

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

UNIVERSITÉ CHADLI BENDJEDID - EL TARF



جامعة الشاذلي بن جديد - الطارف

FACULTÉ DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE  
DÉPARTEMENT DE PHYSIQUE

# MÉMOIRE DE MASTER

DOMAINE : SCIENCE DE LA MATIÈRE

FILIÈRE : Physique

OPTION : Physique des Matériaux

## Thème

### Étude des propriétés physiques du Laiton pré-allié consolidé par frittage

Présenté par :  
M<sup>elle</sup> GHERSI Sylia

Dirigé par :  
Dr. BENAÏSSA Sihem

#### Jury de soutenance :

|                                |               |        |                      |
|--------------------------------|---------------|--------|----------------------|
| Dr. LAMROUS Douniazed          | Présidente    | M.C.B. | Université - El Tarf |
| Dr. BENAÏSSA Sihem             | Rapporteur    | M.C.B. | Université -El Tarf  |
| M <sup>elle</sup> SMILI Soumia | Co-Rapporteur | Doct.  | Université -El Tarf  |
| Dr. BRAHIMI Afef               | Examinatrice  | M.C.B. | Université -El Tarf  |

Année Universitaire : 2024/2025

# بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

## Remerciement

*Je rends grâce en premier lieu à ALLAH, le Tout-Puissant, Créateur des cieux et de la terre, qui m'a comblée de Ses innombrables bienfaits, c'est par sa miséricorde que j'ai pu avancer, par sa sagesse que j'ai persévéré, et par sa lumière que j'ai surmonté les moments de doute et de difficulté. Il m'a accordé la santé, la patience, la volonté, et surtout la passion du savoir, sans lesquelles ce travail n'aurait jamais pu voir le jour puisse-t-Il accepter humblement cet effort comme une modeste offrande sur le chemin de la science et de la vérité.*

*Ce travail a été réalisé au Laboratoire de Physicochimie des Matériaux (LPCM), relevant de la Faculté des Sciences et de la Technologie de l'Université Chadli Bendjedid d'El Tarf et plus précisément au sein de l'équipe 2 de recherche structure et magnétisme des poudres. J'ai aussi réalisé un stage externe au niveau du complexe d'ElHadjar au laboratoire central qualité sider El Hadjar.*

*Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à Madame **BENAISSA Sihem**, Docteur à l'Université Chadli Bendjedid d'El Tarf, pour m'avoir accueillie au sein de son équipe de recherche, m'avoir confié ce sujet passionnant, et surtout pour son encadrement attentif, la qualité de ses conseils, ainsi que son engagement constant dans la réussite de ce travail.*

*J'adresse également mes sincères remerciements à Mademoiselle **SMILI Soumia**, doctorante au sein de l'équipe 2 du LPCM et co-encadrante de ce travail, pour sa disponibilité constante, sa patience précieuse, ainsi que pour le soutien technique et pédagogique qu'elle m'a apporté, notamment à travers les formations pratiques et le suivi attentif sur l'utilisation des différents logiciels nécessaires à la réalisation de ce mémoire.*

*Je remercie, Madame **LAMROUS Douniazad** Docteur de l'Université Chadli Bendjedid El Tarf, de m'avoir fait l'honneur de présider le jury de ce travail.*

*Je remercie également Madame **BRAHIMI Afef** Docteur de l'Université Chadli Bendjedid El tarf, d'avoir accepté d'examiner ce modeste travail.*

*Je remercie vivement Monsieur **REDOUANI Locif**, Docteur de l'Université Chadli Bendjedid El tarf, pour son accompagnement lors de l'élaboration par frittage, ainsi que pour les mesures des analyses par rayons X, sans oublier Mademoiselle **BERREBIB Samira**, doctorante au sein de l'équipe 2 du LPCM pour son aide dans l'élaboration et pour tous ses conseils.*

*Je tiens à remercier l'équipes du complexe d'El Hadjar pour leurs disponibilités, spécialement à Monsieur **KABOUCHE Abdelkader**, Monsieur **BAHLOULI Fares** et Madame **BENDJEMAA Asma** ingénieurs au laboratoire centrale qualité sider El Hadjar, à qui j'exprime toute ma reconnaissance pour les conseils et encouragement qu'ils mes accordés durant mon stage pratique.*

*Je souhaite également exprimer ma profonde gratitude à ma famille, et en particulier à mes Chers parents, que Dieu les protège, pour leur soutien indéfectible et leurs encouragements constants.*

*Merci enfin à toutes les personnes qui m'ont soutenue, de près ou de loin, dans la réalisation de ce travail.*

M<sup>elle</sup> *Sylia Ghersi*

## *Dédicace*



*À celle qui a planté dans mon cœur les graines de l'espoir  
et les a arrosées de sa tendresse jusqu'à ce qu'elles fleurissent...*

*À **ma mère**, source d'un amour inépuisable,  
mon âme jumelle qui m'accompagne dans chacune de mes prières.*

*À **mon père**, mon soutien et ma force,  
celui qui m'a appris que la patience est le chemin vers la réussite,  
et que le don ne peut être récompensé que par la fidélité.*

*À **mes chers frères**, compagnons de route et source de ma fierté,  
qui ont toujours été là, soutien discret mais inébranlable.*

*Et à mon unique amie **Amina**,  
fleur éclosée dans le désert de la solitude,  
qui m'a accompagnée par son silence, sa présence, sa patience et sa lumière.*

***Je vous offre à tous une tulipe.**  
**Une fleur qui ne se fane pas, tout comme la gratitude que je porte dans mon**  
**cœur pour vous.***



M<sup>elle</sup> *Sylia* **CHERSI**

# SOMMAIRE

|                                                    |           |
|----------------------------------------------------|-----------|
| Liste des figures.....                             | 1         |
| Liste des tableaux.....                            | 5         |
| Liste des symboles .....                           | 6         |
| INTRODUCTION GENERALE.....                         | 8         |
| <i>CHAPITRE 1 : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE</i> ..... | 9         |
| <b>1. LES NANOMATERIAUX.....</b>                   | <b>10</b> |
| 1.1. Définition.....                               | 11        |
| 1.1.1. Les nano-objets.....                        | 11        |
| 1.1.2. Les matériaux nanostructurés.....           | 11        |
| 1.2. Classification des nanomatériaux.....         | 12        |
| 1.3. Fabrication des nanomatériaux .....           | 14        |
| 1.4. Propriétés des nanomatériaux.....             | 15        |
| 1.4.1. Propriétés optiques .....                   | 15        |
| 1.4.2. Propriétés mécaniques .....                 | 15        |
| 1.4.3. Propriétés thermiques.....                  | 16        |
| 1.4.4. Propriétés chimiques.....                   | 16        |
| 1.5. Domaines d'application .....                  | 17        |
| <b>2. LE BROYAGE MECANIQUE HAUTE ENRGIE .....</b>  | <b>18</b> |
| 2.1. Définition .....                              | 18        |
| 2.2. Principe de fonctionnement .....              | 18        |
| 2.3. Mécanismes de formation .....                 | 19        |
| 2.3.1. Paramètres liés aux types de poudre .....   | 20        |
| 2.3.2. Paramètres liés au système broyeur .....    | 20        |
| <b>3. LE FRITTAGE.....</b>                         | <b>21</b> |
| 3.1. Définition.....                               | 21        |
| 3.2. Mécanismes du frittage.....                   | 22        |
| 3.3. Frittage en phase liquide.....                | 22        |
| <b>4. LES LAITON (CUIVRE-ZINC) .....</b>           | <b>24</b> |
| 4.1. Généralités.....                              | 24        |
| 4.2. Les type des laitons.....                     | 24        |
| 4.3. Diagramme des phases CuZn.....                | 27        |

|                                                                                                      |           |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| 4.4. Diagramme d'enthalpie du système Cu Zn.....                                                     | 28        |
| 4.5. Propriétés de laiton.....                                                                       | 29        |
| <b>5. TRAVAUX ANTERIEURS.....</b>                                                                    | <b>20</b> |
| <b>6. CONCLUSION.....</b>                                                                            | <b>30</b> |
| <b>CHAPITRE 2 :</b>                                                                                  | <b>31</b> |
| <b>TECHNIQUES EXPERIMENTALES ET METHODES DE CALCULS</b>                                              |           |
| <b>1. ÉLABORATION DES POUDRES DE LAITON .....</b>                                                    | <b>32</b> |
| 1.1. Conditions d'élaboration .....                                                                  | 32        |
| 1.2. Principe de fonctionnement du broyeur Retsch PM400.....                                         | 33        |
| 1.3. Le compactage .....                                                                             | 33        |
| 1.3.1. Matériel utilisé .....                                                                        | 33        |
| 1.4. Frittage.....                                                                                   | 34        |
| 1.4.1. Matériels et méthodes .....                                                                   | 34        |
| 1.5. Enrobage et Polissage .....                                                                     | 36        |
| <b>2. TECHNIQUES DE CARACTERISATION .....</b>                                                        | <b>36</b> |
| 2.1. Analyse par diffraction de rayon X .....                                                        | 36        |
| 2.1.1. Conditions de mesure.....                                                                     | 37        |
| 2.1.2. Le principe de diffraction des rayons X .....                                                 | 37        |
| 2.2. Affinement des diffractogrammes de rayons X .....                                               | 39        |
| 2.2.1. Méthode de Rietveld.....                                                                      | 39        |
| 2.2.1.1. Modèle d'affinement utilisé.....                                                            | 40        |
| 2.2.1.2. Paramètres affinés .....                                                                    | 40        |
| <b>3. ESSAI DE MICRO DURETE .....</b>                                                                | <b>42</b> |
| 3.1. Principe de dureté Vickers .....                                                                | 42        |
| 3.2. Mode opératoire.....                                                                            | 43        |
| <b>4. OBSERVATION PAR MICROSCOPE OPTIQUE.....</b>                                                    | <b>44</b> |
| <b>5. CONCLUSION.....</b>                                                                            | <b>44</b> |
| <b>CHAPITRE 3 : RESULTATS ET DISCUSSIONS</b>                                                         | <b>45</b> |
| <b>1.ÉTUDE DES PROPRIÉTÉS STRUCTURALES .....</b>                                                     | <b>46</b> |
| 1.1. Etude des diffractogrammes de rayons x .....                                                    | 46        |
| 1.2. Diffractogramme de rayons X du $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$ (mass. %) broyé pendant 1 h ..... | 47        |
| 1.3. Diffractogramme de rayons X du $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$ (mass. %) broyé pendant 3 h ..... | 48        |
| 1.4. Diffractogramme de rayons X du $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$ (mass. %) broyé pendant 12 h...   | 50        |

|                                                                                                           |           |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| 1.5. Effet du temps de broyage sur les paramètres cristallins.....                                        | 51        |
| <b>2. ETUDE DES PROPRIETES MICROSTRUCTURALES.....</b>                                                     | <b>51</b> |
| 2.1. Effet du broyage sur le paramètre de maille .....                                                    | 51        |
| 2.2. Effet du broyage sur la taille des grains.....                                                       | 53        |
| 2.3. Taux de microcontraintes .....                                                                       | 54        |
| 2.4. Proportions de phases .....                                                                          | 55        |
| 2.5. Probabilité de présence d'antiphases .....                                                           | 56        |
| 2.6. Densité de dislocations .....                                                                        | 58        |
| 2.7. Défauts d'empilement .....                                                                           | 59        |
| <b>3.ÉTUDE DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES .....</b>                                                            | <b>61</b> |
| 3.1. Coefficient de Poisson et module de Young .....                                                      | 61        |
| 3.2. Énergie stockés .....                                                                                | 62        |
| <b>4. L'OBSERVATION PAR LE MICROSCOPE OPTIQUE A DIFFERENTES<br/>HEURES DE BROYAGE (1h ,3h et 12).....</b> | <b>64</b> |
| <b>5. RESULTATS DE L'ESSAI DE MICRODURETE VICKERS .....</b>                                               | <b>66</b> |
| <b>6. CONCLUSION.....</b>                                                                                 | <b>68</b> |
| <b>CONCLUSION GENERALE .....</b>                                                                          | <b>69</b> |
| <b>BIBLIOGRAPHIE.....</b>                                                                                 | <b>70</b> |
| <b>WEBOGRAPHIE.....</b>                                                                                   | <b>78</b> |
| <b>STAGE .....</b>                                                                                        | <b>80</b> |
| <b>PRODUCTION SCIENTIFIQUE .....</b>                                                                      | <b>81</b> |

| Figure               | Titre                                                                                                                                                                                                                     | Page      |
|----------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>Figure (1.1)</b>  | <i>La classification des nanomatériaux selon la norme ISO TS 80004-1</i>                                                                                                                                                  | <b>10</b> |
| <b>Figure (1.2)</b>  | <i>Types de nanomatériaux répertoriés en fonction de la dimension de la phase ou des phases nanométriques</i>                                                                                                             | <b>12</b> |
| <b>Figure (1.3)</b>  | <i>Classification des nanomatériaux selon leur localisation au sein du composant / objet / produit considéré</i>                                                                                                          | <b>13</b> |
| <b>Figure (1.4)</b>  | <i>Les deux approches d'élaboration des nanomatériaux manufacturés</i>                                                                                                                                                    | <b>14</b> |
| <b>Figure (1.5)</b>  | <i>Principe du broyage mécanique, formation d'agrégats par chocs mécaniques</i>                                                                                                                                           | <b>18</b> |
| <b>Figure (1.6)</b>  | <i>Différentes étapes dans l'évolution des poudres élémentaires pendant le broyage</i>                                                                                                                                    | <b>20</b> |
| <b>Figure (1.7)</b>  | <i>Différents types de frittage</i>                                                                                                                                                                                       | <b>21</b> |
| <b>Figure (1.8)</b>  | <i>Différents étapes du frittage en phase liquide.</i>                                                                                                                                                                    | <b>22</b> |
| <b>Figure (1.9)</b>  | <i>Mécanisme de dissolution – précipitation.</i>                                                                                                                                                                          | <b>23</b> |
| <b>Figure (1.10)</b> | <i>Coalescence des grains</i>                                                                                                                                                                                             | <b>23</b> |
| <b>Figure (1.11)</b> | <i>Observations au microscope électronique à balayage des laitons : (a) de premier titre (jusqu'au 35% de zinc), (b) de deuxième titre (entre 35 % et 45 % de zinc), (c) de troisième titre (au-delà de 45 % de zinc)</i> | <b>24</b> |
| <b>Figure (1.12)</b> | <i>Système cubique à faces centrées de la phase <math>\alpha</math> du laiton</i>                                                                                                                                         | <b>25</b> |
| <b>Figure (1.13)</b> | <i>Structure cubique centrée de la phase <math>\beta'</math> du laiton.</i>                                                                                                                                               | <b>26</b> |
| <b>Figure (1.14)</b> | <i>Diagramme de phase du cuivre-zinc (Température en fonction de la composition)</i>                                                                                                                                      | <b>27</b> |
| <b>Figure (1.15)</b> | <i>Variation de l'enthalpie de formation dans le système Cu-Zn</i>                                                                                                                                                        | <b>28</b> |
| <b>Figure (2.1)</b>  | <i>(a) Photographie du broyeur utilisé de type Retsch PM 400. (b) Schéma de Principe de fonctionnement.</i>                                                                                                               | <b>32</b> |
| <b>Figure (2.2)</b>  | <i>Boite à gant type Plas-LabsInc, sous atmosphère d'argon.</i>                                                                                                                                                           | <b>33</b> |
| <b>Figure (2.3)</b>  | <i>Représentation schématique du mouvement du plateau et des jarres</i>                                                                                                                                                   | <b>33</b> |
| <b>Figure (2.4)</b>  | <i>L'ensemble de la matrice du compactage.</i>                                                                                                                                                                            | <b>34</b> |
| <b>Figure (2.5)</b>  | <i>Presse hydraulique uniaxiale de type SPECAC.</i>                                                                                                                                                                       | <b>34</b> |
| <b>Figure (2.6)</b>  | <i>Le four utilisé dans l'opération de frittage de la marque NABERTHERM</i>                                                                                                                                               | <b>35</b> |

|                      |                                                                                                        |           |
|----------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>Figure (2.7)</b>  | Mise en place de l'échantillon dans l'enceinte du four.                                                | <b>35</b> |
| <b>Figure (2.8)</b>  | L'échantillon enrobé à chaud par l'enrobeuse STRUERS                                                   | <b>36</b> |
| <b>Figure (2.9)</b>  | Polissage de l'échantillon : 1-Prépolissage sur les papiers abrasifs 2-Finition sur une pate diamantée | <b>36</b> |
| <b>Figure (2.10)</b> | (a) Photographies du diffractomètre Bruker-D8-Advance et (b) l'agrandissement de son goniomètre.       | <b>37</b> |
| <b>Figure (2.11)</b> | Principe de la diffraction de rayons X                                                                 | <b>38</b> |
| <b>Figure (2.12)</b> | Schéma illustre le principe de la diffraction des rayons X                                             | <b>38</b> |

|                      |                                                                                                                                                                                                                                                      |           |
|----------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>Figure (2.13)</b> | Principe de l'indentation Vickers                                                                                                                                                                                                                    | <b>42</b> |
| <b>Figure (2.14)</b> | Pénétrateur de l'essai Vickers                                                                                                                                                                                                                       | <b>43</b> |
| <b>Figure (2.15)</b> | Microduromètre de marque WOLPERT.                                                                                                                                                                                                                    | <b>43</b> |
| <b>Figure (2.16)</b> | Microscope optique de laboratoire central qualité Sider el Hadjar de marque AmScope.                                                                                                                                                                 | <b>44</b> |
| <b>Figure (3.1)</b>  | Évolution des diffractogrammes de rayons X du mélange $Cu_{70}Zn_{30}$ (mass. %) en fonction du temps de broyage.                                                                                                                                    | <b>46</b> |
| <b>Figure (3.2)</b>  | Affinement Rietveld du diffractogramme de rayons X du mélange de poudres $Cu_{70}Zn_{30}$ (mass. %) broyé pendant 1 h. (sig= 1.0469146, $R_w$ (%) = 4.4861903, $R_{wnb}$ (% , no bkg) = 3.0829601, $R_b$ (%) = 3.5130162, $R_{exp}$ (%) = 4.2851543) | <b>47</b> |
| <b>Figure (3.3)</b>  | Représentation des sous spectres des phases, présentes dans le mélange de poudres $Cu_{70}Zn_{30}$ (mass. %) broyées pendant 1 h, et leurs formes de grains.                                                                                         | <b>48</b> |
| <b>Figure (3.4)</b>  | Affinement Rietveld du diffractogramme de rayons X du mélange de poudres $Cu_{70}Zn_{30}$ (mass. %) broyé pendant 3 h (sig= 1.116372, $R_w$ (%) = 3.798379, $R_{wnb}$ (% , no bkg) = 2.6384878, $R_b$ (%) = 2.9753351, $R_{exp}$ (%) = 3.4024312)    | <b>49</b> |
| <b>Figure (3.5)</b>  | Représentation des sous spectres des phases, présentes dans le mélange de poudres $Cu_{70}Zn_{30}$ (mass. %) broyées pendant 3 h, et leurs formes de grains.                                                                                         | <b>50</b> |
| <b>Figure (3.6)</b>  | Affinement Rietveld du diffractogramme de rayons X du mélange de poudres $Cu_{70}Zn_{30}$ (mass. %) broyé pendant 12 h ( sig= 1.1427821, $R_w$ (%) = 4.309488, $R_{wnb}$ (% , no bkg) = 2.874884, $R_b$ (%) = 3.3296278, $R_{exp}$ (%) = 3.7710493). | <b>50</b> |

