulée, phénomène sensible, également, aux paramètres de coulée, aux caractéristiques de l'alliage coulé (type de solidification, intervalle de solidification etc.), à la vitesse d'évacuation de la chaleur du moule et à la géométrie de la pièce coulée.

Une des particularités évidentes des procédés de moulage en moule métallique est la vitesse de refroidissement qui devient plus grande que dans le cas des procédés de moulage en sable, grâce à un échange thermique rapide entre l'alliage coulé et le moule métallique. Ceci a une incidence importante sur le remplissage du moule ainsi que sur la solidification de la pièce moulée[14].

III. 3. 2. 1 Moulage en coquille

La coquille est un moule permanent généralement en métal qui permet de réaliser des opérations de moulage, remplissage, alimentation et éjection. Le procédé de moulage en coquille peut être utilisé avantageusement à partir d'une série de 2000 pièces.

Le but est d'introduire dans un creux, une quantité d'alliage métallique, liquide, qui donnera après solidification, une forme conjuguée de ce creux [15].

III. 3. 2. 2 Moulage sous pression

La différence fondamentale par rapport à la coulée par gravité réside dans le mode de remplissage de l'empreinte et d'alimentation de la pièce. La fonderie sous pression est destinée à réaliser des pièces en grandes séries. Cette technologie consiste à injecter à grande vitesse le métal liquide dans un moule métallique. On obtient ainsi un bon état de surface et on évite le maximum de reprise d'usinage. Il exige l'emploi de machines spéciales à couler, le métal est injecté dans la coquille sous l'action d'un piston[16].

III. 3. 2. 3 Moulage par centrifugation

Le moulage par centrifugation est une méthode adaptée pour couler des objets de forme circulaire, tels que des tuyaux métalliques. Pendant la coulée, on imprime une rotation

rapide au moule circulaire, il n'y a pas besoin de noyau car la rotation du moule plaque le métal par l'effet de la force centrifuge[16].

III.3.2. 4 Moulage en coulée continue

Cette technique, utilisée en sidérurgie pour obtenir de produits longs permet la réalisation de profilés de section pleines ou creuses, de forme très variée. L'alliage en fusion contenu dans un four est passé par un moule refroidi (filière). A la sortie du moule une couche d'alliage déjà solidifié assure la tenue mécanique de la pièce, jusqu'à sa solidification complète[14].

III. 3. 2. 5 Moulage sous basse pression

Ce procédé est le plus récent des procédés de moulage en moules permanents. Le moule est monté sur une machine spéciale qui permet la mise en mouvement des éléments mobiles. Un four étanche de maintien alimente le moule en alliage liquide[15].

III. 4. Conclusion

La métallurgie des poudres se place de plus en plus comme une alternative de qualité à d'autres procédés plus classiques tels que le moulage, le forgeage et l'usinage. La Métallurgie des Poudres permet de réaliser des économies substantielles. Outre un gain de productivité indéniable sur certaines gammes de pièces, ce procédé de fabrication permet également l'élaboration et la mise en œuvre de nouveaux matériaux avec des propriétés physico-chimiques améliorées grâce aux différents mélanges de poudres qu'il est possible de combiner. Une autre spécificité de la Métallurgie des Poudres est qu'elle couvre aussi le domaine de la mise en forme des matériaux céramiques dont les carbures. Ces matériaux possèdent à la fois une très grande dureté et de très hautes températures de fusion. Contrairement aux procédés classiques de fabrication de la métallurgie, qui font intervenir la solidification d'un métal fondu ou le retrait de copeaux.

Références

- [1] [www.cap-sciences.net/upload/la metallurgie.pdf](http://www.cap-sciences.net/upload/la%20metallurgie.pdf).
- [2] [musty-s-cafarnaeum.chez-alice.fr/info sciences/mdp/ifmdp7.htm](http://musty-s-cafarnaeum.chez-alice.fr/info_sciences/mdp/ifmdp7.htm).
- [3] pdf on line cours Tunis el Manar.
- [4] fonderiwww.umc.edu.dz/vf/images/cours/FabricationMecanique/chapitre.pdf
- [5] [www.techniques-ingenieur.fr traité Matériaux métalliques](http://www.techniques-ingenieur.fr/traité_Matériaux_métalliques).
- [6] Etude de la compaction isostatique à chaud de l'acier inox 316L : Modélisation numérique à l'échelle mésoscopique et caractérisation expérimentale. Ala Zouaghi le 28 Janvier 2013.
- [7] [www.techniques-ingenieur.fr traité métallurgique](http://www.techniques-ingenieur.fr/traité_métallurgique).
- [8] Luis Rafael Olmos Navarette, Etude du frittage de poudres par microtopographie in situ et modélisation discrète; 2009
- [9] technique de l'ingénieur Frittage : aspects physico-chimiques - Partie 1 : frittage en phase solide Référence AF6620 | Date de publication : 10 juil. 2005 | Didier bernache-assollant-, Jean-Pierre bonnet.
- [10] fr.wikipedia.org/wiki/.
- [11] pdf les alliages et le moulage Lycée Pierre lagourgue technique.
- [12] Connaître les différents procédés de moulage cour de moulage Ahmedpdf.
- [13] mecaindustrie.com/techniques/62-technique-fonderie.html.
- [14] Moulage en moule permanent pdf généralité.
- [15] Moulage en moule permanent pdf.
- [16] Chapitre V : Fonderie pdf.

CHAPITRE IV
INVESTIGATIONS
EXPERIMENTALES

IV. 1 Introduction

Ce chapitre n'aurait pas vu le jour sans la contribution de l'unité IRIS de Sérïana qui nous a permis de faire des essais et de finir par choisir la technique d'élaboration de notre alliage la plus adaptée. Cette technique sera détaillée par la suite mais au préalable, nous jugeons important de rappeler quelques propriétés des deux éléments principaux qui rentrent dans la composition de notre alliage.

IV. 2 Définition et propriétés des métaux utilisés

IV. 2. 1 Le cuivre

Le cuivre est le deuxième métal non ferreux employé industriellement après l'aluminium, de couleur rouge, de symbole Cu, de numéro atomique 29 et de structure cfc, possédant un point de fusion relativement élevé (1083C°) et une densité égale à 8,9. Le cuivre pur est très malléable et ductile, il a une bonne résistance à la corrosion. La moitié des applications du cuivre sont liées à son excellente conductibilité thermique et surtout électrique.

IV. 2. 2 Le fer

Le fer est un métal blanc, de symbole Fe et de numéro atomique 26, il a un point de fusion de l'ordre de 1593C°. L'une des caractéristiques essentielle du fer est de se présenter sous de formes allotropiques différentes suivant la température. Le réseau cristallin du fer change de nature au passage à certaines températures. Aux basses températures et jusqu'à 910C°, les atomes de fer sont disposés suivant une structure cubique centré (cc), il s'agit du fer α . Aux températures supérieures à 910C° et jusqu'à 1392 C°, la structure du fer est de type cubique à face centré (cfc), c'est le fer γ . Aux dessus de 1392C° et jusqu'au point de fusion, le fer retrouve la structure (cc) du fer α , on parle alors du fer δ [1].

IV. 2. 3 Le titane

Le titane est un élément chimique métallique de symbole Ti et de numéro atomique 22. C'est un métal léger, résistant, d'un aspect blanc métallique, qui résiste à la corrosion. Le titane est principalement utilisé dans les alliages légers et résistants. Le titane est considéré comme un métal ayant une résistance mécanique importante et une bonne ductilité dans les conditions normales de température [2].

IV. 3 Expérimentation

IV. 3. 1 Le frittage

Dans un premier temps, nous avons préparé la poudre (Fe – Cu – Ti) en des proportions choisies. L'étape suivante est le pressage de la poudre sous une pression de 7 à 8 MPa **figure (4. 1)**. La composition chimique des échantillons est donnée sur le **tableau (4. 1)**.