|                      |                                                                                                                                                                                                                                                                                 |           |
|----------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>Figure (3.7)</b>  | Représentation des sous spectres des phases, présentes dans le mélange de poudres $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$ (mass. %) broyées pendant 12 h, et leurs formes de grains.                                                                                                     | <b>51</b> |
| <b>Figure (3.8)</b>  | Évolution du paramètre de maille «a» de la structure du $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$ et $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$ en fonction du temps de                                                                                                                        | <b>52</b> |
| <b>Figure (3.9)</b>  | Évolution du paramètre de maille «a» et «c» de la structure du $\text{Cu}_3\text{Zn}$ et «a» pour la structure $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$ en fonction du temps de broyage (h).                                                                                                    | <b>52</b> |
| <b>Figure (3.10)</b> | Évolution du paramètre de maille «a» de la structure du $\text{CuZn}$ en fonction du temps de broyage(h).                                                                                                                                                                       | <b>52</b> |
| <b>Figure (3.11)</b> | Évolution du paramètre de maille a et c de la structure du $\text{CuZn}_3$ en fonction du temps de broyage(h).                                                                                                                                                                  | <b>52</b> |
| <b>Figure (3.12)</b> | Évolution de la taille moyenne des grains, des structures $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$ et $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$ en fonction du temps de broyage (h).                                                                                                         | <b>53</b> |
| <b>Figure (3.13)</b> | Évolution du taux de microcontraintes, des structures $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$ et $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$ en fonction du temps de broyage (h).                                                                                                             | <b>54</b> |
| <b>Figure (3.14)</b> | Évolution des proportions de phases des phases $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$ et $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$ et $\text{CuZn}_3$ , $\text{CuZn}$ en fonction du temps de broyage (h).                                                                                 | <b>56</b> |
| <b>Figure (3.15)</b> | Variation des probabilités de présence d'antiphases $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$ et $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$ en fonction du temps de broyage(h).                                                                                                                | <b>57</b> |
| <b>Figure (3.16)</b> | Variation de la densité de dislocation des phases $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$ , $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$ en fonction du temps de broyage(h).                                                                                                                   | <b>58</b> |
| <b>Figure (3.17)</b> | Variation de la probabilité de présence de défauts d'empilement, SFP, dans les phases $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$ et $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$ en fonction du temps de broyage(h).                                                                              | <b>60</b> |
| <b>Figure (3.18)</b> | Évolution du coefficient de Poisson des phases $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$ et $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$ fonction du temps de broyage (h).                                                                                                                       | <b>61</b> |
| <b>Figure (3.19)</b> | Évolution de l'énergie stockée $E_s$ dans les phases $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$ et $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$ en fonction du temps de broyage (h).                                                                                                              | <b>62</b> |
| <b>Figure (3.20)</b> | (a) La microstructure observé par le microscope optique de l'alliage $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$ fritté et refroidit à l'air avec un grossissement $\times 300$ broyé bendant 1h. (b) distribution de nombre des grains en fonction de la taille des grains à 1h de broyage. | <b>64</b> |
| <b>Figure (3.21)</b> | (a) La microstructure observé par le microscope optique de l'alliage $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$ fritté et refroidit à l'air avec un grossissement $\times 300$ broyé bendant 3h. (b) distribution de nombre des grains en fonction de la                                    | <b>65</b> |

|                      |                                                                                                                                                                                                                                                                                                 |           |
|----------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
|                      | taille des grains à 3h de broyage                                                                                                                                                                                                                                                               |           |
| <b>Figure (3.22)</b> | <b>(a)</b> La microstructure observé par le microscope optique de l'alliage $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$ fritté et refroidit à l'air avec un grossissement $\times 300$ broyé bendant 12h. <b>(b)</b> distribution de nombre des grains en fonction de la taille des grains à 12h de broyage. | <b>66</b> |
| <b>Figure (3.23)</b> | Evolution de la microdureté Vickers en fonction du temps de broyage                                                                                                                                                                                                                             | <b>67</b> |
| <b>Figure (3.24)</b> | Évolution de la taille moyenne des grains et la Micro Dureté Vickers en fonction du temps de broyage.                                                                                                                                                                                           | <b>67</b> |

| Tableau              | Titre                                                                                                                                                                                    | Page      |
|----------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>Tableau (1.1)</b> | <i>Evolution du pourcentage d'atomes situés en surface en fonction du nombre d'atomes constituant la nanoparticule</i>                                                                   | <b>16</b> |
| <b>Tableau (1.2)</b> | <i>Domaine d'application des nanomatériaux</i>                                                                                                                                           | <b>17</b> |
| <b>Tableau (3.1)</b> | <i>Évolution de la taille moyenne des grains, des structures CuZn , CuZn<sub>3</sub>, Cu<sub>3</sub>Zn et Cu<sub>5</sub>Zn<sub>8</sub> en fonction du temps de broyage (h).</i>          | <b>54</b> |
| <b>Tableau (3.2)</b> | <i>Évolution du taux de microcontraintes, des structures CuZn<sub>3</sub>, CuZn , Cu<sub>3</sub>Zn et Cu<sub>5</sub>Zn<sub>8</sub> en fonction du temps de broyage (h).</i>              | <b>55</b> |
| <b>Tableau (3.3)</b> | <i>Variation des probabilités de présence d'antiphases pour les phases CuZn<sub>3</sub>, CuZn, Cu<sub>3</sub>Zn et Cu<sub>5</sub>Zn<sub>8</sub> en fonction du temps de broyage (h).</i> | <b>57</b> |
| <b>Tableau (3.4)</b> | <i>Variation de la densité de dislocation des phases CuZn<sub>3</sub>, CuZn, Cu<sub>3</sub>Zn et Cu<sub>5</sub>Zn<sub>8</sub> en fonction du temps de broyage(h).</i>                    | <b>59</b> |
| <b>Tableau (3.5)</b> | <i>Variation de la probabilité de présence de défauts d'empilement, SFP, dans les phases CuZn<sub>3</sub>, CuZn et Cu<sub>5</sub>Zn<sub>8</sub> en fonction du temps de broyage(h).</i>  | <b>60</b> |
| <b>Tableau (3.6)</b> | <i>Évolution du coefficient de Poisson des phases CuZn<sub>3</sub>, CuZn, Cu<sub>3</sub>Zn et Cu<sub>5</sub>Zn<sub>8</sub> en fonction du temps de broyage (h).</i>                      | <b>61</b> |
| <b>Tableau (3.7)</b> | <i>Évolution de l'énergie stockée Es dans les phases CuZn, CuZn<sub>3</sub>, Cu<sub>3</sub>Zn et Cu<sub>5</sub>Zn<sub>8</sub> en fonction du temps de broyage(h).</i>                    | <b>63</b> |

|                      |                                                                         |
|----------------------|-------------------------------------------------------------------------|
| $\sigma$ :           | Contrainte minimale nécessaire pour déformer plastiquement un matériau. |
| $\sigma_0$ :         | Contrainte initiale.                                                    |
| $K$ :                | Constante dépendante du matériau.                                       |
| $d$ :                | Taille moyenne des grains.                                              |
| $\omega$ :           | vitesse de rotation.                                                    |
| $\theta$ :           | Angle de Bragg                                                          |
| $n$ :                | Ordre de diffraction                                                    |
| $\lambda$ :          | Longueur d'onde des rayons                                              |
| $d_{hkl}$ :          | Distance interréticulaire                                               |
| $h, k, l$ :          | Les indices de Miller                                                   |
| $y_i$ :              | Intensité observée                                                      |
| $y_{ci}$ :           | Intensité calculée                                                      |
| $K$ :                | Indice de Miller pour une réflexion $h, k, l$                           |
| $y_{bi}$ :           | Intensité du fond continu                                               |
| $S_\Phi$ :           | Facteur d'échelle                                                       |
| $J_{\Phi k}$ :       | Facteur de multiplicité de la $k$ ème réflexion                         |
| $L_{p\Phi k}$ :      | Facteur de Lorentz                                                      |
| $O_{\Phi k}$ :       | Facteur de correction décrivant l'orientation préférentielle.           |
| $A$ :                | Facteur d'absorption.                                                   |
| $ F_{\Phi k} $ :     | Facteur de structure.                                                   |
| $\Omega_{i\Phi k}$ : | Fonction de profil des pics.                                            |
| $R_{wp}$ :           | Facteur de profil pondéré.                                              |
| $R_p$ :              | Facteur de profil non pondéré                                           |
| $R_{exp}$ :          | Facteur de profil attendu                                               |
| $G_{OF}$ :           | Goodness of Fit                                                         |
| $N$ :                | Nombre de points de la partie du diagramme affinée                      |
| $P$ :                | Nombre de paramètres ajustés                                            |
| $C$ :                | Nombre des contraintes appliquées.                                      |
| $a$ :                | Arrête ou paramètre de maille.                                          |

|                                         |                                                                             |
|-----------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------|
| <b>K :</b>                              | Constant ( $K = 0.9$ )                                                      |
| <b>D :</b>                              | Diamètre d'une cristallite.                                                 |
| <b><math>\theta</math>:</b>             | Position angulaire du pic de diffraction                                    |
| <b><math>\beta_f</math> :</b>           | Contribution de la Gaussienne                                               |
| <b><math>\sigma</math> :</b>            | Déformation relative                                                        |
| <b><math>\rho</math>:</b>               | Densité de dislocations.                                                    |
| <b>b :</b>                              | Vecteur de Burgers.                                                         |
| <b><math>\langle L \rangle</math> :</b> | Taille moyenne de cristallites.                                             |
| <b>SFP:</b>                             | (StackingFaultProbability) Probabilité de présence des défauts d'empilement |
| <b><math>\alpha'</math>:</b>            | Défauts d'empilement intrinsèques.                                          |
| <b><math>\alpha''</math>:</b>           | Défauts d'empilement extrinsèques.                                          |
| <b><math>\varepsilon</math> :</b>       | Défauts de macles                                                           |
| <b><math>L_0</math>:</b>                | Longueur initiale.                                                          |
| <b><math>l_0</math> :</b>               | Largeur initiale                                                            |
| <b>L:</b>                               | Longueur après allongement.                                                 |
| <b>l :</b>                              | Largeur après allongement.                                                  |
| <b><math>\rho</math>:</b>               | Densité de dislocations                                                     |
| <b>E :</b>                              | Module de Young.                                                            |
| <b><math>\nu</math>:</b>                | Coefficient de Poisson.                                                     |
| <b><math>E_s</math> :</b>               | Energie stoc                                                                |

## *Introduction Générale*

Les nanosciences représentent un domaine interdisciplinaire en pleine expansion, dédié à l'étude des phénomènes et à la manipulation de la matière à l'échelle atomique, moléculaire et macromoléculaire. À ces échelles, les propriétés physico-chimiques des matériaux diffèrent radicalement de celles observées à des échelles plus grandes, offrant ainsi de nouvelles perspectives en termes de performances et d'applications. Les nanotechnologies, quant à elles, englobent l'ensemble des techniques de conception, d'élaboration et de caractérisation de structures à l'échelle nanométrique, en vue de produire des dispositifs innovants dans des domaines variés comme l'électronique, la médecine, ou encore la science des matériaux (Binet et al., 2015 ; Flahaut et al., 2023).

Parmi les matériaux d'intérêt en nanoscience, les alliages métalliques nanostructures suscitent un intérêt croissant grâce à leurs propriétés mécaniques, thermiques et électriques améliorées. En particulier, le laiton (alliage Cu-Zn) constitue un candidat prometteur pour diverses applications industrielles, en raison de sa bonne conductivité, de sa résistance à la corrosion, ainsi que de sa facilité d'élaboration. Toutefois, l'étude de ses propriétés à l'échelle nanométrique demeure encore peu explorée, notamment dans le contexte de procédés de fabrication tels que le broyage mécanique haute énergie et le frittage en phase liquide.

Ce travail s'inscrit dans le cadre d'un projet de recherche mené au sein de l'équipe 2 « Structure et Magnétisme des Poudres » du Laboratoire de Physicochimie des Matériaux (LPCM) de l'Université Chadli Bendjedid d'El Tarf. Il vise à contribuer à l'étude des propriétés structurales et microstructurales et mécaniques d'un laiton de composition  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  élaboré par broyage mécanique à haute énergie, puis consolidé par frittage, à l'aide de la diffraction des rayons X et de l'affinement des diffractogrammes via le logiciel MAUD, l'essai de microdureté Vickers et l'observation par le microscope optique.

Ce mémoire est structuré en trois chapitres : Le premier présente une synthèse bibliographique sur les nanomatériaux, les techniques de broyage et de frittage, ainsi qu'un aperçu des propriétés du laiton Cu-Zn. Le second chapitre décrit les techniques expérimentales employées, incluant l'élaboration des poudres, leur compactage et frittage, et les méthodes de caractérisation utilisées. Le troisième chapitre expose les résultats obtenus, accompagnés d'une discussion critique. Enfin, le manuscrit se conclura par un bilan général, des perspectives de recherche, et une bibliographie détaillée.

## *Chapitre I :*

# Synthèse bibliographique

« Dans ce chapitre nous allons, dans un premier temps, faire un rappel sur les nanomatériaux :( définitions, classifications, et fabrication, et leur propriétés, et les différents domaines d'application), Ensuite un rappel sur techniques de frittage (définition ,mécanisme de frittage ,frittage en phase liquide) et puis un rappel sur technique de broyage à haut énergie (définition, principe mécanisme de formation, paramètres de broyage. Enfin nous consacrerons la dernière partie de ce chapitre à l'identification de laiton (Cu-Zn). »

## 1 LES NANOMATÉRIAUX

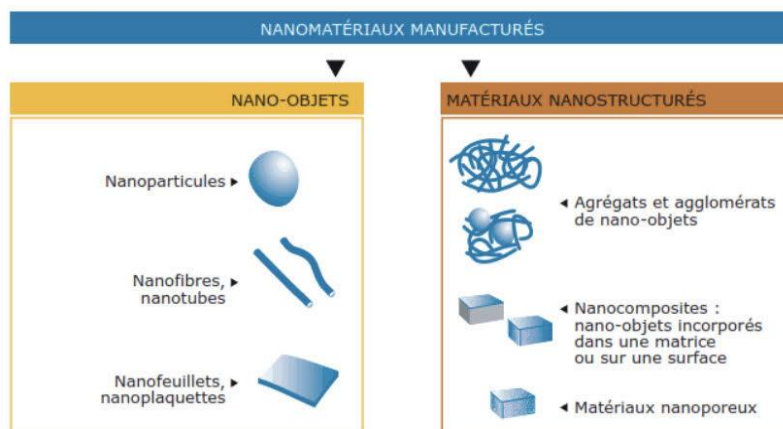
### 1.1. Définition :

Un nanomatériau est un matériau naturel, formé accidentellement ou manufacturé, contenant des particules libres, sous forme d'agrégat ou sous forme d'agglomérat, dont au moins 50 % des particules, dans la répartition numérique par taille, présentent une ou plusieurs dimensions externes se situant entre 1 nm et 100 nm (Binet et al., 2015).

Selon l'organisation internationale de normalisation (ISO), le préfixe nano désigne une taille comprise approximativement entre 1 et 100 nm (Dolez, P.I.2015), nanomatériaux sont définis aussi comme un matériau insoluble ou bio-persistant, fabriqué intentionnellement et se caractérisant par une ou plusieurs dimensions externes, ou une structure interne, allant de 1 à 100 nm (Flahaut et al., 2023). De nombreux travaux ont été consacrés à l'étude microstructurale des nanomatériaux, L'interprétation de la plupart des résultats a été basée sur la considération de deux composantes différentes :

**1. La composante associée aux grains** : où la structure atomique est identique pour toutes les cristallites et dont la seule différence réside dans l'orientation cristallographique des grains. Cette composante est caractérisée par un arrangement atomique d'ordre parfait à longue distance.

**2. La composante associée aux joints de grains** : dans cette région, la densité atomique moyenne et la coordination entre les atomes proches voisins sont différentes de celles des cristallites. La fraction volumique des atomes situés aux joints de grains peut atteindre 50%, 30% et 3% pour des tailles de cristallites de l'ordre de 5 nm, 10 nm et 100 nm, respectivement. Il existe deux grandes familles de nanomatériaux (figure 1.1) :



**Figure (1.1) :** La classification des nanomatériaux selon la norme ISO TS 80004-1 (Binet et al., 2015)

### 1.1.1. LES NANO-OBJETS

Pour certains, un nanoobjet est un objet dans toutes les dimensions de l'espace. À l'échelle nanométrique (nous entendons entre 1 et 100 nanomètres). Pour les autres, Les nanoobjets sont des objets ayant au moins une dimension (longueur, diamètre, épaisseur) est environ comprise entre 1 et 100 nm, les nano-objets peuvent être utilisés sous forme de poudre, de suspension liquide ou de gel. ( [Metiaz et Ahlem,2020](#) ).

Les objets fabriqués à l'échelle nanométrique peuvent également être assemblés en Produire des objets appelés « nanostructures » pouvant atteindre des dimensions macroscopiques Actuellement, les nanoobjets sont classés en fonction de leur taille et de leur forme il peut être des particules fibreuses ou tubulaires, des couches minces ou Composants structurels. Les nanoobjets sont souvent décrits ou regroupés selon : La taille est limitée à l'échelle nanométrique :

- ❖ Dans une dimension (nano plaques) .
- ❖ Dans deux dimensions (nanofibres, y compris les nanotubes).
- ❖ Dans les trois dimensions (nanoparticules et points quantiques) ([Metiaz et Ahlem,2020](#) ).

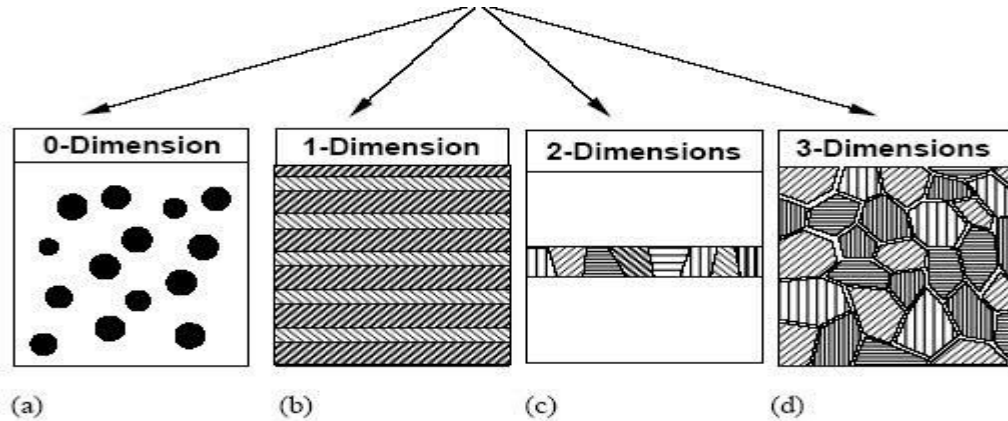
### 1.1.2. LES MATERIAUX NANOSTRUCTURE

Sont des matériaux qui possèdent une structure interne ou de surface à l'échelle nanométrique, parmi les matériaux nanostructures, il est possible de distinguer plusieurs familles, parmi lesquelles sont : ([Binet et al., 2015](#))

- ❖ **Les agrégats et agglomérats de nano-objets** : les nano-objets peuvent se présenter soit sous forme individuelle (c'est-à-dire sous forme de particules primaires), soit sous forme d'agrégats ou d'agglomérats dont la taille est sensiblement supérieure à 100 nm
- ❖ **Les nano composites** : ces matériaux sont composés pour tout ou partie de nano-objets qui leur confèrent des propriétés améliorées ou spécifiques de la dimension nanométrique. Les nano-objets sont incorporés dans une matrice ou sur une surface afin d'apporter une nouvelle fonctionnalité ou de modifier certaines propriétés mécaniques, magnétiques, thermiques, etc. Les polymères chargés de nanotubes de carbone utilisés dans le secteur des équipements sportifs, afin d'améliorer leur résistance mécanique et de diminuer leur poids.
- ❖ **Les matériaux nanoporeux** : ces matériaux possèdent des pores de taille nanométrique. Les aérogels de silice sont des matériaux nanoporeux qui présentent d'excellentes propriétés d'isolation thermique ([Binet et al., 2015](#)).

## I.2. CLASSIFICATION DES NANOMATERIAUX

Selon leur dimension : il est possible de reprendre la classification suivante des matériaux nanocristallins (figure I.2) (*Zerniz Nawal,2016*)



**Figure (I.2) :** Types de nanomatériaux répertoriés en fonction de la dimension de la phase ou des phases nanométriques (*Zerniz Nawal,2016*).