Echantillon	Teneur de fer(Fe)%	Teneur de cuivre(Cu)%	Teneur de titane (Ti)%
1	99.68	0.25	0.07
2	99.53	0.4	0.07
3	99.38	0.55	0.07
4	99.23	0.7	0.07
5	99.08	0.85	0.07
6	98.93	1	0.07

Tableau.4. 1 La composition chimique des échantillons.

Les échantillons ayant subi un pressage hydraulique à effet unidirectionnel à froid sont représentés sur la **figure (4. 1)**.

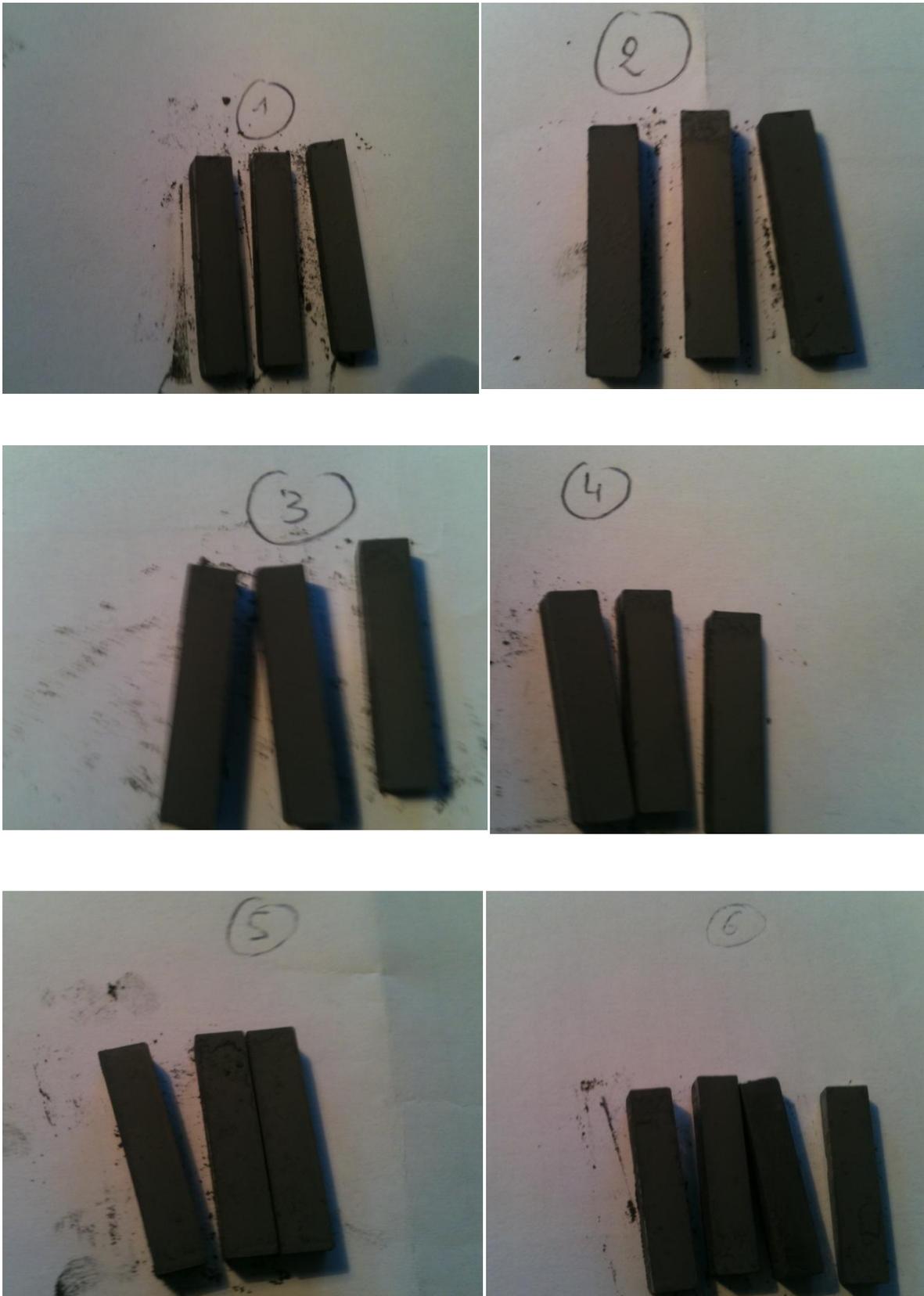


Fig.4. 1 Formes des pièces après pressage.

Avant de passer au frittage, nous avons relevé les caractéristiques de ces échantillons. Le **tableau(4. 2)**regroupe les dimensions, la densité D et le poids P de chaque échantillon

Echantillons	Dimensions(mm)	D vert	P(gr)
Echantillon 1			
1	29.6×6.3×5.6	3.69	3.1
2	29.6×6.3×5.7	3.52	2.9
3	29.6×6.3×5.8	3.70	3
Echantillon 2			
1	29.5×6.5×5.3	3.15	2.7
2	29.5×6.2×5.5	3.47	3
3	29.6×5.5×6.1	3.40	3
Echantillon 3			
1	29.6×6.3×5.5	3.39	2.9
2	29.5×6.2×5.3	3.01	2.7
3	29.6×6.2×5.6	3.75	3.2
Echantillon 4			
1	29.5×6.2×5.1	2.79	2.6
2	29.5×6.2×5	2.73	2.6
3	29.5×6.3×5.2	3.00	2.7
Echantillon 5			
1	29.5×6.2×5.7	3.95	3.3
2	29.6×6.2×5.7	3.70	3.1
3	29.5×6.2×5.7	3.95	3.3
Echantillon 6			
1	29.5×6.1×5.6	3.71	3.2
2	29.5×6.1×5.7	3.89	3.3
3	29.6×6.1×5.9	4.26	3.5
4	29.6×6.1×5.3	3.17	2.9

Tableau. 4.2 Les dimensions des échantillons avant frittage.

Leséchantillons sont, par la suite, frités à une température de 1281°C **figure (4.2).**



Fig.4.2Le frittage.