### a) Les nanostructures 0-D (Clusters d'atomes)

Matériaux sous forme dispersée, aléatoire ou organisée, tels que les cristaux colloïdaux de fluides optiques ou magnétiques. Le nombre d'atomes dissous dans une matrice solide ou en suspension dans un liquide varie entre 100 et 104 atomes. L'un des intérêts de ces pôles réside dans l'importance scientifique de leurs propriétés physiques et chimiques (*Zerniz Nawal,2016*).

### b) Matériaux de dimension 1

Matériaux à structure de fine couche polycristalline constituée de particules dont la taille et la composition chimique varient à l'échelle nanométrique, tels que les agrégats ou les dépôts en couche épaisse obtenus par projection plasma ou par méthodes électrochimiques (*Zerniz Nawal,2016*).

### c) Matériaux de dimension 2

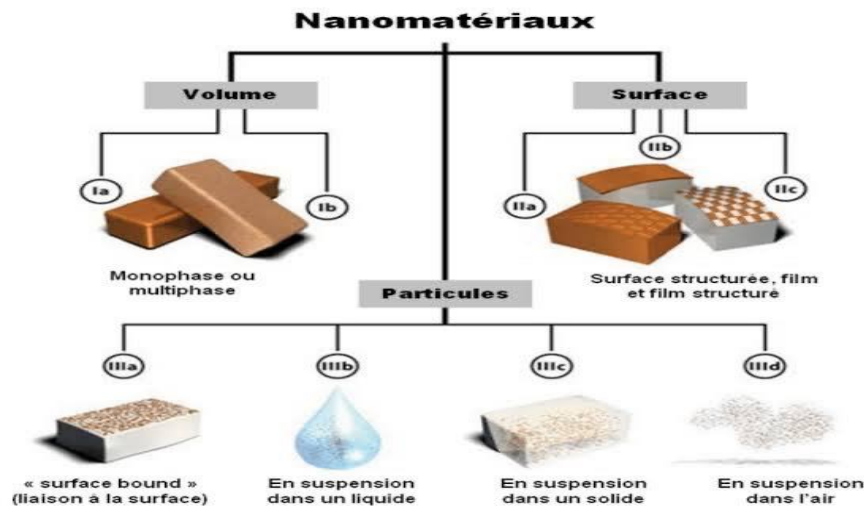
Il s'agit de matériaux dotés de structures en couches d'une épaisseur nanométrique, telles que des nano fils ou des nanotubes (*Zerniz Nawal,2016*).

### d) Matériaux de dimension 3

Les matériaux nano phasés sont composés de grains polyédriques, monophasés ou multi phasés avec des tailles caractéristiques de l'ordre de 1 à 100 nm. Les régions interfaciales qui séparent les grains nanocristallins, appelées joints de grains,

ont un fort impact sur les propriétés physiques macroscopiques des matériaux nanostructures. Ils sont obtenus par consolidation de nanoparticules, par dévitrification partielle de la phase amorphe, par broyage à haute énergie, par déformation à froid ou extrusion à chaud (*Zerniz Nawal,2016*).

Selon leur localisation : Les nanomatériaux peuvent être retracés en trois catégories, Figure (1.3) selon leur localisation au sein du composant, objet ou produit considéré, des particules libres en suspension ou en renforcement, en volume ou en surface, (*BERREBIB Samira,2021*).



**Figure (1.3) :** Classification des nanomatériaux selon leur localisation au sein du composant / objet / produit considéré (*Hansen, 2007*).

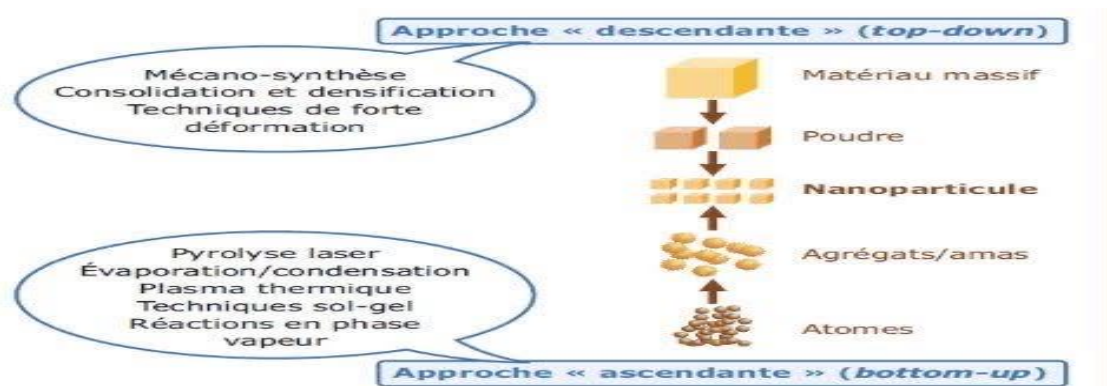
- ❖ Les matériaux nano renforcés : Les nano-objets sont dans ce cas incorporés dans une matrice afin d'apporter une nouvelle fonctionnalité, ou modifier des propriétés physiques. Les nano-composites en sont un bon exemple de renfort pour acquérir une résistance à l'usure supérieure (*BERREBIB Samira,2021*)
- ❖ Les matériaux nanostructures en surface : Les nano-objets constituent dans cette catégorie les éléments de revêtements de surface. Les procédés de fabrication de ces revêtements de surface s'appuient sur des principes de dépôt physique (PVD, faisceau d'électrons, ablation laser...) ou chimique
- ❖ Les matériaux nanostructures en volume : Les nano-objets peuvent aussi être les éléments de matériaux massifs qui, par leur structure intrinsèque nanométrique (porosité, microstructure, réseau nanocristallin) bénéficient de propriétés physiques (*BERREBIB Samira,2021*)

### 1.3. FABRICATION DES NANOMATERIAUX

Les nanomatériaux manufacturés peuvent être synthétisés selon deux approches différentes (figure.1. 4). Il convient ainsi de différencier la méthode dite ascendante (en anglais Bottom-up) de la méthode dite descendante (en anglais top-down) : (Binet et al 2015)

- ❖ L'approche ascendante vient des laboratoires de recherche et des nanosciences. Elle consiste à construire les nanomatériaux atome par atome, molécule par molécule ou agrégat par agrégat. L'assemblage ou le positionnement des atomes, des molécules ou des agrégats s'effectue de façon précise, contrôlée et exponentielle permettant ainsi l'élaboration de matériaux fonctionnels dont la structure est complètement maîtrisée.
- ❖ L'approche descendante est issue de la microélectronique. Elle consiste à réduire et plus précisément à miniaturiser les systèmes actuels (généralement des matériaux microstructures) en optimisant les technologies industrielles existantes. Les dispositifs ou les structures sont ainsi graduellement sous-dimensionnés ou fractionnés jusqu'à atteindre des dimensions nanométriques. : (Binet et al., 2015)

Les deux approches tendent à converger en termes de gamme de tailles des objets. L'approche bottom-up semble, néanmoins, plus riche en termes de type de matière, de diversité d'architecture et de contrôle de l'état nanométrique alors que l'approche top-down permet d'obtenir des quantités de matière plus importantes mais le contrôle de l'état nanométrique s'avère plus délicat. L'approche ascendante fait appel à des procédés d'élaboration chimiques et physiques (réactions en phase vapeur, techniques sol-gel, pyrolyse laser, micro-ondes, etc.) alors que l'approche descendante induit, principalement, l'utilisation de méthodes mécaniques (mécano-synthèse, forte déformation par torsion, etc.)



**Figure (1. 4) :** Les deux approches d'élaboration des nanomatériaux manufacturés

(Binet et al., 2015)

#### 1.4. PROPRIETES DES NANOMATERIAUX

Les études réalisées dans le domaine des nanomatériaux ont montré que la diminution de la taille des grains (une dimension réduite) est le facteur le plus influent pour la détermination des nouvelles propriétés des matériaux nanocristallins (J.A et al.,2005). En plus de la taille moyenne des grains, la composition chimique et la structure atomique des nanomatériaux peuvent aussi modifier les propriétés physiques des éléments constituant le matériau (Y. chen.,1992) (P. Moriarty.,2001). Dans la section suivante, nous présentons quelques propriétés des matériaux nanostructures.

##### ❖ Propriétés mécaniques :

La limite d'élasticité et la dureté des matériaux nanométriques s'avèrent plus élevées que celles qu'on peut rencontrer dans les matériaux ayant une taille de grains conventionnelle. Selon ( K . S. Kumar et al), la dureté et la limite d'élasticité d'un nanomatériau polycristallin (taille des grains de l'ordre de 10 m), métallique ou céramique, peuvent atteindre des valeurs de 2 à 10 fois plus élevées que celles du matériau équivalent mais de taille de grains micrométrique. Cependant, à partir d'une taille de grains supérieure à 100 m, il est observé que la diminution de la taille des grains mène à une augmentation un peu plus lente de la limite d'élasticité. Alors qu'à moins de 10 m. la diminution de la taille des grains n'influe pas sur les propriétés mécaniques. Ces résultats sont essentiellement observés dans le cas des métaux purs. Leurs alliages ainsi que les intermétalliques et les céramiques (C.C. Kouch et al.,2007). Notons que l'effet sur les propriétés mécaniques se manifeste par une bonne combinaison de force et de ductilité des matériaux nanostructures (B.Q. Hanet al.,2005).

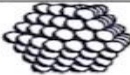
##### ❖ Propriétés de transfert thermique :

L'échelle nanométrique change les propriétés thermiques des matériaux, permettant d'améliorer certaines caractéristiques avec de faibles fractions volumiques. Citons comme exemple la modification de la conductivité thermique. Cette modification a été prouvée par des études théoriques sur les cristaux bidimensionnels (2D) et unidimensionnels (1D). Elles ont révélé un comportement exotique qui conduit à une conductivité thermique intrinsèque infiniment grande (E. Gaffet.,2006) (A.A et al.,2011).

##### ❖ Propriétés structurales :

Le nombre des particules joue un rôle très important dans l'amélioration des propriétés des nanomatériaux. Par conséquent, à l'échelle macroscopique les caractéristiques des nanomatériaux sont différentes, à savoir pour le nombre de particules par gramme qui est

varié inversement proportionnelle avec la taille d'une particule ; c.-à-d., plus la taille d'une particule diminue, plus le nombre de particules par gramme augmente. En plus, lors d'une diminution du diamètre des particules, la proportion d'atomes présents en surface augmente (Moriarty P.,2001). Il est important de noter que la tendance à l'agglomération et à l'agrégation des nanoparticules peut changer la forme en micromètre et les propriétés des nanoparticules, c'est pourquoi les nanomatériaux sont souvent fixés avec un revêtement

|               |                                                                                    | Nombre total d'atomes | Atomes en surface (%) |
|---------------|------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|-----------------------|
| Un motif      |   | 13                    | 92                    |
| Deux motifs   |   | 55                    | 76                    |
| Trois motifs  |   | 147                   | 63                    |
| Quatre motifs |   | 309                   | 52                    |
| Cinq motifs   |  | 561                   | 45                    |

**Tableau (1.1) :** Evolution du pourcentage d'atomes situés en surface en fonction du nombre d'atomes constituant la nanoparticule (Salima.Boukhalefa.,2020).

#### ❖ Propriétés magnétiques :

Dans le domaine magnétique, les nanomatériaux ont pris un essor considérable. Ce domaine tend à prendre une place prépondérante dans la science et la technologie ces dernières années. L'application des nanomatériaux dans le domaine du magnétisme a permis le développement de nouvelles gammes à champ coercitif et à champ à saturation variables, non réalisables avec les matériaux classiques. Ceci est une conséquence de l'effet de la dimension des domaines cristallins sur le comportement magnétique des matériaux (C. De Sansal.,2007).

#### ❖ Propriétés électriques :

Concernant les propriétés électriques, il est montré que la résistivité électrique d'un matériau nanocristallin est beaucoup plus élevée que celle mesurée sur des matériaux micrométriques. On peut prendre à titre d'exemple, la résistivité électrique de Ni nanométrique (~11nm) qui est 3 fois plus grande que celle mesurée pour le Ni polycristallin (~100m) (N. Boukherroub.,2010). Une autre étude a été faite sur plusieurs matériaux nanométriques (6-25nm), tels que le Fe, le Cu et le Pb, a montrée des augmentations de leurs

résistivités électriques, ce qui a été expliqué par la dispersion des électrons aux joints de grains et aux joints triples (N.Boukherroub.,2010).

### 1.5 DOMAINE D'APPLICATION DES NANOMATERIAUX

Grâce à leur large éventail de caractéristiques physico-chimiques, les nanomatériaux ont trouvé de nombreuses applications dans divers secteurs scientifiques. On pourra largement utiliser les nanomatériaux à court, moyen et long terme dans une multitude de domaines. Les industriels font partie intégrante de notre vie quotidienne. Quelques-uns sont déjà en phase de production à grande échelle. Nous fournirons quelques illustrations de secteurs où les nanostructures ont une importance considérable. Le tableau (1.2) résume les principales applications des nanoparticules dans différents secteurs :

**Tableau (1.2) :** *Domaine d'application des nanomatériaux* (GHRIEB Sifi;2018)

| Nanoparticules             | Propriétés             | Applications                                 | Secteurs         |
|----------------------------|------------------------|----------------------------------------------|------------------|
| <b>C60</b>                 | Conductivité           | Fil conducteur, Transistor, diode            | Électronique     |
| <b>Nanotube de carbone</b> | Résistance             | Amélioration performance des raquettes       | Sport            |
|                            | Résistance             | Résistance mécanique et imperméabilité       | Textile          |
|                            | Adsorption             | Traitement eau potable/pollution             | Environnement    |
|                            |                        |                                              |                  |
| <b>Noire de carbone</b>    | Résistance             | Élastomère                                   | Matériaux        |
| <b>Silice</b>              | Isolant                | Électronique                                 | Électronique     |
|                            | Antiagglomérant        | Additif                                      | Alimentation     |
|                            | Poreux                 | Nanovecteur-délivrance ciblée de médicaments | Santé, pharmacie |
|                            | Adhérence              | Pneu                                         | Automobile       |
| <b>Argent</b>              | Antibactérien          | Vêtement                                     | Textile          |
|                            |                        | Pansements                                   | Santé, pharmacie |
| <b>Dioxyde de titane</b>   | Pigment                | Dentifrice                                   | Cosmétique       |
|                            | Anti UV                | Crème solaire                                |                  |
|                            | Pigment                | Peinture                                     | Matériaux        |
|                            | Photocatalytique       | Vitrage /béton Autonettoyant                 |                  |
| <b>Oxyde d'aluminium</b>   | Adsorption             | Traitement eau potable/pollution             | Environnement    |
|                            | Catalyse               | Traitement eau potable/pollution             | Environnement    |
| <b>Oxyde de fer</b>        | Adsorption/ Magnétique | Traitement eau potable/pollution             | Environnement    |
| <b>Oxyde de zinc</b>       | Anti UV                | Crème solaire                                | Cosmétique       |
|                            | Antivieillessement     | Soin pour la peau                            |                  |

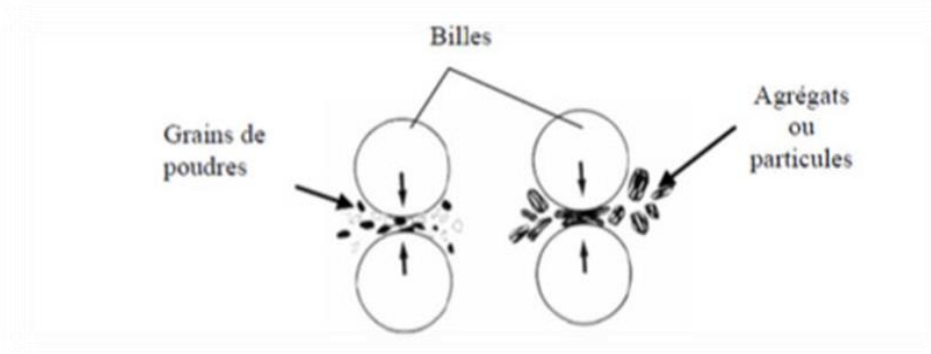
## 2. LE BROYAGE MECANIQUE HAUTE ENERGIE (La MECANOSYNTHESE)

### 2.1. DEFINITION

Le broyage mécanique à haute énergie est une méthode généralement dry, consistant à mélanger des poudres d'éléments purs ou alliés dans un broyeur à haute énergie. C'est également une technique puissante, capable d'effectuer des mélanges à l'échelle atomique. On a décrit ce procédé comme une série de phénomènes de fracture et de re-soudage répétés, à l'origine du produit fini qui se manifeste sous la forme de poudres composées de particules micrométriques dotées de grains nanométriques. L'impact de la diminution de la taille des particules à l'échelle nanométrique, ainsi que la présence significative de défauts créés dans les poudres broyées, donne à ces dernières des caractéristiques physico-chimiques uniques (J.Barabadilio et al.,1993) (J. S.Benjamin et al .,1970).

### 2.2. PRINCIPE DU BROYAGE

Le broyage mécanique haute énergie est, principalement, une technique de déformation des matériaux dans la préparation de ces matériaux, on introduit la poudre dans une ou deux jarres avec des billes qui serviront au transfert d'énergie. Une fois scellé et maintenu en place dans un système mécanique capable de conférer aux jarres un mouvement selon les trois directions de l'espace, le système est mis en marche pour des périodes de temps variables. Le déplacement des jarres, selon chacune des directions de l'espace, va donner aux billes une énergie qui, lors des collisions, sera absorbée par la poudre. Sous l'effet des collisions répétées des billes entre elles, mais aussi des billes avec la paroi de la jarre, les grains de poudre sont écrasés (figure 1.5). Ils sont alors alternativement déformés plastiquement, fracturés et soudés ce qui conduit à la formation d'agrégats, ou particules, dont la taille dépend de la compétition entre les phénomènes de soudure et de fracture (GHRIEB Sifi.,2018).



**Figure (1.5) :** Principe du broyage mécanique, formation d'agrégats par chocs mécaniques

L'utilisation de broyage mécanique haute-énergie permet aisément d'obtenir des poudres nanostructures composées de grains orientés différemment et présentant une forte proportion de joints de grains, en raison de la taille finale des grains. Cela repose bien plus sur les constantes des conditions de broyage (telles que l'énergie, le rapport masse des billes/poudre...) sont autant de facteurs déterminants que les mécaniques spécifiques du matériau. Ces paramètres affectent généralement la dynamique et potentiellement l'épaisseur des joints de grains, qui est normalement d'une à plusieurs couches atomiques.

## 2.3 MECANISMES DE FORMATION

De façon générale, on distingue quatre stades dans les phénomènes de transformation qui se produisent au sein de la poudre (figure1. 10) (GHRIEB Sifi.,2018).

### a) Stade primaire :

Pendant les premières heures de broyage, on observe des lamelles alternées des éléments de départ. La taille des particules peut varier de quelques microns à 100  $\mu\text{m}$ . Les éléments de départ peuvent être identifiés dans le composé formé grâce à la dominance du phénomène de fracture (GHRIEB Sifi.,2018).

### b) Stade intermédiaire :

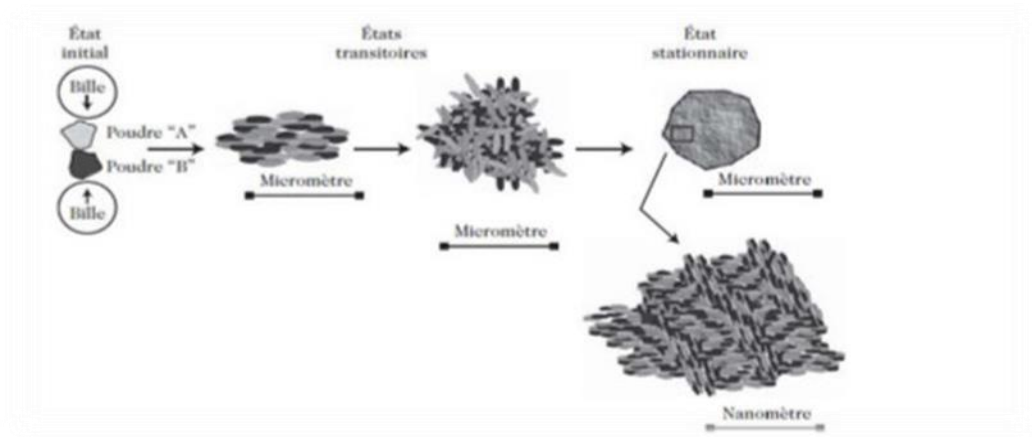
Au fur et à mesure que le temps de broyage augmente, la compétition entre les phénomènes de fracture et de soudage devient plus importante et les particules de poudre sont de plus en plus fines. Les éléments solutés commencent à se dissoudre dans la matrice. L'augmentation de la densité de défauts dans le réseau cristallin et de la température locale favorise la formation des régions de la solution solide (GHRIEB Sifi.,2018).

### c) Stade final :

Durant ce stade, la structure lamellaire disparaît définitivement et la microstructure des particules est plus ou moins homogène à l'échelle macroscopique. Le mélange final possède alors une composition proche de celle de départ et ceci grâce à l'homogénéité de la composition chimique des particules. En outre, la dureté des particules de poudre atteint un état de saturation.

### d) Stade complet :

Les particules de poudre formées durant ce stade présentent une structure métastable extrêmement déformée et la composition de l'alliage est similaire à celle du mélange de départ.(GHRIEB Sifi.,2018).



**Figure (1 .6) :** Différentes étapes dans l'évolution des poudres élémentaires pendant le broyage ( Gaffet, G et al ., 2003) .

## 2.4 PARAMETRE DE BROYAGE

### 2.4.1 Paramètres liés aux types de poudres

#### a) -Mélange de poudres ductiles-ductiles

Selon ( H.J. Fetch et al.,1992) Ont démontré que le broyage de ce genre de mélange produit une structure lamellaire lors des premières phases de broyage. Les lamelles se raffinant au fil du broyage jusqu'à leur disparition, et l'extension du temps de broyage uniformise la dimension des grains.

#### b) -Mélange de poudres ductiles –fragiles

Pour que la synthèse soit réussie, les morceaux qui se forment durant le broyage doivent être suffisamment réduits pour permettre une diffusion à courte portée, et l'élément délicat doit présenter un certain degré de solubilité au sein de la matrice. La solubilité n'est pas obtenue, on observe une légère dispersion de la phase fragile au sein de la matrice ductile. On parle ici des superalliages de nickel (GHRIB Sifi.,2018).

#### c) -Mélange de poudres fragiles-fragiles

Dans ce contexte, l'association de ces poudres ne mène qu'à une diminution de la taille des particules sans véritable combinaison des composants. Toutefois, des solutions robustes pour les éléments délicats ont pu être mises en place. (M. Davis et al.,1988)

### 2.4.2. Paramètres liés au système broyeur

En ce qui concerne les paramètres liés au système de broyage, on identifie : les paramètres maîtrisables comme les genres de broyeurs, le ratio masse des billes/poudre, et

l'intensité du broyage, ainsi que les paramètres plus complexes à gérer tels que la température, l'atmosphère de broyage et la contamination (GHRIB Sifi.,2018).

### 3. FRITTAGE

#### 3.1 Définition :

Le frittage englobe divers procédés de consolidation de poudres, qu'elles soient compactées ou non, simplement par l'application d'énergie thermique. Cela dépend de l'état physico-chimique et microstructural initial des poudres et de leur évolution en fonction de la température. Il est ardu de fournir une définition qui englobe tout ce que signifie le terme frittage. On définit le frittage comme l'ensemble des modifications qui se produisent dans une masse de poudre lors de son chauffage à une température inférieure à son point de fusion selon (W.D.Kingery et al.,1959).et (V.N.Erenenko et al.,1970) fournit la définition suivante :Processus thermodynamique au cours duquel le système vise à atteindre son niveau d'énergie minimal. Le processus peut s'effectuer en phase solide (frittage à l'état solide) ou impliquer la création d'un liquide, à la température de frittage (frittage avec phase liquide), elle peut être permanente ou transitoire. Lorsqu'après frittage, le matériau obtenu présente une composition chimique identique à celle de la poudre initiale, il s'agit d'un frittage non réactif. En revanche, si la composition varie, on parle alors d'un frittage réactif <sup>(1)</sup>. La figure (1.7) ci-dessous synthétise les divers types de frittage.

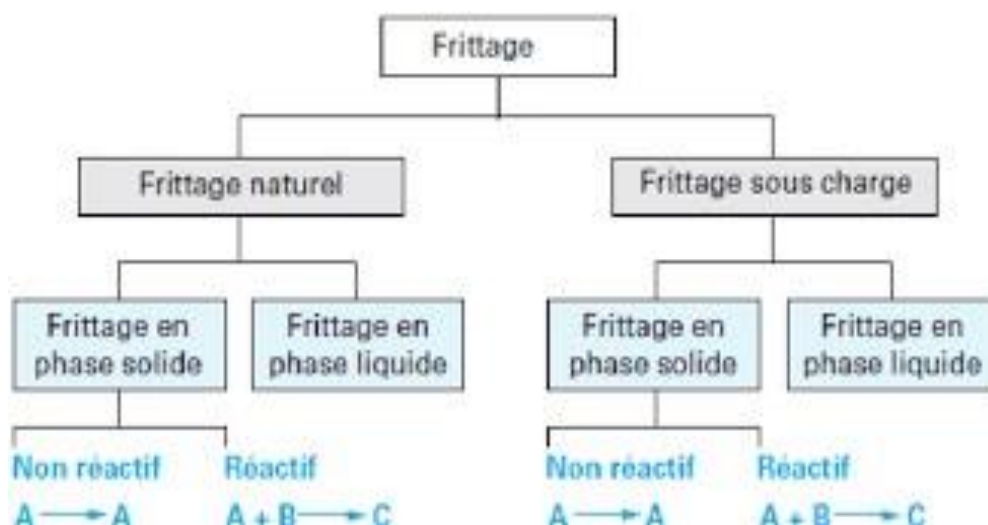


Figure (1.7) : Différents types de frittage (D.Branche et al.,2005)

### 3.2 MECANISMES DE FRITTAGE

Les divers procédés de frittage qui permettent d'éclaircir le transport de matière impliqué dans l'obtention d'un matériau compact sont

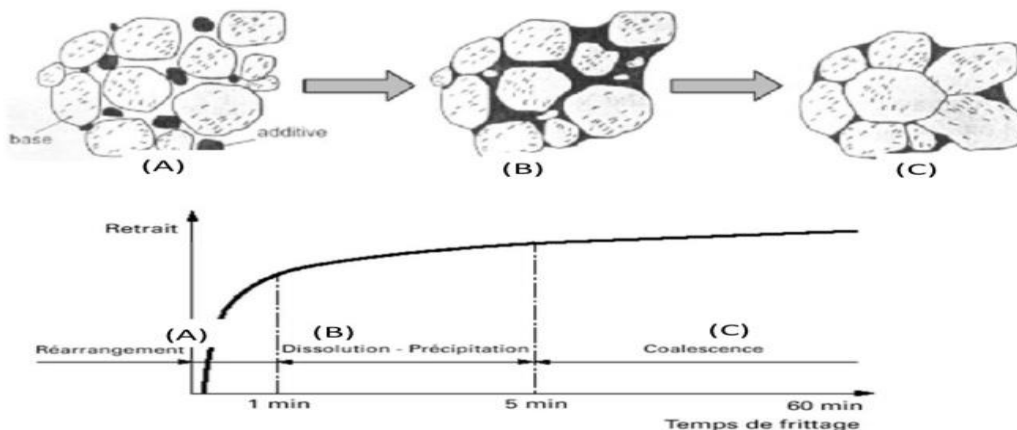
- L'écoulement visqueux ou plastique
- Le transport de matière en phase vapeur (évaporation – condensation)
- La diffusion en surface, en volume, intergranulaire et aux joints de grains.

Parmi ces différents mécanismes, quelques-uns peuvent conduire à une densification du matériau et d'autres non. Selon la nature du matériau, granulométrie et des conditions choisies (température, atmosphère...), l'un ou l'autre de ces mécanismes peut être privilégié et d'autres peuvent être couplés. Mais de point de vue physico-chimique, il existe deux types de frittage : Le frittage en phase solide et le frittage en phase liquide. Mais la technique que nous avons utilisée c'est le Frittage en phase liquide pour cela sera expliquer en détail <sup>(1)</sup>

### 3.3 FEITTAGE EN PHASE LIQUIDE

Lors du frittage en phase liquide, au moins l'un des composants est sous forme liquide tandis que l'autre est en forme solide. La phase liquide peut être éphémère ou durable. On peut identifier trois phases distinctes (LOUNNAS.,2020). (Figure 1.8)

- Le réarrangement des particules.
- La dissolution-précipitation.
- La coalescence des grains.



**Figure (1.8) :** Différents étapes du frittage en phase liquide. (LOUNNAS.,2020)

**A) Réarrangement des particules :**

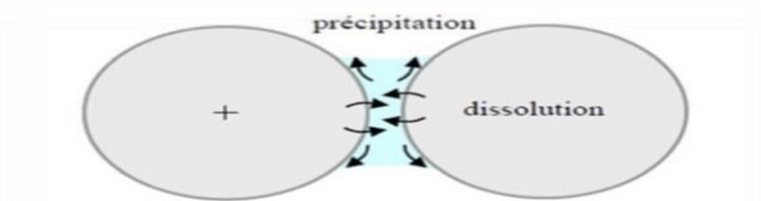
Elle se distingue par une croissance fulgurante tant de la densité apparente du matériau que du retrait, attribuée à l'émergence de la phase liquide qui agit comme un lubrifiant. Cela permet le déplacement des particules les unes par rapport aux autres, ainsi qu'un possible effondrement des liaisons entre les particules sous l'influence des forces capillaires. Ce réaménagement peut être expliqué par un mouillage des grains par le liquide (.LOUNNAS.,2020).

**B) Dissolution-précipitation :**

Suite au réarrangement granulaire, un mince film de liquide sépare les particules en contact. Un processus de dissolution-précipitation a alors tendance à éliminer la courbure des interfaces solide-liquide, ce qui signifie que :

- ❖ Une dissolution des grains à l'interface solide-liquide
- ❖ Au transfert des espèces dissoutes dans le liquide par diffusion
- ❖ Leurs précipitations sur les surfaces libres.

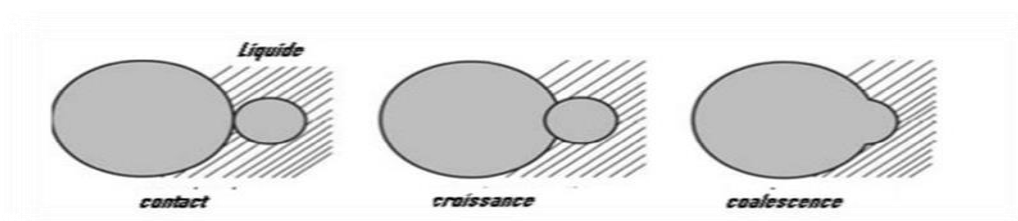
Ce mécanisme favorise le processus de densification par transport rapide de matière avec rapprochement des centres des grains (figure 1.9) (.LOUNNAS.,2020)



**Figure (1. 9) :** Mécanisme de dissolution – précipitation.

**C) Coalescence des grains :**

Il s'agit de la phase qui prend le plus de temps et qui est la plus longue. Elle est attribuée à la dissolution des petites particules et leur précipitation sur les particules plus grandes, formant ainsi de gros grains (processus de mûrissement d'Ostwald). Ainsi, cette dernière peut alors engendrer un grossissement granulaire. Dissolution intégrale des petits grains. (figure1.10) (.LOUNNAS.,2020) :

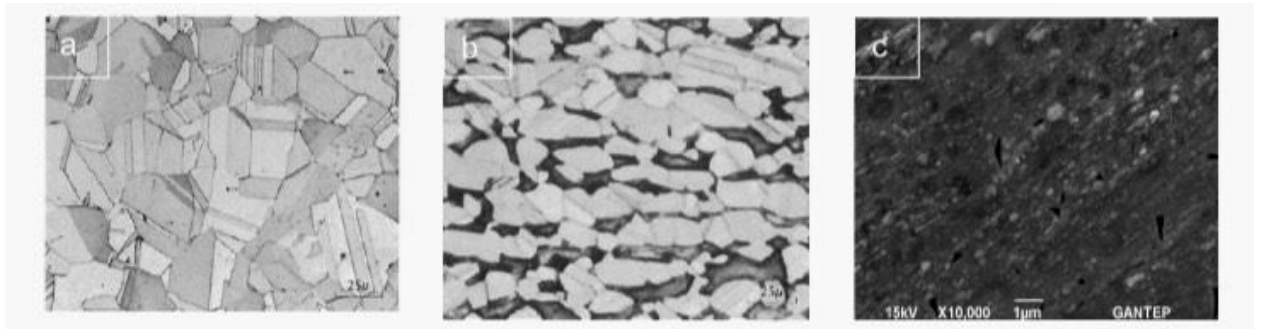


**Figure (1.10) :** Coalescence des grains (.LOUNNAS.,2020)

## 4. LES LAITON (CUIVRE-ZINC)

### 4.1. Généralités

Les premières fabrications de laitons ont eu lieu vers 5000 avant J.C. cependant, la méthode pour produire du laiton de fonderie à composition contrôlée, en utilisant du zinc métallique, n'a été brevetée qu'en 1781. Toutefois, l'électrodéposition des alliages de la méthode de production de cuivre-zinc à partir de solutions aqueuses n'a été détaillée que par (Ruoltz et Elkington .,1841). Depuis cette époque (C. Ramirez et al .,2016)( P. De Vreese et al .,2013), le processus a été révisé et perfectionné, cependant, aucun produit n'est encore mis sur le marché. Couramment, on divise les laitons en trois catégories, en fonction du pourcentage de zinc présent dans l'alliage : premier titre, deuxième titre et troisième titre (Figure1.11)



**Figure (1.11)** : Observations au microscope électronique à balayage des laitons : (a) de premier titre (jusqu'à 35% de zinc), (b) de deuxième titre (entre 35 % et 45 % de zinc), (c) de troisième titre (au-delà de 45 % de zinc) (C. Rotty.,2018)

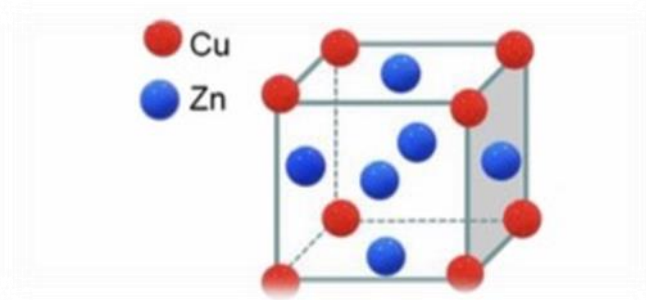
Les laitons sont généralement connus comme métaux de dorure et décoration vu leurs belles nuances qui peuvent varier du rouge au jaune. Pourtant, à des proportions relativement importantes de zinc, ces alliages se caractérisent par une excellente aptitude à la mise en œuvre, supérieure à la plupart des autres matériaux. Par usinage, matriçage, emboutissage, frappe à froid, le laiton est largement utilisé par l'industrie de : papeterie, horlogerie, robinetterie, tuyauterie (A. Dridi et al, 2020). De plus, les laitons se distinguent par leur excellente résistance à la corrosion, qui se traduit par l'apparition d'un revêtement connu sous le nom de vert-de-gris, en raison de la prépondérance du cuivre (M. G.et al, 2015).

### 4.2. LES TYPE DES LAITONS

Il est courant de classer les laitons en trois catégories distinctes, basées sur leur microstructure et leur composition chimique.

❖ *Le laiton  $\alpha$  :*

Le laiton  $\alpha$  apparaît lors de dissolution de zinc dans le cuivre formant une solution solide de composition uniforme. Il se caractérise par une bonne ductilité et une excellente aptitude à la déformation à froid, grâce à la phase  $\alpha$ . Dans la littérature, le laiton  $\alpha$  est souvent présenté comme l'alliage Cu Zn avec moins de 35 % de zinc ces laitons sont également plus doux et plus ductiles, par rapport à leurs homologues. Ils sont plus facilement soudés, étirés, pliés ou brasés. La phase  $\alpha$  a une structure cubique à faces centrées (CFC) On a illustré la structure dans la (Figure.1.12).

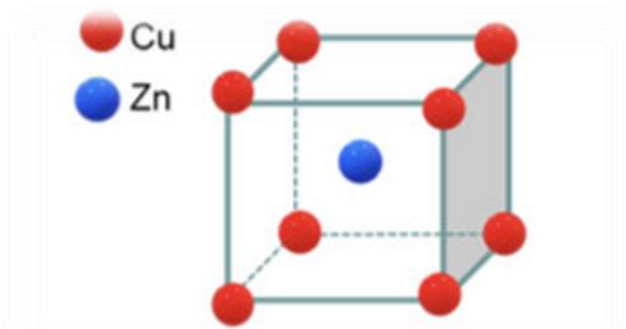


**Figure (1. 12) :** Système cubique à faces centrées de la phase  $\alpha$  du laiton.

La valeur de son paramètre de maille est de 3,70 Å. Toutefois, si la concentration en zinc dévie de la concentration à l'équilibre, le paramètre change. L'alliage de type  $\alpha$  le plus répandu est l'alliage 65/35 "Common brass". C'est l'alliage le plus commercialisé, vu qu'il contient un maximum de zinc, et par conséquent il est moins coûteux par rapport à tous les alliages de sa gamme. Toutefois, l'alliage à 30% de zinc "Cartridge brass" offre une meilleure ductibilité et une meilleure résistance à la corrosion. D'autres alliages existent encore avec des teneurs en zinc plus faibles que 5 %. Ces derniers, à proportion de cuivre très importante, ont une couleur dorée et sont connus comme des métaux dorés. En général, ils peuvent être coulés ou produits sous formes de feuille, tube et fil et sont assez couramment commercialisés.

❖ *Le laiton  $\alpha\beta'$  :*

Au-delà d'un seuil bien déterminé en zinc (35% ou 38,3 %), on forme le laiton type ( $\alpha + \beta'$ ). Il est également connu sous le nom de laiton duplex ou laiton à chaud. L'apparition de la phase  $\beta'$  cubique centrée (CC) engendre une augmentation de la dureté ([M. Stukey, 2018](#)). On a illustré la structure dans la Figure (1.13)



**Figure (1.13) :** Structure cubique centrée de la phase  $\beta'$  du laiton.

Pendant la formation de cette structure cristalline, les atomes de cuivre occupent les sommets de la maille tandis qu'un atome de zinc se trouve au centre (ou vice versa). L'estimation du paramètre de maille est d'environ 2,95 Å.

La phase  $\beta'$  découle d'une phase  $\beta$  de structure cubique centrée qui se fixe à 454 °C. Cette transformation s'explique par le changement d'une disposition chaotique des atomes de zinc vers une disposition ordonnée au sein du réseau effectivement, ces alliages ne sont pas très ductiles à froid, cependant ils offrent une déformabilité exceptionnelle à chaud grâce à la plasticité de la phase  $\beta'$  à haute température (M. Kowalski et al.,1993).