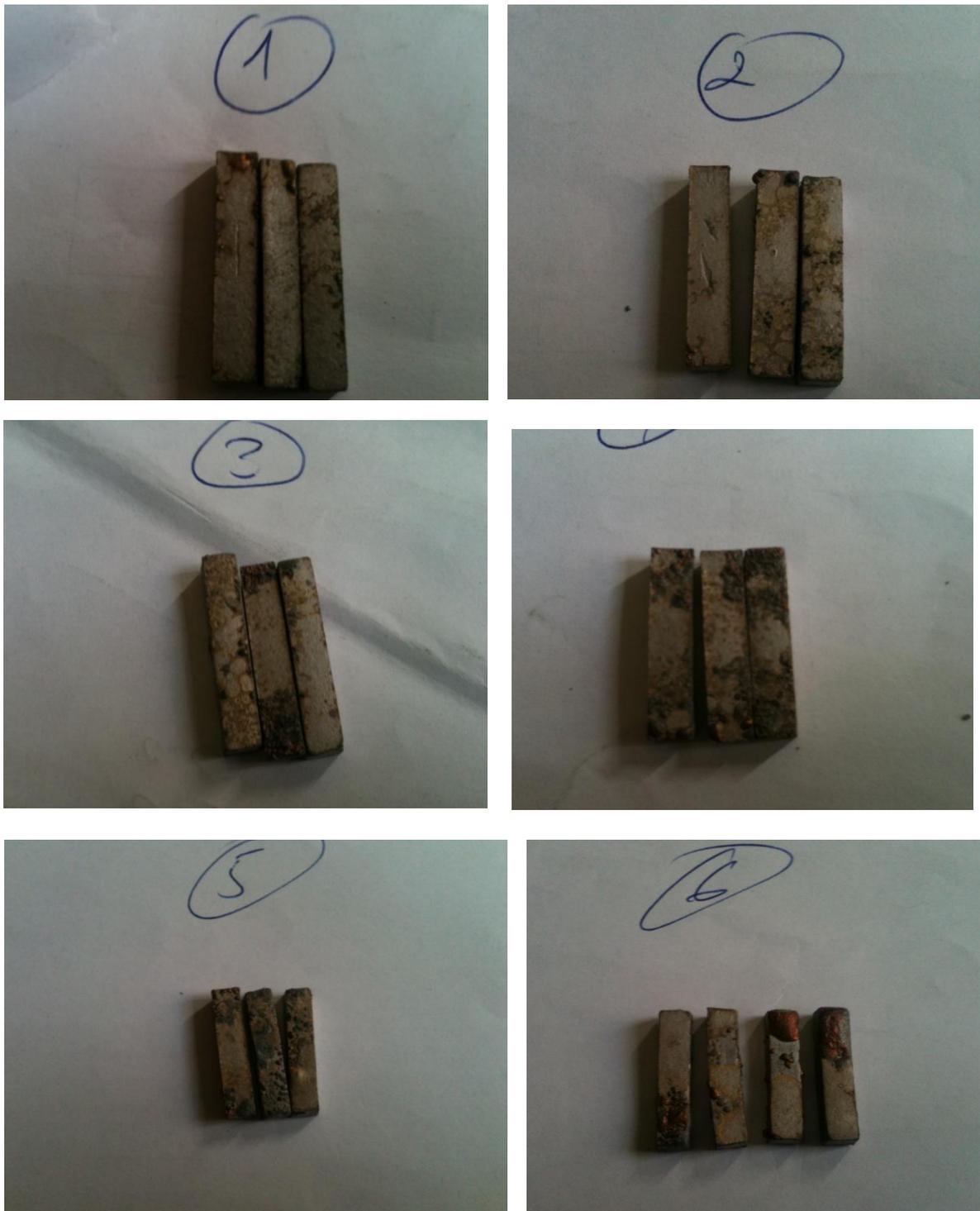


Fig. 4. 3 La forme des échantillons après frittage.

Les dimensions des échantillons après frittage sont les suivantes :

<i>Echantillons</i>	<i>dimensions (mm)</i>	<i>P(gr)</i>
Echantillon 1		
1	22.5×4.2×4.6	2.61
2	22.6×4.2×4.6	2.5
3	22.5×4.2×4.6	2.56
Echantillon 2		
1	22.5××4.6×4	2.32
2	22.2×4.5×4	2.57
3	22.5×4.6×4.3	2.53
Echantillon 3		
1	22.5×4.3×4.6	2.45
2	22.3×4.1×4.6	2.41
3	22.2×4.6×3.9	2.66
Echantillon 4		
1	22.2×3.84×.5	2.27
2	22.2×3.7×4.5	2.21
3	22.2×3.8×4.5	2.29
Echantillon 5		
1	22.3×4.2×4.6	2.7
2	22.1×4.2×4.6	2.55
3	22.3×4.4×4.6	2.72
Echantillon 6		
1	22×4.4×4.6	2.68
2	22.6×4.4×4.6	2.77
3	22.3×4.3×4.6	2.82
4	21.5×3.7×4.5	2.38

Tableau. 4. 3 Les dimensions des échantillons après frittage.

IV. 3. 2 Préparation des échantillons pour analyse métallographique

Ce travail est effectué en utilisant l'équipement disponible au niveau du laboratoire de corrosion de l'université de Batna. Cet équipement regroupe :

1. Polisseuse, papier abrasive (180, 600, 1200, 4000).
2. Réactif d'attaque chimique (le nital).
3. Microscope optique (NIKON EpipHoT).

IV.3. 2. 1 Polissage des échantillons

Le polissage des éprouvettes est nécessaire pour corriger les défauts de planéité.

La première étape du polissage consiste à dégrossir l'éprouvette, pour cela on utilise du papier verre avec une granulométrie de 180. Il faut savoir que plus le chiffre est petit, plus le grain est gros. Pour le polissage, on utilise une machine équipée de disques rotatifs et d'un système de refroidissement. Sur les disques, nous avons placé notre papier verre **figure (4.4)**.



Fig. 4. 4 Machine de polissage.

La première granulométrie utilisée est de l'ordre de $180\mu\text{m}$, puis successivement de $600\mu\text{m}$ de $1000\mu\text{m}$ et de $1200\mu\text{m}$ enfin de $4000\mu\text{m}$. Après ces étapes, nous avons obtenu l'aspect miroir désiré des surfaces de nos échantillons.

IV. 3. 2. 2 Attaque chimique

Une fois, le polissage mécanique terminé, nous avons procédé à une attaque chimique afin de pouvoir observer la morphologie de la surface des échantillons. La solution utilisée est constituée d'éthanol de composition chimique variant de 2 à 5 ml d'acide nitrique (60 à 70%) et de 100 ml d'éthanol pur, utilisée comme agent d'attaque dans la métallographie du fer. Cette solution est connue sous le nom de Nital. La durée de l'attaque chimique varie entre 5 secondes et 1 minute selon la précision d'attaque recherchée et la concentration du réactif. Les règles d'hygiène et de sécurité doivent être impérativement respectées lors de l'utilisation de ce type de réactif chimique.

IV. 3. 2. 3 Observation au microscope optique

La microscopie est un ensemble de techniques permettant d'obtenir une image des structures à l'échelle microscopique. Le principe est dans tous les cas le même. Le microscope optique est un instrument d'optique muni d'un objectif et d'un oculaire qui permet de grossir l'image d'un objet de petites dimensions ; ce qui caractérise son grossissement et de séparer les détails de cette image, afin qu'il soit observable par l'œil humain. Le premier groupe de lentilles, dirigé vers l'objet à examiner, constitue l'objectif. Il donne une image réelle, inversée et agrandie de l'objet. Cette image n'est pas formée sur un verre dépoli, mais se trouve quelque part dans le tube optique, c'est l'image intermédiaire. Le deuxième groupe de lentilles, dirigé vers l'œil de l'observateur, est appelé l'oculaire ; il fonctionne comme une simple loupe et grossit l'image précédente. On obtient alors l'image définitive virtuelle, plus ou moins fortement grossie et renversée de l'objet initial. Le grossissement total du microscope est égal au produit du grandissement de l'objectif (un rapport de longueurs) par le grossissement de l'oculaire (un rapport angulaire) **figure (4. 5)**[3].

La métallographie optique permet d'obtenir des informations sur les éléments constitutifs des microstructures, telles que les fissures, la texture, la dimension des grains et les différentes phases présentes.

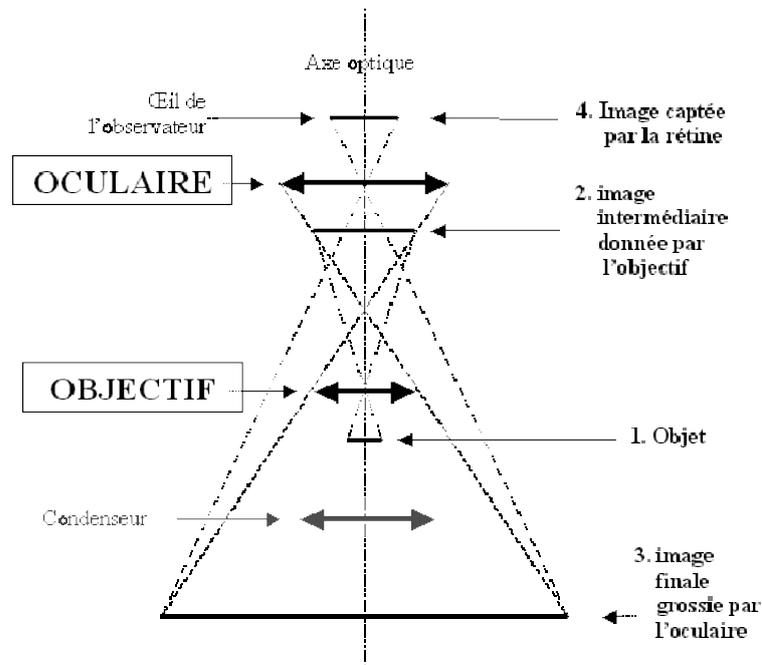


Fig. 4. 5. Principe d'un microscope optique.