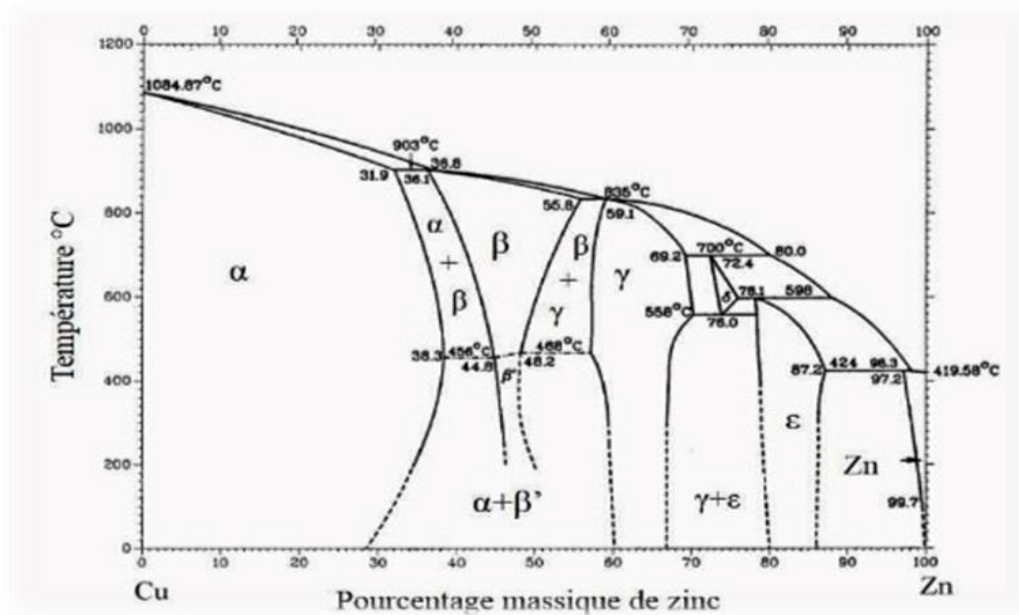
Ainsi, ces alliages se caractérisent par l'effet mémoire de forme : la capacité à exister sous deux formes cristallines distinctes au-dessus et en-dessous d'une température de transformation critique. Cette faculté est associée à un nombre limité d'alliages dont les plus connues sont : les systèmes Cu-Zn-Al, des alliages à base d'or et de cadmium (C. Huang.,2018)

L'alliage à deux phases le plus répandu est le laiton 60/40. Il est généralement utilisé dans des applications industrielles qui couvrent le domaine des condenseurs et échangeurs de chaleur, les composants pour les interrupteurs électriques et les prises, les ressorts, les produits de plomberie et les éléments de fixation....

#### ❖ Laiton type $\beta'$ :

Cette gamme de laiton se caractérise par une concentration en zinc supérieure à 45% (pourcentage de zinc limite pour les laitons de fonderie). Ces alliages sont trop fragiles vu l'augmentation du pourcentage de la phase  $\beta'$  cubique centrée dans l'alliage, et par conséquent, ils n'ont pas généralement d'usages commerciaux importants (B. Assouli.,2002)

#### 4.3. DIAGRAMME DES PHASES Cu Zn



**Figure (1.14) :** Diagramme de phase du cuivre-zinc (Température en fonction de la composition) (A. G. et al., 2007)

La Figure (1.14) montre le diagramme de phase binaire Cu-Zn montrant l'évolution des phases en fonction de la température et de la composition massique en zinc. Le cuivre pur fond à 1084,87°C, tandis que le zinc pur fond à 419,5°C, expliquant la baisse progressive de la température de fusion des alliages Cu-Zn avec l'augmentation de la teneur en zinc, dans ce système, plusieurs phases se forment à différents teneurs en zinc et évoluent avec la température. La phase  $\alpha$  est une solution solide riche en cuivre, où le zinc est dissous dans le réseau cristallin du cuivre à structure cubique à faces centrées (CFC). Cette phase est stable jusqu'à environ 38 % de Zn à haute température, avec une solubilité maximale du zinc dans le cuivre atteignant 38 % à 468°C. Au-delà de cette composition, la phase  $\beta$  apparaît, qui possède une structure cubique centrée (CC) et est stable à haute température. En refroidissant, elle subit un réarrangement atomique pour devenir une phase ordonnée, appelée  $\beta'$ . Lorsque la concentration en zinc augmente encore, la phase  $\gamma$  apparaît entre 42 % et 60 % Zn, suivie par la phase  $\epsilon$  entre 60 % et 90 % Zn, qui possède une structure hexagonale compacte (HC). Enfin, lorsque la teneur en zinc dépasse 90 %, l'alliage devient majoritairement constitué de zinc pur, qui cristallise également dans un réseau hexagonal compact. Ces différentes phases influencent les propriétés mécaniques et métallurgiques des alliages Cu-Zn, notamment leur dureté, leur malléabilité et leur résistance à la corrosion, ce qui en fait des matériaux largement utilisés dans les industries métallurgiques et manufacturières. Le diagramme de

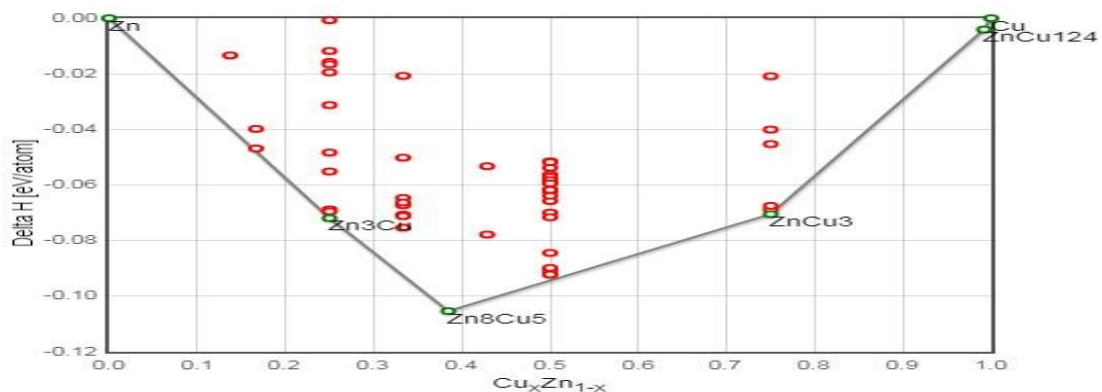
phase Cu-Zn présente plusieurs transformations thermiques importantes, qui se produisent en fonction de la température et de la composition massique en zinc. Ces transformations influencent la formation des phases et les propriétés mécaniques des alliages Cu-Zn. Voici les principales transformations :

- ❖ **Transformation Eutectique** ( $L \rightarrow \beta + \gamma$ ) à 468°C et environ 38,4 % Zn, le liquide (L) se solidifie en donnant les phases  $\beta$  et  $\gamma$  simultanément, cette réaction marque la formation des phases solides à partir du liquide sans passer par une phase intermédiaire.
- ❖ **Transformation Eutectoïde** ( $\beta \rightarrow \alpha + \gamma$ ) à 566°C pour une composition d'environ 42 % Zn, la phase  $\beta$  (cubique centrée) se transforme en un mélange des phases  $\alpha$  et  $\gamma$ , cela signifie qu'en refroidissant, au lieu de conserver une phase unique, l'alliage se divise en deux phases distinctes.
- ❖ **Transformation Péritectique** ( $L + \beta \rightarrow \gamma$ ) vers 850°C au-dessus de 850°C dans une certaine plage de composition, la phase liquide (L) et la phase  $\beta$  interagissent pour former la phase  $\gamma$ . cette transformation a lieu lors du refroidissement de certains alliages et influence leur microstructure finale.

### Autres Transformations Importantes

- ❖ **Transition  $\beta \rightarrow \beta'$**  : En refroidissant, la phase  $\beta$  (désordonnée) devient  $\beta'$ , une phase ordonnée avec une structure cubique centrée (CC).
- ❖ **Formation de la phase  $\epsilon$**  : À des concentrations élevées de Zn (plus de 60 %), la phase  $\epsilon$  (hexagonale compacte) se forme en dessous de 700°C.

### 4.4 DIAGRAMME D'ENTHALPIE DU SYSTEME Cu Zn



**Figure (1.15) :** Variation de l'enthalpie de formation dans le système Cu-Zn

(Saal, J. et al., 2013) ( Kirklin, S et al., 2015)

Figure (1.15) représente le diagramme l'enthalpie de formation ( $\Delta H$ ) en fonction de la composition des alliages Cu-Zn, ce diagramme nous montre la stabilité des phases dépend de leur enthalpie de formation et de leur position par rapport à la courbe d'enveloppe. Les éléments purs Cu et Zn sont naturellement stables avec une enthalpie nulle. Parmi les composés intermétalliques,  $Zn_8Cu_5$  est le plus stable avec l'enthalpie la plus basse ( $\sim -0,1$  eV/atome), ce qui indique une forte interaction entre Cu et Zn, favorisant sa formation naturelle. D'autres phases comme  $Zn_3Cu$ ,  $ZnCu_3$  et  $ZnCu_{12}$  sont également stables, bien que légèrement moins que  $Zn_8Cu_5$ . Les points rouges situés au-dessus de la courbe d'enveloppe représentent des phases instables, qui ne se forment pas spontanément ou se décomposent en d'autres structures plus stables. La stabilité des phases influe sur les propriétés thermiques et mécaniques des alliages Cu-Zn, jouant un rôle clé dans leur utilisation industrielle.

#### 4.5. PROPRIETES DE LAITON

##### ❖ Mécanique :

Excellente plasticité en marquage à chaud, sa résistance à la traction est d'environ 350 N/mm<sup>2</sup>. Parfait pour les traitements de surface car il peut être déformé à froid

##### ❖ Thermique :

Il présente une conductivité thermique très élevée de 119,4 W/m\*K à 20°C. Il est facile à souder. Il ne se déforme pas à des températures comprises entre -100°C et 200°C et ne se dégrade pas à la lumière

##### ❖ Électricité :

Il présente également une très bonne conductivité électrique : de 0,158 à 20 Mégasiemens /cm

##### ❖ Chimie :

Il est capable de résister à la corrosion et est donc souvent utilisé dans les pièces d'eau telles que les raccords et dans l'industrie de la construction navale

#### 6. TRAVAUX ANTERIEURS

Les études bibliographiques indiquent que le système binaire Cu-Zn est peu exploré ([Mehdi Kohil et al](#)) ont conçu une baguette de soudage basée sur le système « Cu-Zn » à travers la métallurgie des poudres. Cette recherche nous a permis d'explorer les caractéristiques mécaniques telles que la force de traction, la dureté, la résistance à l'abrasion, entre autres. Examen de la microstructure établissement de la composition chimique et évaluation de la résistance et de la capacité de cette baguette. ([Medhi Kohil et al., 2016](#)).

Des essais ont été réalisés sur des échantillons de Cu pur et de deux alliages Cu-Zn par (Balogh et al.,2008 ) afin d'étudier l'impact de l'énergie de défaut d'empilement (SFE) sur l'évolution microstructurale lors du procédé par torsion à haute pression (HPT). Pour l'évaluation microstructurale, on a recouru à la microscopie électronique en transmission, à la diffraction des rayons X et aux tests de dureté. Les résultats démontrent une concordance entre ces méthodes. des grains de taille nanométrique se sont développés sur les bords des disques HPT, des grains submicrométriques plus gros se sont formés au cœur des disques et les dimensions mesurées des grains ont diminué avec la réduction du SFE. Dans le Cu pur, il y avait peu de maclage, tandis que les densités de dislocations et de macles augmentaient avec l'accroissement de la teneur en Zn, ce qui entraîne une diminution du SFE. Les valeurs de micro dureté Vickers étaient inférieures au centre des disques pour les deux alliages Cu – Zn, ce qui concorde avec le faible SFE et la lenteur des taux de récupération.

Boukeffa et les collaborateurs ont examiné l'alliage Fe<sub>9</sub>Cu<sub>2</sub>Zn, élaboré par diffraction des rayons X à partir de poudres d'éléments Fer, Cuivre et Zinc. L'analyse approfondie des propriétés magnétiques de l'alliage Fe<sub>9</sub>Cu<sub>2</sub>Zn a mis en lumière des caractéristiques distinctives, notamment la rémanence, la coercitive et la susceptibilité magnétique. Les scientifiques ont constaté une amélioration notable par rapport aux alliages traditionnels, ce qui ouvre des possibilités d'utilisation dans des secteurs tels que la technologie des capteurs et l'électronique. Ces résultats prometteurs incitent à continuer les études afin d'exploiter pleinement le potentiel de l'alliage Fe<sub>9</sub>Cu<sub>2</sub>Zn dans divers domaines industriels et technologiques (boukeffa et al.,2021).

Boufaida a étudié l'effet du broyage mécanique sur l'évolution des propriétés structurales, microstructurales et mécaniques des poudres de laitons Cu<sub>70</sub>Zn<sub>30</sub> obtenues par broyage mécanique à haute énergie. L'affinement *Rietveld* des profils des pics de diffraction révèle la formation de cinq phases nanométriques (Boufaida 2024).

## 5 CONCLUSION

Cette revue bibliographique met en lumière l'importance des recherches menées sur les nanomatériaux. Ce premier chapitre a permis, d'une part, de définir ces matériaux, d'examiner leurs classifications, leurs méthodes de fabrication, leurs propriétés et leurs multiples domaines d'application. D'autre part, les études antérieures révèlent que les alliages binaires du système Cu-Zn présentent une large variation de leurs propriétés, influencée par les techniques et les conditions de fabrication adoptées.

## *Chapitre II :*

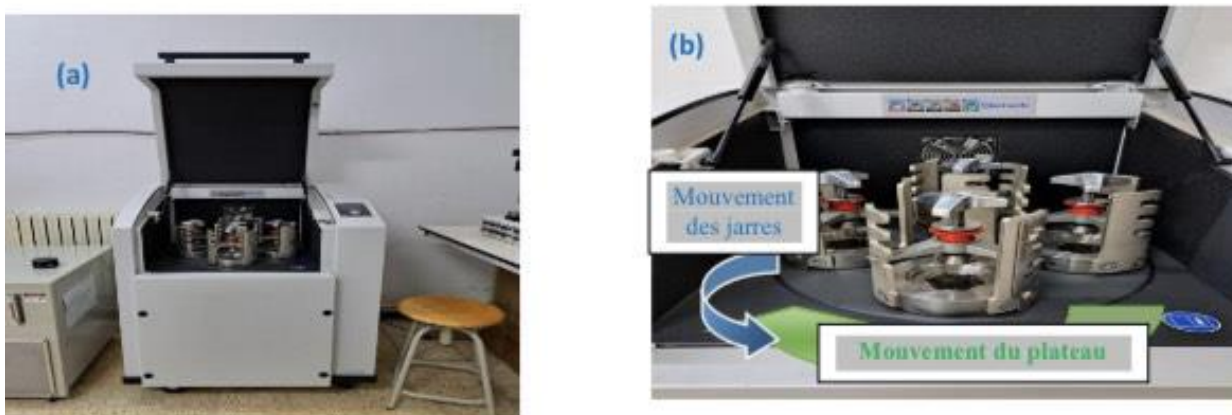
# **Techniques expérimentales et méthodes de calculs**

« Dans ce chapitre, nous présenterons la technique de broyage mécanique utilisée pour l'élaboration des poudres de laiton  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$ , en précisant ses principes et ses paramètres de contrôle. Nous décrirons ensuite les étapes de préparation de ces poudres, incluant le compactage et le frittage, l'enrobage et polissage. Par la suite, nous aborderons les techniques de caractérisation utilisées, notamment la diffraction des rayons X pour l'analyse structurale, l'essai de micro dureté Vickers pour l'évaluation des propriétés mécaniques, ainsi que l'observation par microscope optique pour l'étude de la microstructure. »

## 1. ELABORATION DES POUDRES DE LAITON :

### 1.1. Condition d'élaboration :

Dans cette recherche, nous avons préparé les échantillons de poudre  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  (% masse) en utilisant de la poudre de laiton pure  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  (présentant une taille moyenne de particules d'environ 60 mesh), grâce à un processus de broyage mécanique à haute énergie mené avec le broyeur planétaire RETSCH PM400, comme indiqué sur la Figure.2.1, au sein du laboratoire de physico-chimie des matériaux (LPCM) (Boufaïda, 2024). Cet équipement se démarque par son aptitude à effectuer un broyage extrêmement rapide et puissant, atteignant jusqu'à 26,8 fois l'accélération due à la gravité. Cette performance offre la possibilité de réduire les particules à une dimension nanométrique par l'intermédiaire d'impacts et de frottements. La maîtrise précise de l'énergie et de la vitesse de concassage assure la répétabilité des résultats. De plus, cet appareil est spécifiquement élaboré pour des tests de longue durée.



**Figure (2.1) :** (a) Photographie du broyeur utilisé de type Retsch PM 400. (b) Schéma de Principe de fonctionnement.

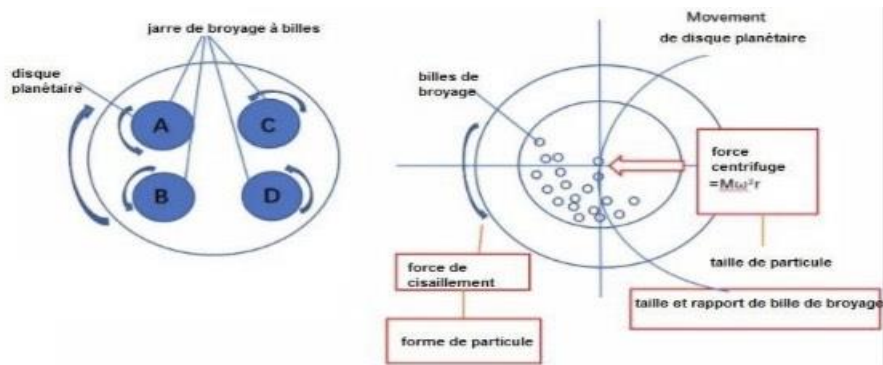
Pour prévenir l'oxydation et la contamination des poudres, celles-ci sont confinées dans une jarre en acier totalement hermétique à l'intérieur d'une boîte à gants, Figure (2.2). Une fois ces procédures achevées, elle est solidement positionnée sur la plateforme du broyeur. Les opérations de broyage ont été réalisées à différents moments, en respectant une pause de 15 minutes par heure afin d'éviter une montée excessive de la température à l'intérieur des jarres.



**Figure (2.2) :** Boite à gant type Plas-LabsInc, sous atmosphère d'argon.

### 1.2. Principe de fonctionnement du Retsch PM 400

Le broyeur que nous avons utilisé pour l'élaboration des alliages est un broyeur planétaire Pulvérisent PM400 de marque Retsch. Le principe de broyage est le suivant : les jarres, contenant les billes et la poudre, sont fixées sur un plateau tournant à une vitesse variable  $S_2$  ( $S_2 \text{ max} = 400 \text{ tr/min}$ ). Ils produisent eux-mêmes des effets d'animation par mouvement de rotation et leur sens de rotation est opposé à celui du plateau. De plus, la relation entre la vitesse de rotation  $c$  des jarres et la vitesse de rotation du plateau est  $c : 1,25 Q$ . Par conséquent, le mouvement total des jarres résulte de la composition des deux mouvements de rotation, Figure (2.3)



**Figure (2.3) :** Représentation schématique du mouvement du plateau et des jarres<sup>(2)</sup>

### 1.3 Le compactage

#### 1.3.1. Matériel utilisé

##### a) La matrice

La Figure (2.4) présente une matrice composée d'un poinçon inférieur un poinçon de compactage supérieur et un moule avec un trou cylindrique de 20 mm de diamètre destiné à accueillir le mélange poudre-poinçon constituent les éléments de ce dispositif.



**Figure (2.4) :** L'ensemble de la matrice du compactage.

**b) Presse de compactage à froid de type SPECAC :**

Les presses hydrauliques manuelles Atlas de SPECAC présentées dans la figure (2.5), capables de supporter une charge maximale de 25 tonnes, sont adaptées à une diversité d'applications comme la production de pastilles KBr pour l'infrarouge et Pastilles pour l'analyse par fluorescence X .Ces derniers peuvent également être utilisés en conjonction avec l'ensemble de plateaux chauffants pour la réalisation de films minces de polymères d'épaisseur maîtrisée. Il est facile à utiliser, il suffit de fermer la soupape de dépression et d'actionner son bras, ce qui fait que le poinçon descend jusqu'à ce qu'il rencontre une résistance (la matrice) et commence à exercer une pression.



**Figure (2.5) :** Presse hydraulique uniaxiale de type SPECAC.

**1.4. Le frittage :**

Le frittage constitue l'étape finale du processus d'élaboration, au cours de laquelle le matériau reçoit sa densité définitive, les particules se fusionnent entièrement et le comprimé devient complètement rigide. Dans ce qui suit, nous détaillerons le matériel employé et la progression de l'intervention.

#### 1.4.1. Matériels et méthodes

L'étape de frittage est la plus délicate dans le processus de fabrication, où le matériau acquiert ses propriétés physiques souhaitées. Dans le cadre de notre recherche, nous utilisons un four à moufle de la marque Nabertherm Figure (2.6). Ce four dispose d'un gant en céramique, offrant une homogénéité remarquable dans la distribution de la température et une défense efficace des résistances contre les environnements hostiles. Un autre élément est la présence d'une moufle lisse et quasiment dépourvue de poussière (porte du four en isolation fibreuse), qui représente un critère de qualité essentiel pour certaines procédures d'incinération. Ce four est capable de supporter une température allant jusqu'à 1400°C.



**Figure (2.6) :** Le four utilisé dans l'opération de frittage de la marque NABERTHERM.

Dans un premier temps, la pastille a été déposée dans un creuset avant d'être positionnée à l'intérieur du four figure (2.7). Par la suite, nous avons allumé le four après avoir ajusté les paramètres de frittage (température de 600°C et durant de 2h)



**Figure (2.7) :** Mise en place de l'échantillon dans l'enceinte du four.

### 1.5. L'enrobage et polissage

L'enrobage et le polissage des échantillons métallographiques consistent à enrober l'échantillon à chaud dans une résine thermodurcissable sous pression et température contrôlées, afin de le protéger et de faciliter sa manipulation. Une fois l'échantillon enrobé et refroidi, il est codifié à l'aide d'un marquage permettant son identification Figure (2.8).



**Figure (2.8) :** L'échantillon enrobé à chaud par l'enrobeuse STRUERS

Le polissage débute ensuite par un pré-polissage avec des papiers abrasifs de 60 $\mu$ m à 1200 $\mu$ m et une finition avec une pate diamantée jusqu'à l'enlèvement de la couche superficielle et l'obtenir l'état miroir. L'échantillon est ensuite soigneusement nettoyé et séché, prêt pour une analyse microstructurale figure (2.9).



**Figure (2.9) :** Polissage de l'échantillon : 1-Prépolissage sur les papiers abrasifs 2-Finition sur une pate diamantée

## 2. TECHNIQUES DE CARACTERISATION DE LAITON

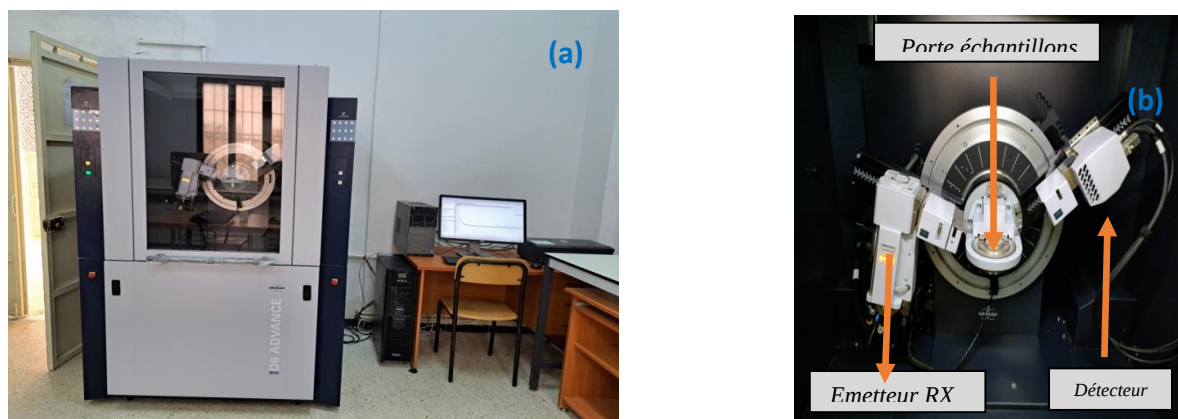
### 2.1. Analyse par diffraction de rayon X

Afin d'étudier les propriétés physiques du laiton consolidé par frittage, nous avons utilisé la diffraction des rayons X (DRX). Cette technique analytique permet d'identifier

les phases cristallines présentes dans le matériau, de déterminer leur structure cristalline, ainsi que d'évaluer la taille des cristallites et les contraintes internes induites par le processus de frittage. L'analyse DRX s'avère essentielle pour mieux comprendre l'évolution microstructurale du laiton lors de sa consolidation.

### 2.1.1. Conditions de mesure

Les mesures de DRX ont été réalisées au laboratoire de physicochimie des matériaux à l'aide d'un diffractomètre de type Bruker-D8-Advance, Figure (2.10), dans la géométrie Bragg Brentano ( $\theta$ - $2\theta$ ) avec un pas angulaire de  $2\theta = 0.02^\circ$  en utilisant le rayonnement Cu-K $\alpha$  de longueur d'onde  $\lambda_{Cu} = 0.15406$  nm et dans une plage de  $2\theta$  allant de  $10^\circ$  à  $121^\circ$ .

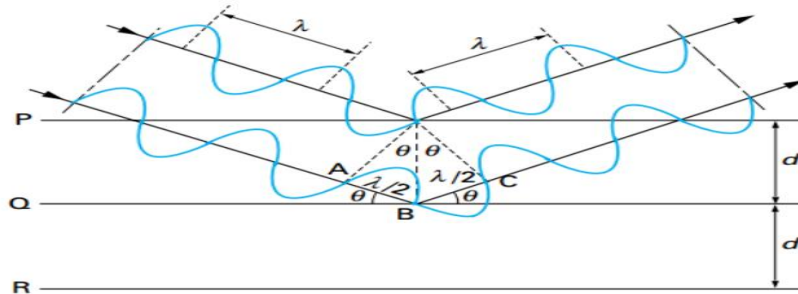


**Figure (2.10) :** (a) Photographies du diffractomètre Bruker-D8-Advance et (b) l'agrandissement de son goniomètre.

### 2.1.2. Le principe de diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X est une méthode d'analyse structurale et microstructurale utilisée pour identifier les phases cristallines présentes dans un échantillon. Les rayons X, qui sont des ondes électromagnétiques, sont dirigés vers l'échantillon où ils interagissent avec le nuage électronique des atomes, provoquant son oscillation. Cette interaction engendre l'émission d'un rayonnement secondaire, de même longueur d'onde et en phase avec le rayonnement incident, dans toutes les directions. Ce phénomène correspond à une diffusion élastique appelée diffusion Rayleigh (Broll, 1996 ; Benoît, 2016). Les rayonnements réémis par les différents atomes peuvent interférer entre eux de manière constructive (les ondes se renforcent) ou destructive (les ondes s'annulent), donnant lieu au phénomène de diffraction. Celui-ci est particulièrement observable lorsque la longueur d'onde du rayonnement est du même ordre de grandeur

que les distances entre les entités étudiées. Dans le cas présent, il s'agit des distances inter réticulaires, c'est-à-dire les distances entre deux plans atomiques dans un cristal (voir Figure 2.11), qui sont de l'ordre de l'Angström, tout comme les longueurs d'onde des rayons X (Benoît, 2016).

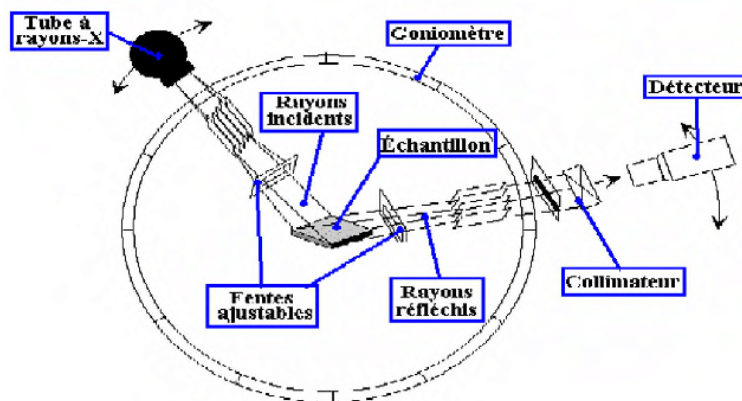


**Figure (2.11) :** Principe de la diffraction de rayons X (Benoît, 2016).

$$n \lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta_{hkl} \quad (2.1)$$

Avec  $\lambda$  : longueur d'onde du rayonnement utilisé ; h, k et l : indices entiers des plans du réseau cristallin ;  $d_{hkl}$  : distance entre deux plans d'indices h, k et l ;  $\theta_{hkl}$  : angle entre le rayon incident et la surface de l'échantillon correspondant à une interférence constructive créée par les plans (h k l) ; n : L'ordre de diffraction.

Cette étude se fait en bombardant le solide de rayons X avec un angle d'incidence variable (Figure 2.12). Le détecteur (symétrique au tube à rayons X) recevra le faisceau diffracté par une famille de plan cristallin si  $\theta$  vérifie la loi de Bragg. Chaque phase cristallisée possède une signature (diagramme de diffraction) propre à sa structure cristalline (angles de diffraction propre à chaque famille de plan). La comparaison entre les signatures de phases pures et les diffractogrammes d'un solide permet alors l'identification des phases présentes dans ce solide. Certains logiciels de traitement des données de DRX proposent une identification des phases présentes à l'aide d'une base de données et leur quantification.



**Figure (2.12) :** Schéma illustre le principe de la diffraction des rayons X (R.young ,2002).

Les pics de diffraction peuvent être identifiés en comparant avec les fiches des composés référenciés dans la base de données ou en utilisant des logiciels de calcul adaptés tel que le logiciel *MAUD* « *Matériau Analysis Using Diffraction* » utilisé dans la présente étude qui se basent sur des modèles d'affinement choisi par le chercheur selon le système étudié.

## 2.2. Affinement des diffractogrammes de rayons X :

### 2.2.1- Méthode de Rietveld :

La méthode de *Rietveld* permet d'extraire des informations à la fois structurales et microstructurales sur des matériaux cristallins. Elle implique de décrire le diagramme général y compris le bruit de fond, la forme, ainsi que la forme, la position et l'intensité des raies de diffraction associées aux différentes phases présentes. Cette méthode s'appuie sur un ajustement itératif des données expérimentales, réalisé par la technique des moindres carrés (Bekhebekh, 2012). La procédure d'affinement qui minimise la fonction est décrite dans l'équation suivante :

$$M = \sum_i W_i (Y_i - Y_{ci})^2 \quad (2.2)$$

Où :  $Y_i$  : est l'intensité mesurée au point  $i$ .

$Y_{ci}$  : est l'intensité calculée pour le point  $i$ .

$W_i$  : est un coefficient dépendant du taux de comptage ( $W_i = 1/Y_{ci}$  lors de l'affinement).

La somme est effectuée sur tous les points du diagramme, où les intensités calculées sont définies par l'équation suivante :

$$Y_{ci} = Y_{bi} + \sum_{\phi=1}^{n_{\text{phase}}} S_{\phi} \sum_{k=1}^K J_{\phi k} \cdot L_{\phi k} \cdot O_{\phi k} \cdot M_{\phi k} \cdot |F_{\phi k}|^2 \cdot \Omega_{\phi k} \quad (2.3)$$

Avec :

$Y_{bi}$  : intensité du fond continu à la position de  $\theta_i$  ;

$S$  : facteur d'échelle, proportionnel à la fraction volumique de chaque phase affinée ;

$J_k$  : facteur de multiplicité de la raie ;

$L_{pk}$  : facteur de Lorentz (incluant le facteur de polarisation pour les rayons X) ;

$O_k$  : facteur de correction décrivant l'orientation préférentielle ;

$M$  : fonction empirique de la correction du micro absorption ;

$F_{\phi k}$  : module du facteur de structure ;

$\phi_i$  : fonction d'approche du profil des pics (Lorentziens ou Gaussiens).

### 2.2.1.1. Modèle d'affinement utilisé :

En fonction des caractéristiques ciblées et du nombre de paramètres à ajuster, la complexité des calculs peut varier. Nous avons employé le programme de simulation *M.A.U.D* « *Material Analysis Using Diffraction* » pour ce faire. *M.A.U.D* symbolise l'examen matériel par diffraction. Il s'agit d'un logiciel sous Windows principalement fondé sur la technique de *Rietveld*. Ce logiciel intègre plusieurs modèles, dont le modèle isotrope connu sous le nom d « *Delf* » et le modèle anisotrope appelé « *poparule* », qui est utilisé pour les distributions des tailles de grains et micro-contraintes. Il est important de noter que ces deux paramètres sont fonction des orientations (hkl) (Lutterotti, 2000). Dans le cadre de notre recherche, nous avons opté pour le second modèle. Il est à noter que ce modèle considère l'anisotropie de la forme des cristallites en tenant compte d'une distribution de taille des cristallites et du niveau de micro-contraintes qui n'a pas été appliqué dans les travaux d'intérieur sur les objets en laiton.

### 2.2.1.2. Paramètres affinés :

Dans notre étude plusieurs paramètres structuraux, microstructuraux et mécaniques ont été affinés à savoir : les paramètres de maille, la taille des grains et le taux de microdéformations, la probabilité de présence de défauts d'empilement ainsi que le module de Young et le coefficient de Poisson.

#### a) Le paramètre de maille $a$ :

Dans les diffractogramme de rayons X, chaque pic correspond à un angle de diffraction, et correspond donc à une distance inter-plane  $d$  dans l'espace réciproque. Ces plans parallèles sont indexés par trois coordonnées ( $h$ ,  $k$ ,  $l$ ) dans l'espace défini par les axes cristallographiques. Pour les symétries cubiques, par exemple, nous pouvons ainsi calculer le paramètre de maille par :

$$a = d \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (2.4)$$

#### b) Taille des grains et du taux de microdéformations $L$ :

D'après la formule de Scherrer, on peut facilement déterminer la taille moyenne des grains à partir de :

$$< L > = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2.5)$$

Ou :

- c)  $\langle L \rangle$  Taille moyenne des cristallites
- d)  $\lambda$  : Longueur d'onde des rayons X
- e)  $\theta$  : Angle de diffraction
- f)  $k$  : Constant ( $K = 0.9$ )
- g)  $\beta$  : Largeur à mi-hauteur de pic de diffraction.

Cette formule est facile à appliquer, mais on ne tient pas compte de contraintes internes des matériaux, et donc de l'évolution de la largeur intégrale en fonction de l'angle de diffraction. Cette formule suffit donc pour un matériau complètement relaxé (Rietveld, 1969).

**c) Densité de dislocations :**

Dans les alliages déformés, l'énergie stockée offerte par les dislocations est la principale source de réactions à l'état solide telles que la récupération et la recristallisation. L'évaluation de la densité de dislocation dans les métaux et alliages joue un grand rôle dans le développement des théories de la déformation plastique. La densité de dislocation peut être mesurée par une méthode directe telle que la microscopie électronique à transmission (MET) et une méthode indirecte telle que la diffraction des rayons X (DRX). La méthode directe peut donner les informations microstructurales dans une petite zone de l'échantillon, tandis que les méthodes indirectes peuvent donner des valeurs moyennes sur une zone relativement grande exposée à l'irradiation. La méthode pour évaluer la densité de dislocation à l'aide de la diffraction des rayons X est basée sur une analyse d'élargissement des pics (Vaneela, 2017). La densité de dislocation,  $\rho$ , a été estimée à l'aide de la formule de l'équation suivante (Williamson et al, 1956, Smallman et al, 1957, Ammouchi, 2015) :

$$\rho = 2\sqrt{3} \frac{\langle \sigma^2 \rangle^{1/2}}{\langle l \rangle b} \quad (2.6)$$

**d) Probabilité de présence de défauts d'empilement :**

Pendant le processus de broyage, la poudre sera soumise à de fortes contraintes mécaniques cela crée un désordre dans les séquences d'empilement des plans cristallins provoque différents types de défauts d'empilement dont les probabilités de présence sont:  $\alpha'$ , défauts d'empilement intrinsèques,  $\alpha''$ , extrinsèques, et  $\epsilon$ , défauts de macles,. Nous avons calculé la probabilité de présence de ces type de défauts notée « SFP : Stacking Fault Probability » par la relation suivante (Brinis, 2019) :

$$SFP=1.5 (\alpha' + \alpha'') + \epsilon \quad (2.7)$$

**e) Coefficient de Poisson et module de Young (propriétés mécaniques) :**

Le module de Young quantifie la rigidité des matériaux. Il s'agit d'une propriété déterminée par le rapport contrainte/déformation et se révèle être moins tributaire de la microstructure et de la morphologie, mais plutôt influencé par la composition chimique (T. Vieira, et al 2006) Durant le processus de broyage, on a constaté que le module de Young de toutes les phases demeure stable, avec une valeur moyenne avoisinant les 200 GPa. Le rapport de Poisson (qui représente un indice négatif pour déformation croisée) est souvent positif pour les matériaux isotropes et fréquemment négatif pour ceux qui sont anisotropes (R. Goldstein,et al 2014)

E : module de Young et  $\nu$  : coefficient de Poisson

**f) Énergie stockée :**

L'énergie stockée,  $E_s$ , est déterminée à partir des différentes contributions qui induisent un élargissement des pics de diffraction pendant l'ajustement du pic en utilisant les propriétés mécaniques obtenues telles que le module E , Rapport de Poisson  $\nu$  et microdéformation  $\sigma$  ( Stibitz.,1937) :

$$E_s = \frac{3E}{2(1+\nu^2)} < \sigma^2 > \quad (2.8)$$

Où : E module de Young ;  $\nu$  coefficient de Poisson ;  $\sigma$  taux de micro-contraintes.

### 3. ESSAI DE MICRO DURETE VICKERS

#### 3.1. Principe de durezza Vickers

L'essai de durezza Vickers consiste à appliquer une charge P sur la surface du matériau pendant une durée comprise entre 10 et 15 secondes, à l'aide d'un indenteur en diamant dont la pointe est constituée d'une pyramide à base carrée (voir Figure 2.13, 2.14).

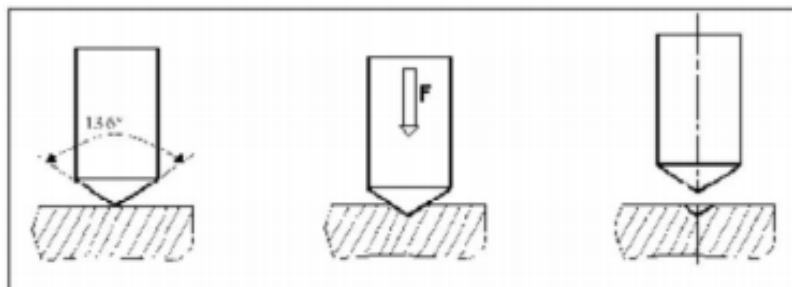
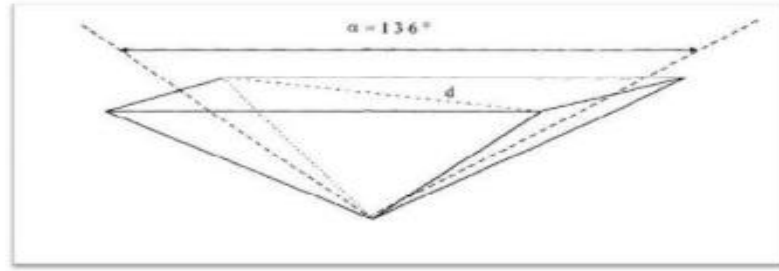


Figure (2.13) : Principe de l'indentation Vickers (Smili. ,2021)



**Figure (2.14) :** Pénétrateur de l'essai Vickers (Smili. ,2021)

La dureté Vickers est calculée à partir de la relation :

$$HV = \frac{F}{S} \quad (2.9)$$

La surface de l'empreinte est donnée par la relation :

$$S = \frac{d^2}{2 \sin(\alpha/2)} \quad (2.10)$$

En remplaçant la relation de la surface de l'empreinte dans l'équation

$$HV = \frac{0.189 F}{d^2} \quad (2.11)$$

Avec :

HV : dureté Vickers en Kgf/mm<sup>2</sup>

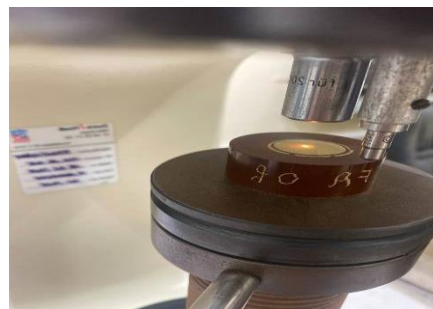
d : diagonale de l'empreinte en millimètres

$\alpha$ : angle au sommet du pénétrateur : 136°.