En ce qui concerne nos observations, les structures ont été visualisées avec un grossissement allant de X20 à X40 **figure (4. 6)**.



Fig.4. 6 Microscope optique (Nikon EpipHOT).

IV. 3. 2. 4 Microscope électronique à balayage MEB

Au cours de ces dernières années, et grâce aux progrès réalisés dans les domaines de l'électronique, de l'imagerie, de l'acquisition et des traitements des données, les techniques de microscopie électronique se sont considérablement développées et perfectionnées. Parmi toutes les techniques de microscopie, la microscopie électronique à balayage (MEB) est une des méthodes d'observation et d'analyse la plus usitée en science des matériaux **figure (4. 7)**. Cette nouvelle technologie a permis, du fait de sa profondeur de champ, l'observation du relief d'échantillons massifs. La surface observée est balayée par un faisceau d'électrons. Certains électrons incidents sont réfléchis (électrons rétrodiffusés), d'autres pénètrent plus profondément dans la matière. Des électrons secondaires sont aussi émis sous l'effet de l'interaction entre le faisceau incident et la zone observée. Des détecteurs recueillent ces électrons pour former les images. La résolution du MEB est de 3 nm (0.003 μm), en pratique des images à des grossissements allant de X 10000 à X 30000 sont réalisables sur les échantillons industriels courants[4].

Les interactions entre le faisceau incident et la matière génèrent également des rayons X que l'on utilise pour analyser la composition élémentaire des échantillons [5].

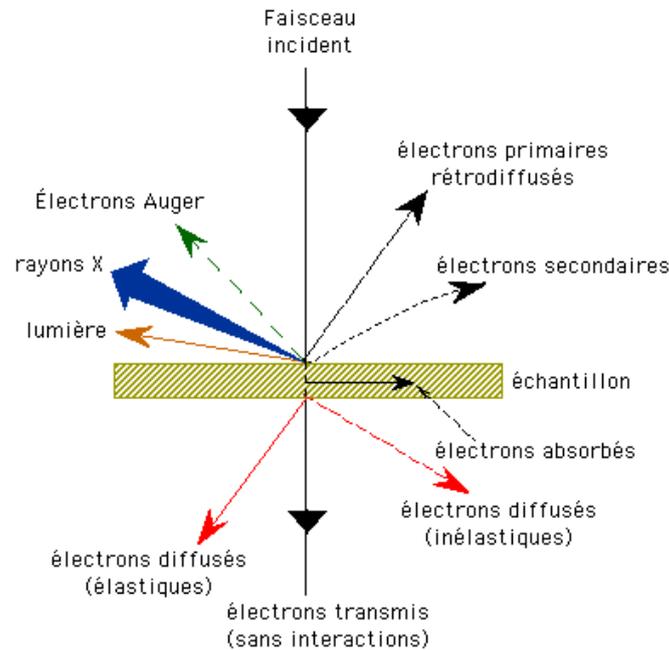


Fig. 4. 7Principe du MEB.

Les micrographies que nous avons obtenu ont été réalisées à l'aide du MEB **figure (4. 8)** au niveau du laboratoire de chimie appliquée de l'université de Biskra sont présentées au chapitre 5.



Fig.4.8MEB type JEOL (JSM-6390LV).

IV. 3. 2. 5 Mesure de la microdureté

La microdureté a été mesurée à l'aide d'un microduromètre (wolpert wilson instruments Micro Vickers hardness tester digital auto turret model 402 MVD) au niveau du laboratoire de physique des matériaux (université de Biskra). Pour chaque échantillon, la mesure est faite au niveau des bords et du milieu, soit trois mesures par échantillon, ce qui reste insuffisant pour pouvoir identifier les phases en présence par rapport aux micrographies obtenues. En effet, l'essai de microdureté est généralement utilisé pour évaluer des phases spécifiques, régions où le gradient est suffisamment faible pour l'essai de dureté apparent. **figure (4. 9).**



Fig. 4. 9 Microduromètre (wolpert Wilson model 402 MVD)

IV. 4 Conclusion

Nos échantillons ont été préparés en utilisant deux méthodes ; la coulée et le frittage. La composition de l'alliage a été variée en jouant sur la teneur du cuivre (de 0,25 à 1%) dans le fer. Le titane est l'élément d'addition rajouté au mélange avec une proportion constante ($Ti=0.07\%$) pour tous les échantillons. Le fer utilisé a une pureté égale à 98.5% alors que la pureté du cuivre est de 99%. Nous tenons à signaler que les seuls échantillons étudiés sont ceux élaborés par frittage. Les échantillons produits par coulée ont été préparés pour

une éventuelle observation au MEB mais l'accès au MEB n'est malheureusement plus possible.

References

- [1] Amieur Leïla. Etude des transformations ordre-désordre dans les alliages à base de cuivre et de fer. 2005.
- [2] Zalouk Djedjiga .Elaboration et caractérisation électronique et électrochimique des oxydes formés thermiquement sur quelques matériaux .2010.
- [3] Le microscope optique à fond clair www2.ac-lille.fr.
- [4] [ppmdc.erasme.org/IMG/PDF/principe du meb.pdf](http://ppmdc.erasme.org/IMG/PDF/principe_du_meb.pdf). MEB.
- [5] Archive mssmat ecp .fr. Le microscope Le microscope électronique à balayage.

CHAPITRE V
RESULTATS ET
INTERPRETATIONS

V. 1 Introduction

Ce chapitre regroupe les principaux résultats obtenus au cours de nos investigations expérimentales sur un alliage binaire Fe-Cu classé dans la catégorie des alliages métastables. A travers ce travail, nous recherchions à établir une corrélation entre les propriétés de l'alliage et la proportion de cuivre utilisée. Dans ce contexte, nous avons commencé par observer l'état général des surfaces des échantillons, juste après leur élaboration, en les caractérisant au microscope optique. Par la suite, une attaque chimique a été réalisée pour révéler les grains et leurs orientations. Dans le souci de trouver une dépendance éventuelle, morphologique ou dimensionnelle des grains liés à la température de frittage et d'évaluer qualitativement la présence de la porosité, les échantillons ont été observés au MEB. Cependant, nous signalons que les conditions difficiles dans lesquelles ont été caractérisés ces échantillons ne nous ont pas permis, malheureusement, de suivre une séquence logique. Par exemple, les échantillons observés au MEB n'ont pas été attaqués chimiquement. Enfin, un essai de microdureté est effectué et les résultats sont présentés dans ce chapitre.

V. 2 Interprétation des résultats

V. 2. 1 Microscopie optique

Les échantillons élaborés ont été observés au microscope optique avec un grossissement de 320. Les images montrent des zones claires et des zones sombres. Celles-ci sont entourées d'une couleur bronze qui permet de conclure que le cuivre est localisé au niveau de ces zones **figure (5. 1 a et c)**. Afin de pouvoir confirmer cette constatation et établir une image significative de la microstructure, en visualisant l'organisation des différents grains, les échantillons ont été attaqués au Nital avec une composition pré choisie. L'image de la **figure (5.1 b et d)** montre une structure polyphasée avec des nuances de gris et une taille des grains relativement petite et de structure irrégulière. Ces grains sont produits, probablement, avant l'infiltration du cuivre dans les joints de grains ou le long de plusieurs grains de fer en contact. Comme la teneur en cuivre est faible (0,25% à 1%), celui-ci occupe les positions interstitielles pendant la fusion. Nous avons noté, à ce stade, que le cuivre se précipite dans les pores existant, au préalable, dans les échantillons frittés. Cependant, cette porosité diminue quand le pourcentage de cuivre augmente.

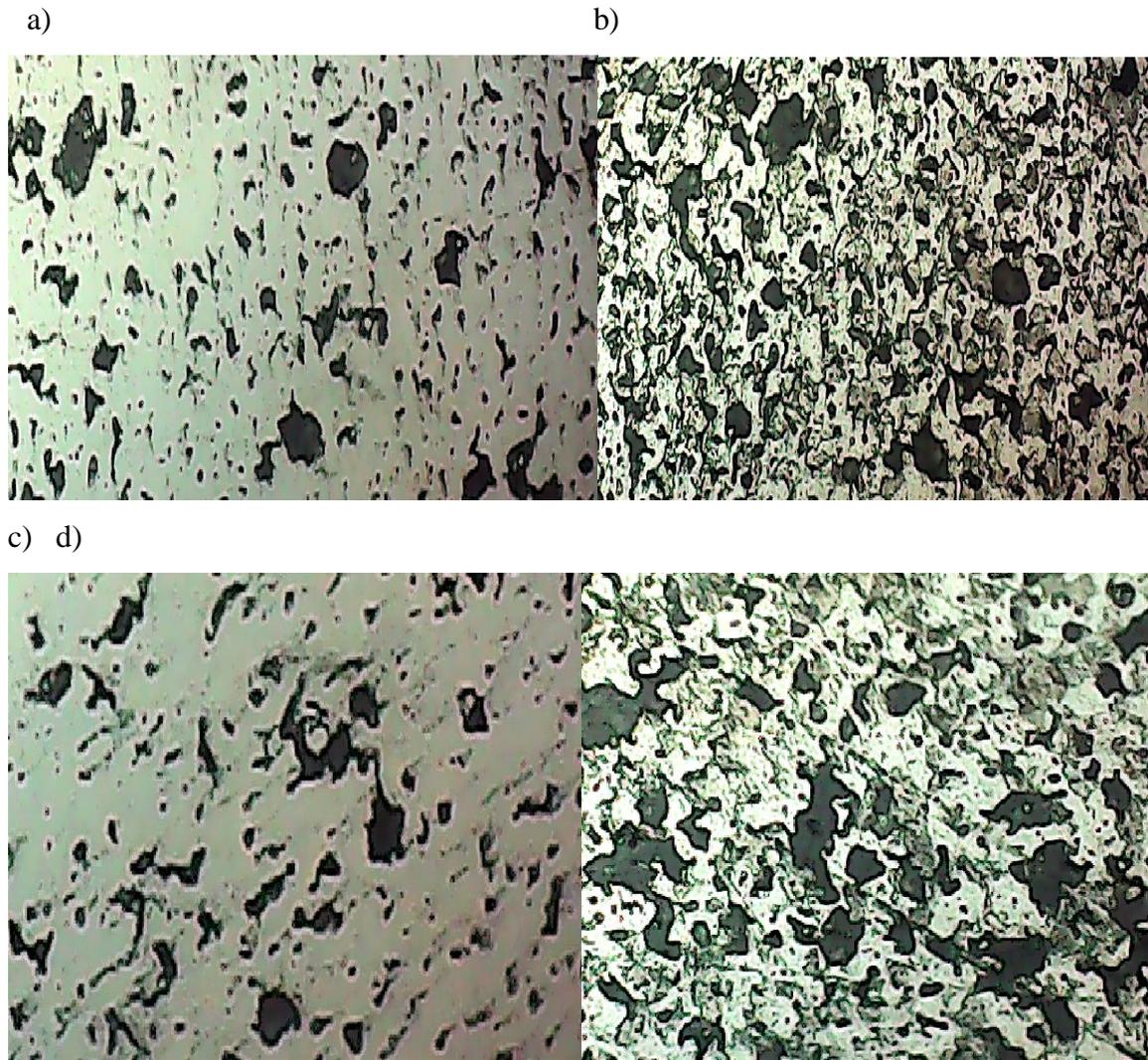
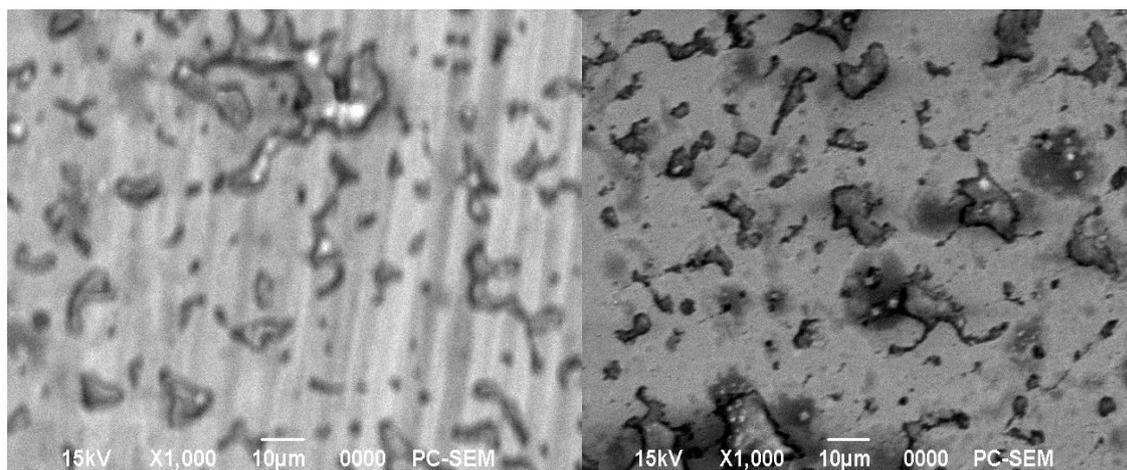


Fig. 5. 1 Les micrographies optiques des échantillons ($\text{Cu} = 0.7\text{ à }1\%$) avant et après attaque.

V. 2. 2 Microscopie électronique à balayage (MEB)

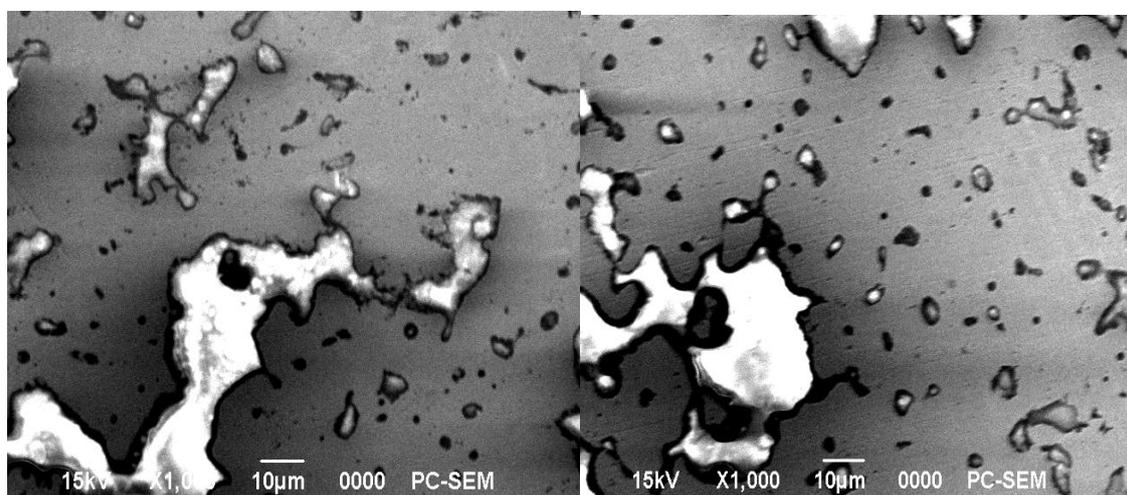
Les échantillons ont été observés avec deux grossissements différents X1000 et X2000. Les micrographies montrent que la miscibilité du cuivre dans le fer est faible. Il apparaît sur les images de la **figure(5.2)** des phases d'un aspect vitreux qui résultent, probablement, d'un refroidissement brutal. Ces phases semblent bien mises en évidence pour des teneurs en cuivre égales à 0.55% et à 0.7%. Elles ne peuvent correspondre qu'à une précipitation du cuivre. Les micrographies de la **figure (5. 3)** montre également ce phénomène de précipitation.