F: charge d'essai en kilogramme-force

### 3.2. Mode opératoire :

Les mesures de micro dureté ont été réalisées au niveau du *laboratoire central qualité Sider el Hadjar*. Après la préparation de l'échantillon (polissage..), un nettoyage ultrasonique a été effectué pour assurer la propreté de surface .La microdureté a été réalisée par un microduromètre de la marque WOLPERT (figure 2.15).



**Figure (2.15) :** Microduromètre de marque WOLPERT.

Le pénétrateur de forme pyramide de base carrée est appliqué sur la surface de l'échantillon à tester avec une charge d'essai et une durée, puis une mesure optique de 4 diagonales (pour chaque échantillon) permanentes laissée par le pénétrateur du microduromètre. La dureté Vickers est déterminée alors par l'expression (2.11).

#### **4. Observation par microscope optique :**

La dernière étape de notre protocole consiste en une observation par microscope optique. Cette technique permet d'examiner la microstructure de l'échantillon préparé, en révélant les caractéristiques morphologiques telles que la taille, la forme et la distribution des grains ou des phases présentes. Grâce au microscope optique figure (2.16), il est possible d'identifier les défauts, les inclusions et les éventuelles modifications structurales induites par les traitements antérieurs.



**Figure (2.16) :** *microscope optique de laboratoire central qualité Sider el Hadjar de marque AmScope.*

#### **5. Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons présenté les techniques expérimentales utilisées pour l'élaboration des poudres de laiton Cu70Zn30, en mettant l'accent sur la technique de broyage mécanique, ses principes et ses paramètres de contrôle. Les conditions d'élaboration ont été clairement définies, incluant le compactage et le frittage, afin de garantir une reproductibilité des résultats. Pour caractériser les poudres obtenues, nous avons introduit la diffraction des rayons X (DRX) comme technique principale d'analyse structurale, complétée par la méthode de Rietveld pour l'affinement des diffractogrammes à l'aide du logiciel MAUD. Enfin, l'essai de micro dureté Vickers et l'observation par microscope optique ont été présentés comme des outils essentiels pour l'évaluation des propriétés mécaniques et microstructurales des échantillons.

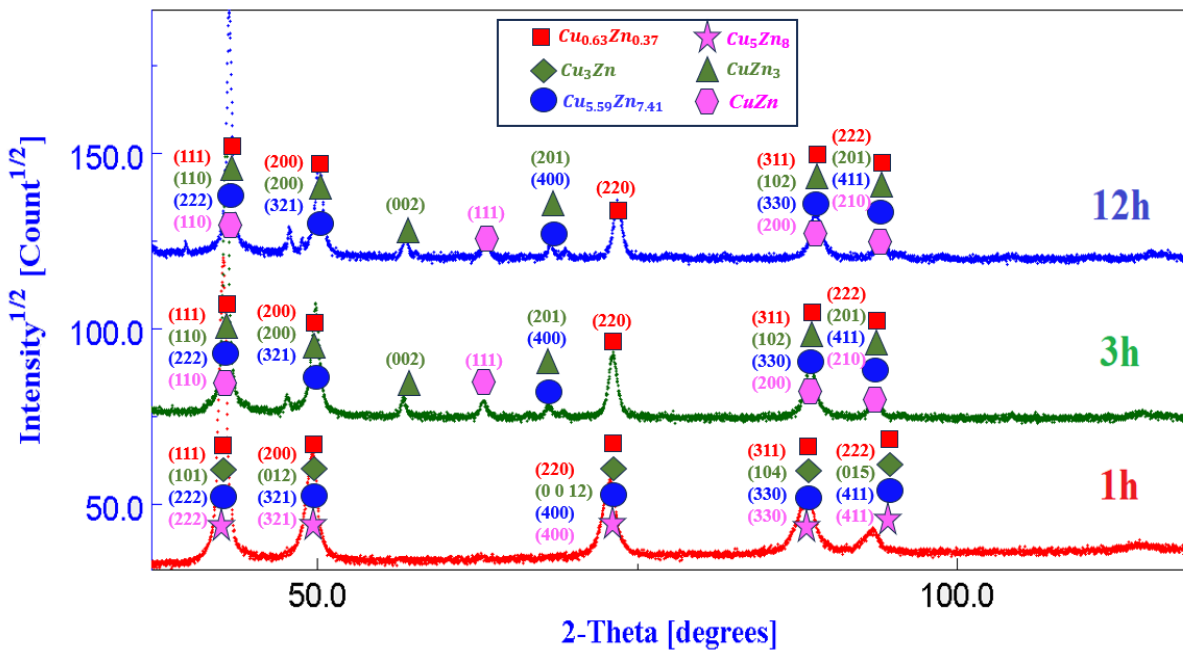
## ***Chapitre III : Résultats et discussions***

« ce chapitre porte principalement sur l'évolution des phases cristallines, des paramètres de maille, de la taille moyenne des grains, des taux de micro contraintes, ainsi que des proportions relatives des phases, en fonction du temps de broyage mécanique. Ces données permettent de mieux comprendre les mécanismes de transformation structurale induits par le broyage à haute énergie. L'analyse est complétée par des observations micrographiques, une évaluation des propriétés mécaniques (micro dureté, module d'élasticité, coefficient de Poisson) et des estimations de l'énergie stockée, de la densité de dislocations et des défauts cristallins. Les résultats présentés apportent des informations précieuses sur le comportement structurel et mécanique de cet alliage dans des conditions de mise en forme par broyage mécanique suivi de frittage »

## 1. ÉTUDE DES PROPRIÉTÉS STRUCTURALES

### 1.1. Étude des diffractogrammes de rayons

La diffraction des rayons X a été utilisée pour suivre l'évolution structurale de l'alliage  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  (mass. %) en fonction du temps de broyage, la figure (3.1) montre la superposition des spectres de diffraction des poudres qui ont été broyées pendant 1, 3 et 12 heures. Au premier abord, les spectres de DRX des échantillons analysés présentent une apparente similarité. Ils résultent d'une superposition de plusieurs sous-spectres, chacun caractérisé par des pics de forme lorentzienne. Après différents temps de broyage (1h, 3h et 12h), On observe notamment la disparition du pic à  $2\theta \approx 91,2^\circ$  clairement présent après 1h de broyage, mais absent aux temps 3h et 12h, Ce pic est attribué à la phase  $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$ .



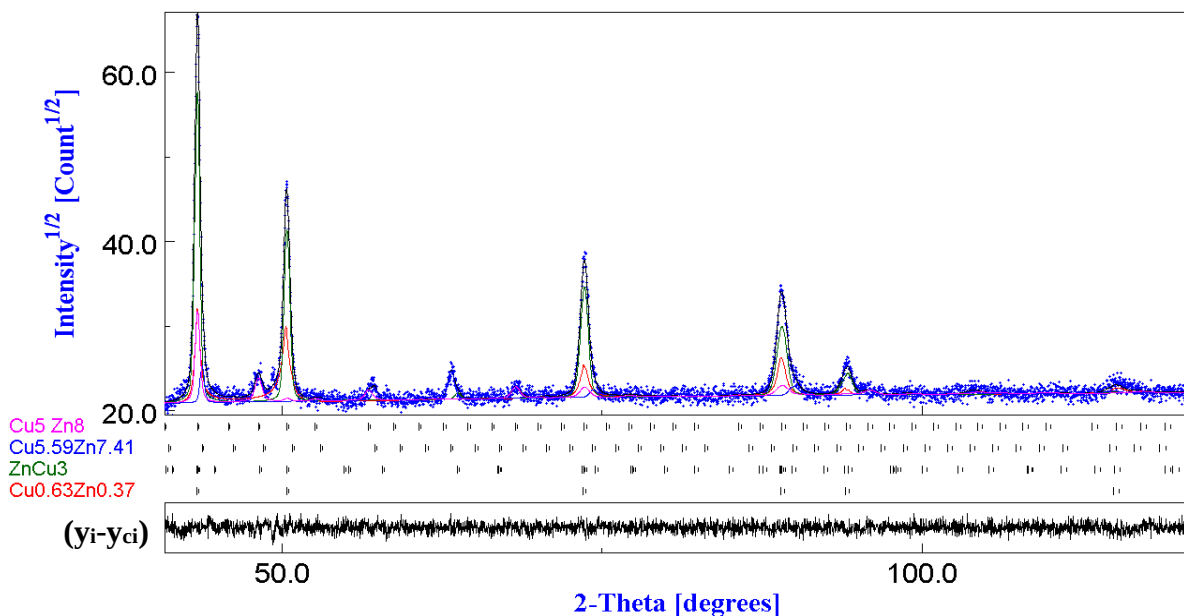
**Figure (3.1) :** Évolution des diffractogrammes de rayons X du mélange  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  (mass. %) en fonction du temps de broyage.

De même, le pic situé à  $2\theta \approx 39,5^\circ$  et  $\approx 50^\circ$  visible uniquement dans 1h, disparaît complètement après des temps de broyage plus longs (3h, 12h) et pourrait être associé aux phases  $\text{Cu}_3\text{Zn}$  l'inverse, certains pics apparaissent uniquement après 3h et 12h. Le pic à  $2\theta \approx 58^\circ$ , inexistant à 1h, devient visible à 3h et plus intense à 12h, ce qui indique la formation de la phase  $\text{CuZn}_3$  (002), Un autre pic significatif émerge également à  $2\theta \approx 69,1^\circ$ , associé à la phase  $\text{CuZn}_3$  (201), observable uniquement après 3h et 12h de broyage, et aussi l'apparition d'un pic à  $2\theta \approx 64^\circ$  associé à la phase  $\text{CuZn}$ , et devient visible à 3h et 12h. Par ailleurs, les

pics associés à la phase  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$  sont présents dans tous les spectres, mais leur intensité augmente progressivement avec le temps.

### 1.2. Diffractogramme de rayons X du $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$ (mass. %) broyé pendant 1 h

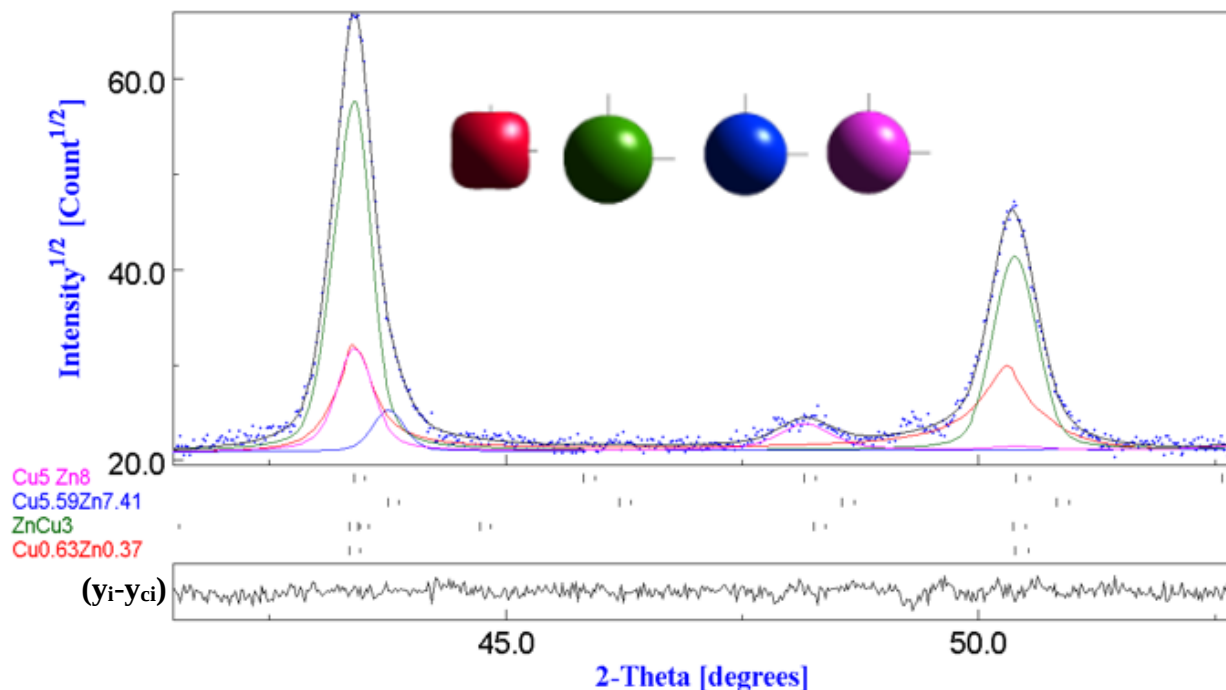
La figure (3.2) montre l'affinement Rietveld du spectre de diffraction de rayons X du mélange de poudres  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  (mass. %) broyées pendant 1 h. Le meilleur modèle d'affinement du spectre de DRX a été obtenu avec une composante de quatre phases des différentes structures. Pour la première phase  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$  de structure cubique à face centrée, et la phase  $\text{Cu}_3\text{Zn}$  de structure Trigonal, et pour les phases  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$  et  $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$  de structure cubique complexe. Le modèle utilisé est totalement anisotrope, avec une distribution des tailles de grains et des taux de microcontraintes, pour les quatre phases.



**Figure (3.2) :** Affinement Rietveld du diffractogramme de rayons X du mélange de poudres  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  (mass. %) broyé pendant 1 h. ( $\text{sig} = 1.0469146$ ,  $R_w (\%) = 4.4861903$ ,  $R_{wnb} (\%, \text{no bkg}) = 3.0829601$ ,  $R_b (\%) = 3.5130162$ ,  $R_{exp} (\%) = 4.2851543$ )

Pour plus de précisions, la figure (3.3) présente un agrandissement des pics les plus intenses et les formes simulées des grains qui résultent de l'affinement avec le modèle cité. D'une part, les souspectres des phases exhibent diverses formes (lorentziennes et/ou gaussiennes), selon le degré de désordre et la dimension des grains, Ainsi on observe la phase  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{7.41}$  est désordonnée par rapport les autres phases, et aussi la phase  $\text{Cu}_3\text{Zn}$  nous remarquons un léger changement dans sa structure sphérique résultat direct des microcontraintes internes générées pendant le broyage. Ces contraintes provoquent des

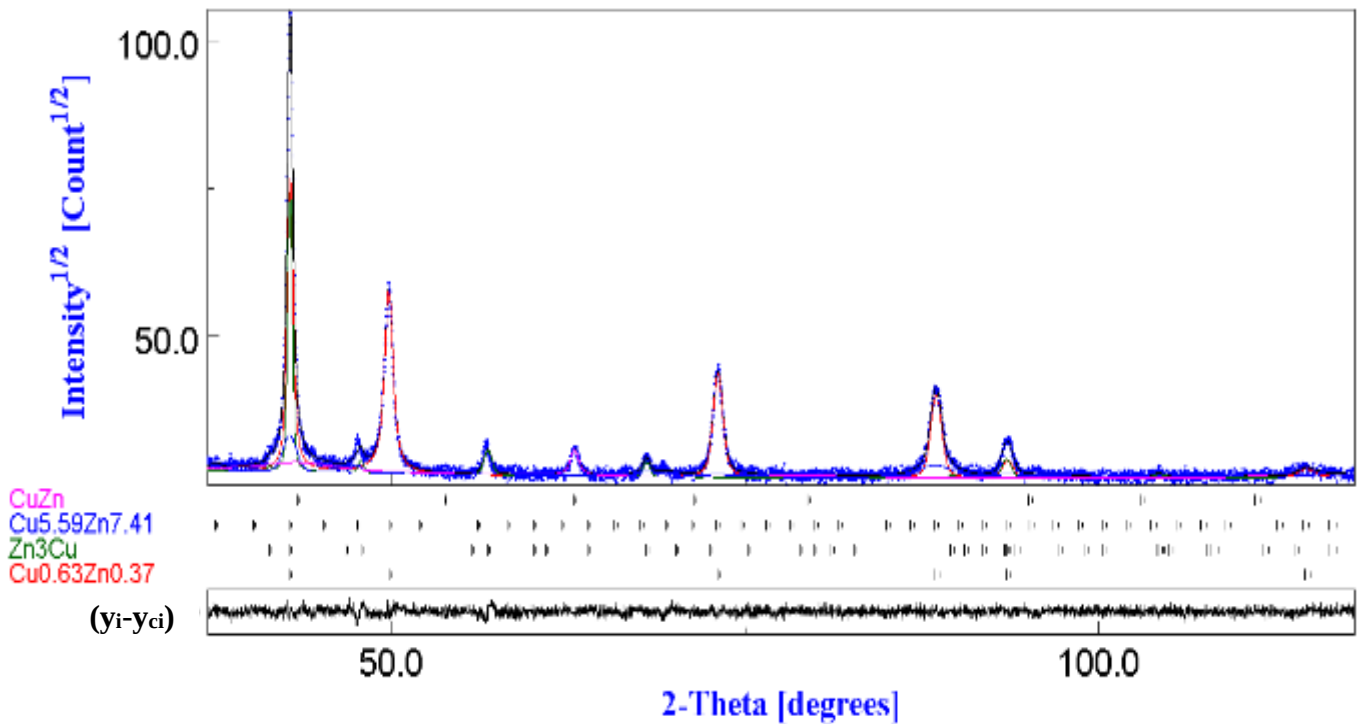
distorsions dans différentes directions, affectant ainsi l'homogénéité des grains, on observe aussi les phases  $\text{ZnCu}_3$  et  $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$  dominant en intensité, traduisant leur forte proportion dans l'échantillon. À ce stade, les distorsions cristallines restent faibles et l'état structural relativement homogène.



**Figure (3.3) :** Représentation des sous spectres des phases, présentes dans le mélange de poudres  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  (mass. %) broyées pendant 1 h, et leurs formes de grains.