Echantillon 1 Echantillon 2



Echantillon 3

Echantillon 4



Echantillon 5

Echantillon 6

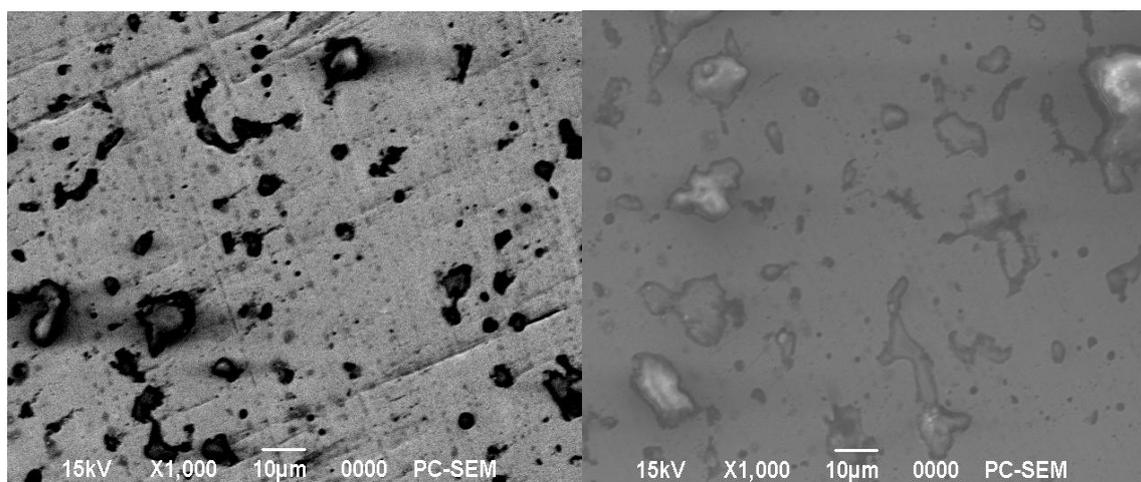
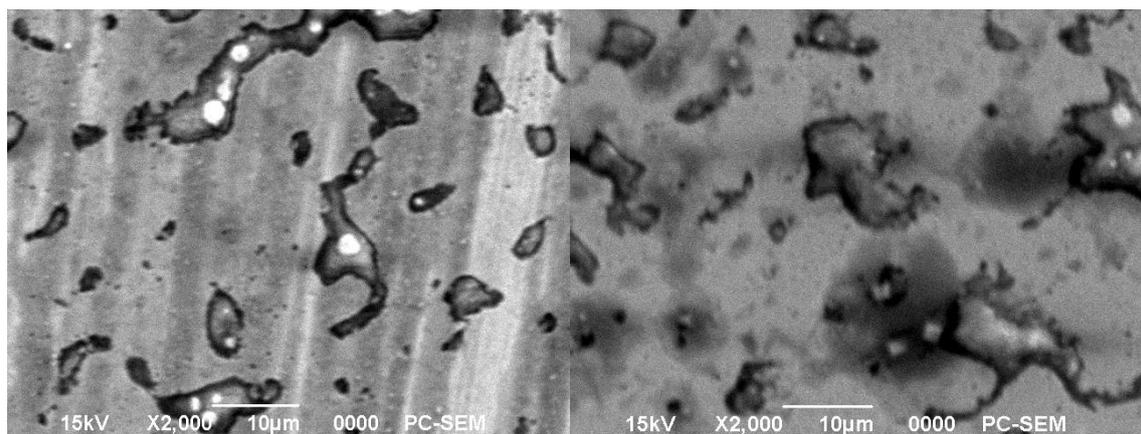


Fig. 5. 2 Les micrographies MEB des échantillons. Grossissement X1000.

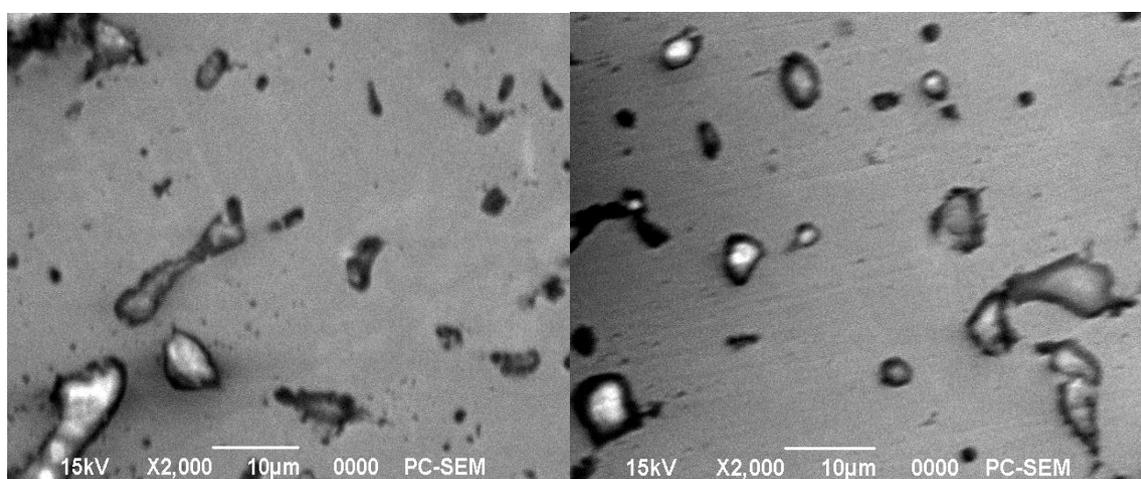
Echantillon 1

Echantillon 2



Echantillon 3

Echantillon 4



Echantillon 5

Echantillon 6

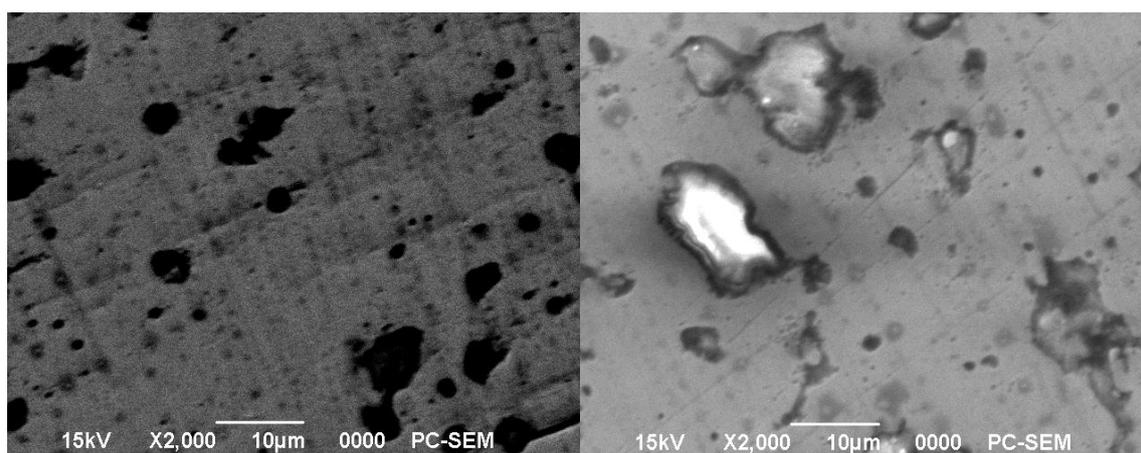


Fig. 5. 3 Les micrographies MEB des échantillons. Grossissement X2000.

V. 2. 3 La microdureté

Afin d'identifier les phases microstructurales engendrées, des essais de microdureté ont été réalisés. Les résultats sont portés sur le **tableau (5. 1)**.

Echantillons	Centre	Bord	Bord
Echantillon 1	197.2	311.3	203.1
Echantillon 2	210.9	203.0	221.8
Echantillon 3	222.7	240.5	242.3
Echantillon 4	234.3	294.3	211.3
Echantillon 5	240.6	237.2	227.1
Echantillon 6	234.7	290.9	255.0

Tableau. 5. 1 Résultats de la microdureté.

Nous allons emprunter à la théorie son explication qui dit que l'augmentation de la microdureté est due à la diminution de la taille des grains. En observant les résultats donnés par la mesure prise au niveau du centre de chaque échantillon et les micrographies optiques, nous pouvons dire que ceci est valable pour tous les échantillons, à l'exception de l'échantillon 6 où la teneur en cuivre est de 1%. Notons que pour ce dernier, la microdureté a baissé. En conséquence, la microdureté est proportionnelle à la teneur en cuivre et inversement proportionnelle à la taille des grains **figure (5. 4)**. Par ailleurs, et dans un travail portant sur l'étude de la solubilité du cuivre dans la ferrite [53] pour des alliages binaires hors équilibre, il a été relevé qu'une microdureté qui est comprise entre 180 et 350 MHv ne peut correspondre qu'à une phase perlitique. Dans notre cas le seul élément d'addition étant le titane avec de la poudre de fer dont le degré de pureté est en moyenne de 99%, nous nous interrogeons sur la nature des phases observées. Une hypothèse peut être avancée, en supposant que la structure de la phase obtenue est proche de celle de perlite. Soit c'est une phase α qui est une solution solide riche en cuivre ou bien le fer a atteint la phase austénitique et il s'est transformé ensuite en perlite. Rappelons qu'un alliage binaire ne fond pas à température constante. Il existe un intervalle de fusion avec une température de début de fusion et une température de fin de fusion et le même phénomène est observé pour la solidification.

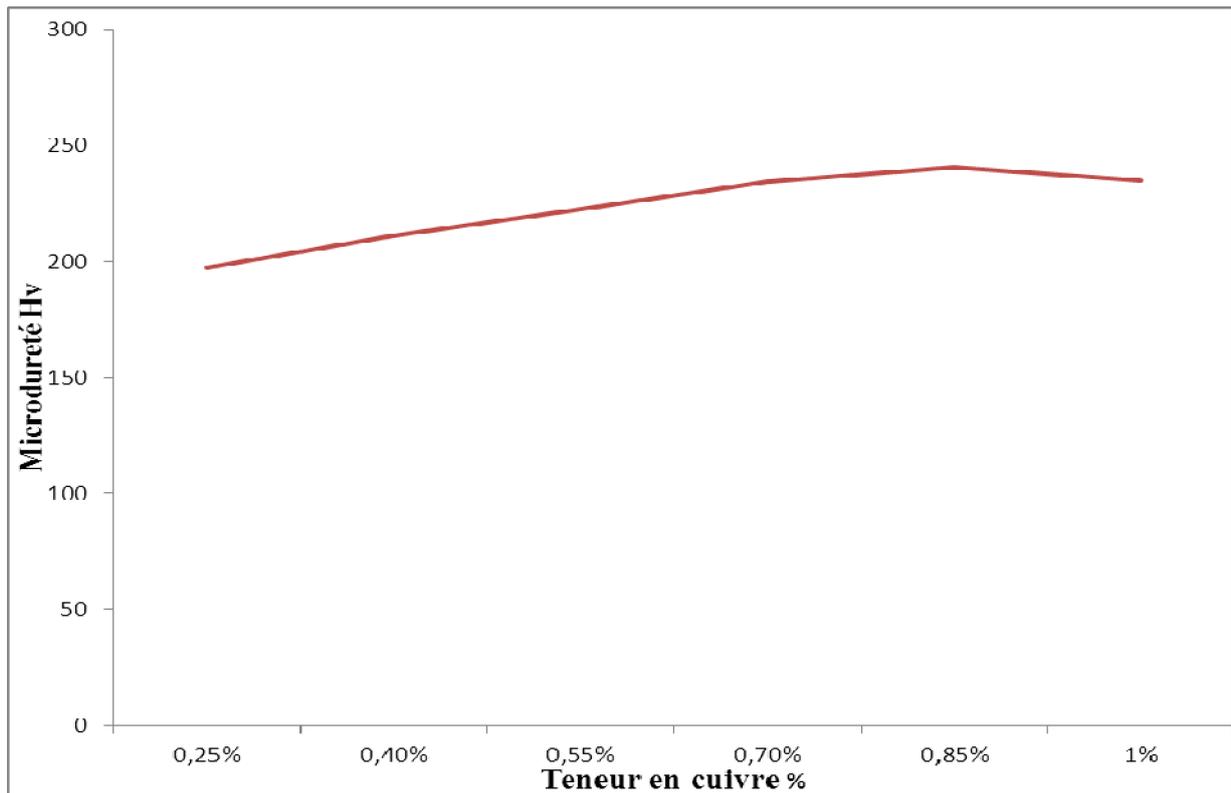


Fig. 5. 4 La microdureté en fonction de la teneur en cuivre.

V. 3 Conclusion

Ce chapitre regroupant des résultats comparés à ceux de la littérature nous a permis de nous questionner sur certains aspects relatifs à l'évolution de la microstructure en fonction de la teneur en cuivre, aussi faible soit-elle, dans la composition de l'alliage fer-cuivre. La discussion de ce chapitre aurait été plus réaliste si toutes manipulations envisagées étaient possibles. Néanmoins, ce travail constitue une étape fondamentale pour s'initier à la recherche dans le domaine des alliages. Il a éveillé en nous une curiosité qui peut être satisfaite dans le futur.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

Les alliages Fe-Cu sont, de par leurs propriétés mécaniques, déjà confirmées dans le domaine stable du diagramme d'équilibre sont sujets à de nombreuses recherches dans l'objectif d'élargir leur investigation au domaine hors équilibre. Dans cet axe s'inscrit le présent travail dont la démarche est rédigée dans cinq chapitres. Le premier chapitre est destiné à relever les principales analyses scientifiques à travers une recherche bibliographique des travaux abordés pour cet alliage binaire. Notamment ceux qui regroupent l'influence de certains paramètres tels que la technique d'élaboration, la composition chimique ou encore les traitements thermiques sur les modifications microstructurales et en conséquence, sur les propriétés mécaniques. Il est relevé que peu de travaux sont disponibles concernant l'alliage Fe-Cu avec de faibles proportions de cuivre. Le second chapitre rappelle quelques propriétés des diagrammes binaires et le troisième chapitre aborde les techniques d'élaboration des alliages binaires. Le quatrième et le cinquième chapitre représentent la contribution effective de ce présent travail ; l'un explique le protocole expérimental et l'autre expose les résultats obtenus en tentant de les discuter afin d'identifier les phases en présence et les caractéristiques mécaniques relatives. La teneur en cuivre a été fixée et variée de 0,25 % à 1% avec un pas de 0,15. Afin d'être objectifs, il est nécessaire de noter que beaucoup de difficultés dans la réalisation et la caractérisation des échantillons ont entravé le bon déroulement des investigations expérimentales. Les résultats obtenus montrent que le cuivre se précipite dans les pores existants, au préalable, dans les échantillons frittés. Cependant, cette porosité diminue quand le pourcentage de cuivre augmente. Il apparaît, également, sur les micrographies MEB, une phase d'un aspect vitreux qui s'est formée probablement lors du refroidissement rapide de ces échantillons. Il s'agit d'une phase riche en cuivre qui était liquide à une température de 1281°C et qui s'est solidifié durant le refroidissement. Les essais de microdureté Vickers montrent que les valeurs varient dans un intervalle compris entre 197 et 235 MHv ce qui correspond d'après la littérature à une phase perlitique. Nous pouvons, alors, avancer que la phase γ s'est transformée en phase α durant un refroidissement rapide. A l'issue de ce travail, nous exprimons notre souhait que pour traiter des sujets relatifs à un travail expérimental, il est nécessaire de disposer de moyens expérimentaux afin que l'étudiant puisse le faire dans une séquence logique. Plusieurs essais, tels que les essais mécaniques auraient, sans doute, apporté plus à ce travail.

BIBLIOGRAPHIE

Bibliographie

- [1] Brochures alliages frittés du fer avec divers éléments de la classification périodique.
- [2] J.Z. Jiang a, C. Gente b, R. Bormann mechanical alloying in the Fe–Cu system 2006.
- [3] L.J. Swartzendruber Binary alloy phase diagrams.
- [4] B. Borrelly et al. Etude par microscopie électronique de la cinétique de la précipitation dans un alliage de cuivre à 2,1% de fer, 1975.
- [5] Ludovic LAÉ, Étude de la précipitation en dynamique d'amas dans les alliages d'aluminium et dans les aciers, 2004.
- [6] Xavier Quelennec, Xavier Sauvage, Florian Wetscher et Alain Menand, Caractérisation et propriétés mécaniques d'un alliage Cu-Fe élaboré par déformation plastique intense, 2006.
- [7] Oliver Rott, Modélisations des propriétés thermodynamiques et cinétiques des alliages fer-cuivre, 2004.
- [8] Edwige Vincent, Simulations numériques à l'échelle atomique de l'évolution microstructurale sous irradiation d'alliages ferritiques, 2006.
- [9] Z.M. Rdzawski, J. Stobrawa, W. Głuchowski, Structure and properties of CuFe₂ alloy, 2009.
- [10] REN Hui-Ping, Wang Hai-Yan, Liu Zong-Chang, Nanometer stripe microstructure of supersaturated Solid Solution in Fe-Cu Alloy.
- [11] Fabien Perrard. Caractérisation et modélisation de la précipitation du carbure de niobium et du cuivre dans les aciers bas carbone, 2004.
- [12] Madeleine Durand-Charre. La microstructure des aciers et des fontes : genèse et interprétation.
- [13] [c.divoux.free.fr/phyapp/chimie/Cours alliages binaires.pdf](http://c.divoux.free.fr/phyapp/chimie/Cours%20alliages%20binaires.pdf).
- [14] cours du module 403 chapitres v. Diagramme d'équilibre des phases.
- [15] umvf.univ-nantes.fr.
- [16] dut-gmp.e-monsite.com/chap-1-diagrammes-d-equilibres-binaire.docx
- [17] http://heberge.univ-tlemcen.dz/b_belhachemi/diagrammes.html.
- [18] <http://www.techno-science.net>.
- [19] [nte.enstimac.fr/Sci Mat/co/SM4 2.html](http://nte.enstimac.fr/Sci%20Mat/co/SM4%202.html).
-

- [20] Sophie Galdeno, Influence des conditions de broyage sur la distribution de nanoparticules magnétiques (Fe, Co) dans une matrice de cuivre.2001
- [21] **Binary** alloy phase diagrams Cu-Fe (copper –iron) LJ Swartzendruber.
- [22] www.emse.fr/~fortunier/cours/Constitutive_Equations/poly.pdf.Comportement Mécanique des matériaux Roland Fortunier.
- [23] www.struers.com/resources/elements/12/1463/36art6_fr.pdf.
- [24] aide-mémoire, sciences des matériaux Michel dupeux, dunod.
- [25] foad.univ-ubs.fr/file.PHP/977/TP/TP_winch/5_essai_vickers.pdf.
- [26] Jr. Callister .Science et génie des matériaux édition modulo.
- [27] Technique de l'ingénieur.
- [28] [www.civil.usherbrooke.ca/cours/gci116/.../4.2.1%20Bonification.matériaux de l'ingenieur.ppt](http://www.civil.usherbrooke.ca/cours/gci116/.../4.2.1%20Bonification.matériaux_de_l'ingenieur.ppt).
- [29] [fr.wikipedia.org/wiki/Joint de grain](http://fr.wikipedia.org/wiki/Joint_de_grain).
- [30] [nte.enstimac.fr/SCI Mat/Co/SM3uc3-1.htm](http://nte.enstimac.fr/SCI_Mat/Co/SM3uc3-1.htm) science des matériaux.
- [31] mms2.ensmp.fr/mms_paris/experimental/polycop/caracterisation.pdf.
- [32] [www.cap-sciences.net/upload/la metallurgie.pdf](http://www.cap-sciences.net/upload/la_metalurgie.pdf).
- [33] [musty-s-cafarnaeum.chez-alice.fr/info sciences/mdp/ifmdp7.htm](http://musty-s-cafarnaeum.chez-alice.fr/info_sciences/mdp/ifmdp7.htm).
- [34] PDF on line cours Tunis el Manar.
- [35] fonderiwww.umc.edu.dz/vf/images/cours/FabricationMecanique/chapitre.v.pdf
- [36] www.techniques-ingenieur.fr traité Matériaux métalliques.
- [37] Etude de la compaction isostatique à chaud de l'acier inox 316L : Modélisation numérique à l'échelle mésoscopique et caractérisation expérimentale. Ala Zouaghi le 28 Janvier 2013.
- [38] www.techniques-ingenieur.fr traité métallurgique.
- [39] Luis Rafael OlmosNavarette, Etude du frittage de poudres par microtopographie in situ et modélisation discrète; 2009
- [40] technique de l'ingénieur Frittage : aspects physico-chimiques - Partie 1 : frittage en phase solide Référence AF6620 | Date de publication : 10 juil. 2005 | Didier bernache-assollant-, Jean-Pierre bonnet.
- [41] fr.wikipedia.org/wiki/.
- [42] PDF les alliages et le moulage Lycée Pierre lagourgue technique.
- [43] Connaître les différents procédés de moulage cour de moulage Ahmed PDF.
-

- [44] mecaindustrie.com/techniques/62-technique-fonderie.html.
 - [45] Moulage en moule permanent PDF généralité.
 - [46] Moulage en moule permanent PDF.
 - [47] Chapitre V : Fonderie PDF.
 - [48] Amiour Leïla. .Etude des transformations ordre-désordre dans les alliages à base de cuivre et de fer.2005.
 - [49]Zalouk djedjiga .Elaboration et caractérisation électronique et électrochimique des oxydes formes thermiquement sur quelques matériaux .2010.
 - [50]Le microscope optique à fond clair www2.ac-lille.fr.
 - [51] [ppmdc.erasme.org/IMG/PDF/principe du meb.pdf](http://ppmdc.erasme.org/IMG/PDF/principe_du_meb.pdf). MEB.
 - [52]Archive mssmat.ecp.fr.Le microscope Le microscope électronique à balayage.
 - [53]Nong-Moon Hwang., Suk-Joong L. Kang, and Duk N. YoonFormation of Cu Pockets in Fe Grainsduring the Sintering of Fe-Cu Alloys.August 1986.
-