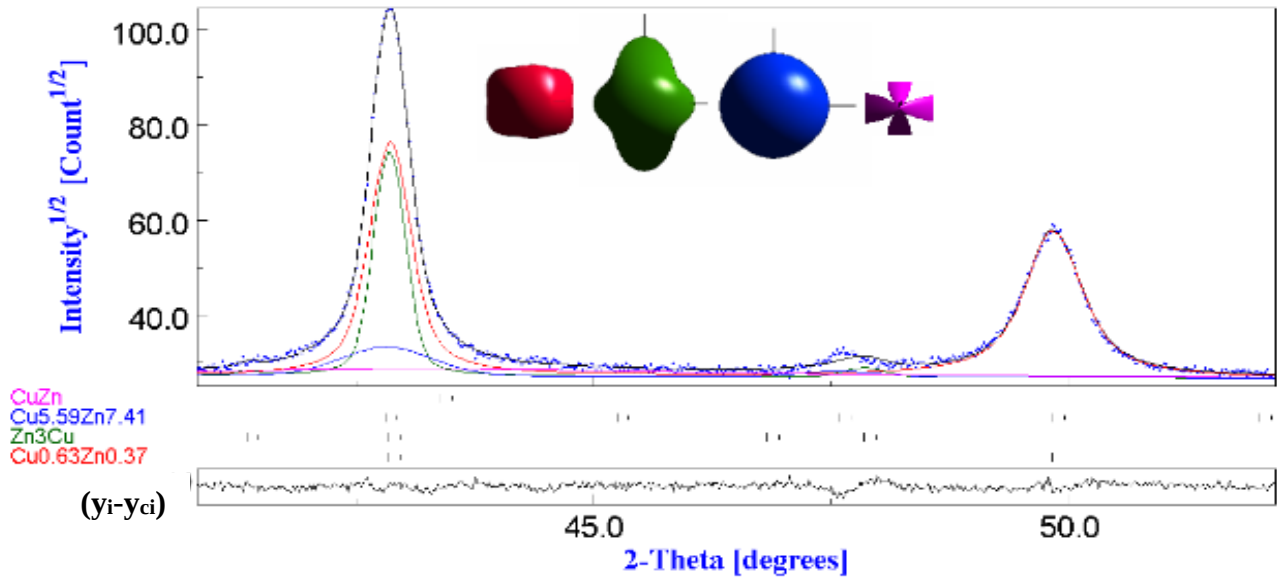
### 1.3. Diffractogramme de rayons X du $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$ (mass. %) broyé pendant 3 h

La figure (3.4) montre le diffractogramme de rayons X du mélange  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  (mass. %) broyé pendant 3 h. Le meilleur affinement Rietveld du spectre a été obtenu en présence des deux même phases que dans le spectre précédent, à savoir  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$  et  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$ , en plus de deux nouvelles phases : la phase  $\text{CuZn}$  de structure Cubic centré et la phase  $\text{CuZn}_3$  de structure Hexagonale. Ces nouvelles phases sont apparues à la suite de la décomposition de  $\alpha\text{-Cu}_3\text{Zn}$  et  $\gamma\text{-Cu}_5\text{Zn}_8$  ( $\alpha\text{-Cu}_3\text{Zn} \rightarrow \beta\text{-CuZn} + \alpha\text{-Cu}_{124}\text{Zn}$  et  $\gamma\text{-Cu}_5\text{Zn}_8 \rightarrow \beta\text{-CuZn} + \varepsilon\text{-CuZn}_3$ ), selon le même modèle. L'intensité du pic principal a augmenté en raison de l'augmentation des proportions des phases formées.



**Figure (3.4) :** Affinement Rietveld du diffractogramme de rayons X du mélange de poudres Cu70Zn30 (mass. %) broyé pendant 3 h (sig= 1.116372, R<sub>w</sub> (%) = 3.798379, R<sub>wnb</sub> (%), no bkg) = 2.6384878, R<sub>b</sub> (%) = 2.9753351, R<sub>exp</sub> (%) = 3.4024312

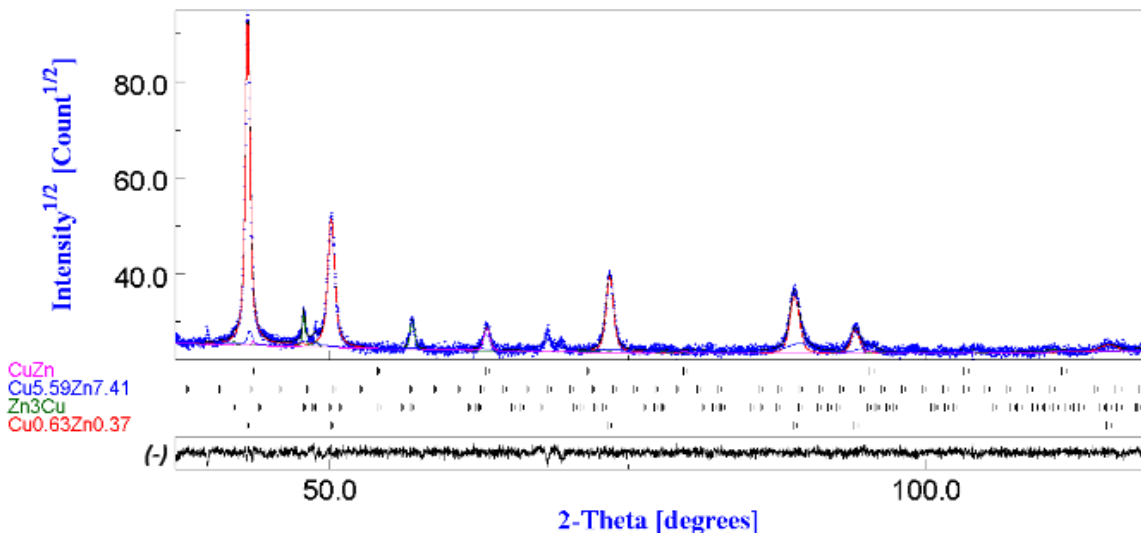
Pour plus de précisions, la figure (3.5) présente un agrandissement des pics les plus intenses et les formes simulées des grains qui résultent de l'affinement avec le modèle cité. D'une part on observe l'apparition des nouvelles phases qui sont CuZn<sub>3</sub> et CuZn en parallèle, la disparition de ZnCu<sub>3</sub> et Cu<sub>5</sub>Zn<sub>8</sub> notamment pour la phase Cu<sub>0.63</sub>Zn<sub>0.37</sub>, témoignant d'une augmentation des contraintes internes et des distorsions du réseau. L'intensité de la phase Cu<sub>5.59</sub>Zn<sub>0.41</sub> augmente visiblement au détriment des autres phases, Ainsi la phase CuZn est plus désordonnée avec probablement des tailles de grains plus faible vu la forme gaussienne de son pic. L'analyse des grains des phases anisotropes montre la présence d'un taux élevé de microcontraintes, provoquant la déformation des grains dans différentes directions, partant d'une forme sphérique jusqu'à celle présentée sur la figure (3.3) on observe aussi une déformation de la phase Zn<sub>3</sub>Cu. Ces déformations anisotropes résultent de la technique de broyage mécanique à haute énergie, qui introduit des déformations de différents types.



**Figure (3.5) :** Représentation des sous spectres des phases, présentes dans le mélange de poudres  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  (mass. %) broyées pendant 3 h, et leurs formes de grains.

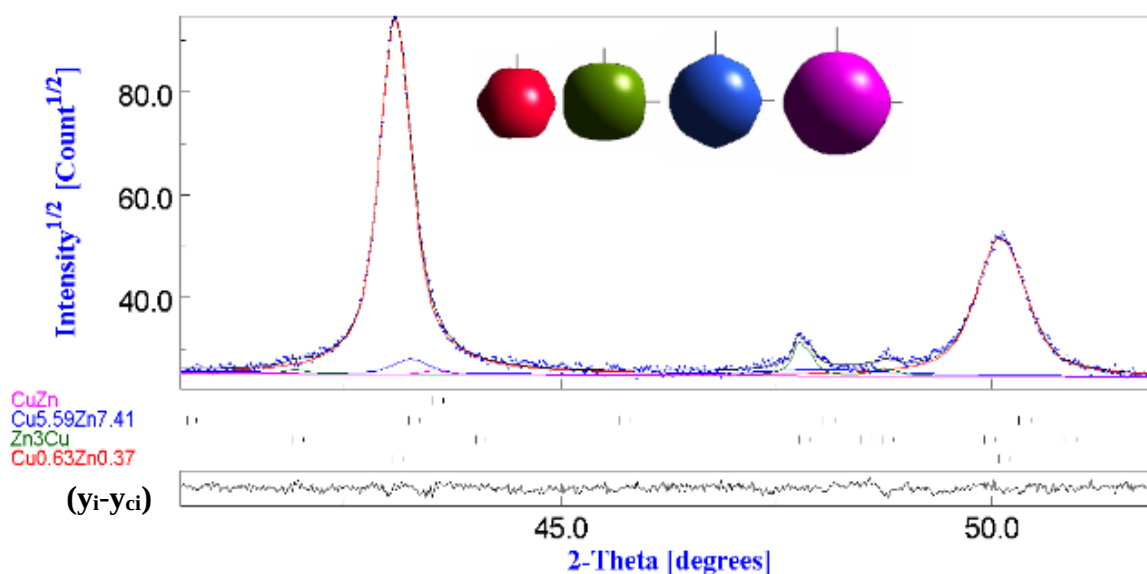
#### 1.4. Diffractogramme de rayons X du $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$ (mass %) broyé pendant 12 h

La figure (3.6) montre le diffractogramme de rayons X du mélange  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  (mass. %) broyé pendant 12h. Le meilleur affinement Rietveld du spectre a été obtenu par la même composante phasique que dans le spectre précédent (3h) ( $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$ ,  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$ ,  $\text{Zn}_3\text{Cu}$ ,  $\text{CuZn}$ ) et avec le même modèle, et l'intensité du pic principal à diminuer cette diminution en intensité reflète sûrement la diminution de la somme des proportions de ses phases.



**Figure (3.6) :** Affinement Rietveld du diffractogramme de rayons X du mélange de poudres  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  (mass. %) broyé pendant 12 h (  $\text{sig} = 1.1427821$ ,  $R_w (\%) = 4.309488$ ,  $R_{wnb} (\%, \text{no bkg}) = 2.874884$ ,  $R_b (\%) = 3.3296278$ ,  $R_{exp} (\%) = 3.7710493$ ).

Pour plus de précisions, la figure (3.7) présente un agrandissement des pics les plus intenses et les formes simulées des grains qui résultent de l'affinement avec le modèle cité. D'une part les formes cristallines simulées indiquent une transition progressive vers des géométries plus anisotropes et irrégulières, notamment pour les phases  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$  et  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$ . Cette évolution est le signe d'un début de déformation des grains, induite par l'effet cumulé du broyage mécanique. Cette déformation structurelle peut être attribuée à l'accumulation d'énergie dans le réseau cristallin, générant des défauts internes tels que les dislocations, et perturbant ainsi la symétrie initiale des cristallites. Par ailleurs, l'analyse spectrale montre une répartition relativement équilibrée des intensités, ce qui suggère que plusieurs phases coexistent, mais avec des contributions cristallographiques légèrement modifiées par rapport à la phase initiale.



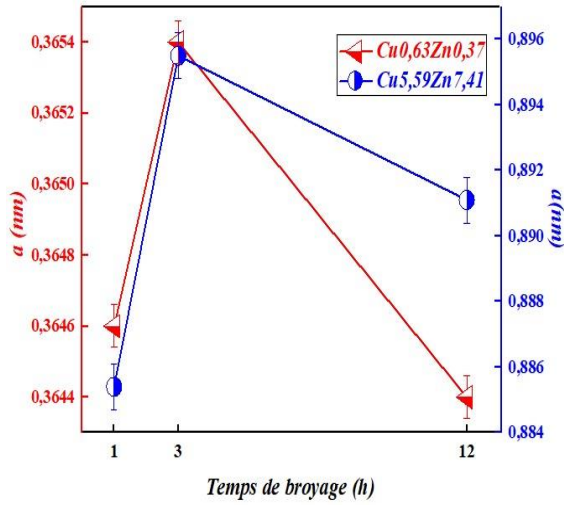
**Figure (3.7) :** Représentation des sous spectres des phases, présentes dans le mélange de poudres  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  (mass. %) broyées pendant 12 h, et leurs formes de grains.

## 2. ETUDE DES PROPRIETES STRUCTURALES ET MICROSTRUCTURALES

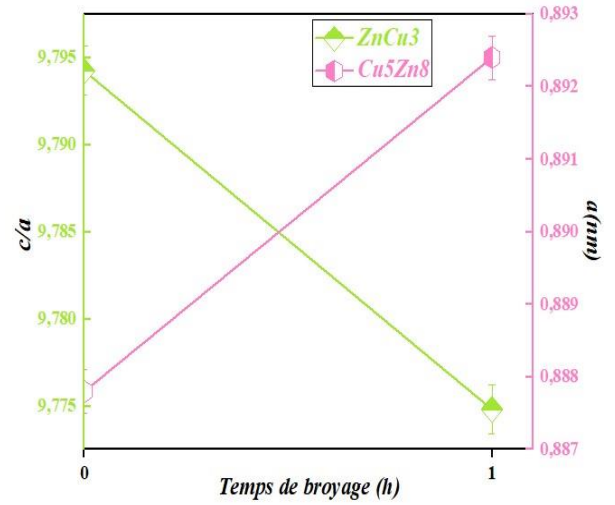
### 2.1. Effet du broyage sur le paramètre de maille

L'ajustement des pics de diffraction avec le logiciel MAUD nous a permis d'étudier l'évolutions des paramètres de maille, en fonction du temps de broyage. Cette évolution est traitée à l'aide du logiciel Origin version 2025. L'évolution du paramètre de maille « a » des phases  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$ ,  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$ ,  $\text{Cu}_3\text{Zn}$ ,  $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$ ,  $\text{CuZn}$  et  $\text{CuZn}_3$  en fonction de temps de

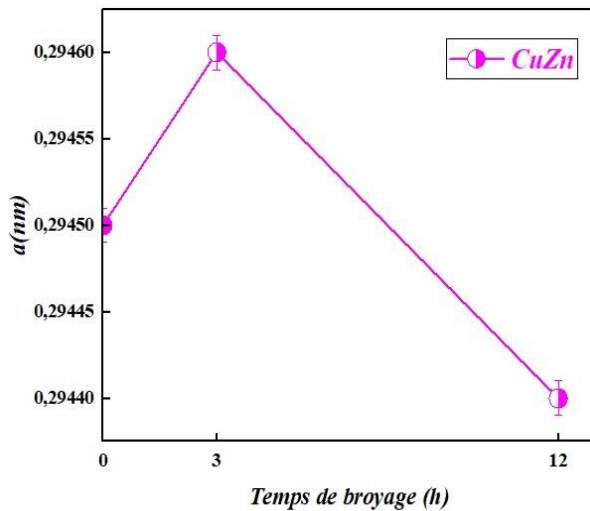
broyage pour l'alliage  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  (mass. %) fritté est présentée dans les figures (3.8,3.9,3.10,3.11).



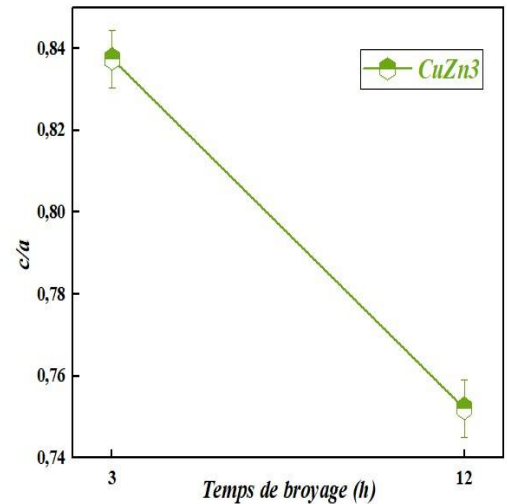
**Figure (3.8) :** Évolution du paramètre de maille «a» de la structure du  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$  et  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$  en fonction du temps de



**Figure (3.9) :** Évolution du paramètre de maille «a» et «c» de la structure du  $\text{Cu}_3\text{Zn}$  et «a» pour la structure  $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$  en fonction du temps de broyage (h).



**Figure (3.10) :** Évolution du paramètre de maille «a» de la structure du  $\text{CuZn}$  en fonction du temps de broyage(h).



**Figure (3.11) :** Évolution du paramètre de maille a et c de la structure du  $\text{CuZn}_3$  en fonction du temps de broyage(h).

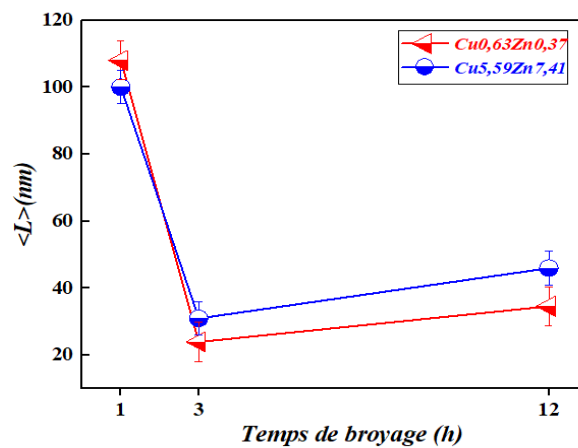
On observe une augmentation significative des deux paramètres pour les phases  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$  et  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$  jusqu'à 3 heures de broyage, suggérant un effet d'homogénéisation ou de relaxation des contraintes internes. Au-delà de 3 heures, une diminution est observée, probablement due à l'intensification des défauts cristallins, de la déformation plastique ou à une réduction de la taille des grains. Pour la phase  $\text{ZnCu}_3$ , le rapport c/a diminue avec le broyage, ce qui suggère une distorsion ou une contraction de la maille cristalline. En

revanche, pour  $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$ , le paramètre  $a$  augmente, traduisant peut-être une augmentation du désordre atomique ou de la diffusion. Cette évolution inverse des deux paramètres traduit l'effet du broyage mécanique sur la structure cristalline, indiquant une réorganisation ou une transformation de phase induite mécaniquement.

Pour la phase  $\text{CuZn}$ , le paramètre de maille  $a$  augmente après 3 heures de broyage, traduisant probablement une relaxation des contraintes internes ou l'introduction de défauts cristallins, puis diminue après 12 heures, suggérant une densification, une réorganisation structurale ou une amorphisation partielle de la structure. Concernant la phase  $\text{CuZn}_3$ , le rapport  $c/a$  diminue de continue avec le temps de broyage, indiquant une distorsion de la maille hexagonale causée par l'accumulation de défauts, des déformation plastique ou une possible transition de phase.

## 2.2. Tailles des grains $\langle L \rangle$

La figure (3.12) présente l'évolution de la taille moyenne des cristallites,  $\langle L \rangle$ , en fonction du temps de broyage.



**Figure (3.12) :** Évolution de la taille moyenne des grains, des structures  $\text{Cu}_{0,63}\text{Zn}_{0,37}$  et  $\text{Cu}_{5,59}\text{Zn}_{7,41}$  en fonction du temps de broyage (h).

On observe que la taille moyenne des grains diminue fortement entre 1h et 3h de broyage pour les deux phases  $\text{Cu}_{0,63}\text{Zn}_{0,37}$  et  $\text{Cu}_{5,59}\text{Zn}_{7,41}$ , traduisant une fragmentation intense des grains sous l'effet des chocs mécaniques. Au-delà de 3h, la taille des grains tend à se stabiliser, voire à légèrement augmenter, ce qui peut être attribué à une saturation des défauts ou à un début de recristallisation dynamique.

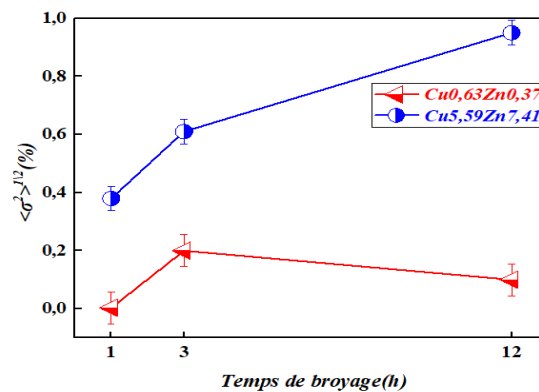
**Tableau (3.1) :** Évolution de la taille moyenne des grains, des structures CuZn , CuZn<sub>3</sub>, Cu<sub>3</sub>Zn et Cu<sub>5</sub>Zn<sub>8</sub> en fonction du temps de broyage (h).

| $\langle L \rangle$ (nm)<br>Phase | Temps de broyage (h) |    |      |
|-----------------------------------|----------------------|----|------|
|                                   | 1                    | 3  | 12   |
| CuZn <sub>3</sub>                 | /                    | 31 | 38   |
| CuZn                              | /                    | 9  | 54.5 |
| Cu <sub>3</sub> Zn                | 115                  | /  | /    |
| Cu <sub>5</sub> Zn <sub>8</sub>   | 103                  | /  | /    |

Le tableau (3.1) indique la taille moyenne des grains pour des temps de broyage 3 et 12 heures, pour les phases CuZn et CuZn<sub>3</sub> et 1 heures de broyage pour les phases Cu<sub>3</sub>Zn et Cu<sub>5</sub>Zn<sub>8</sub>. Les phases Cu<sub>3</sub>Zn et Cu<sub>5</sub>Zn<sub>8</sub>, initialement présentes avec des tailles de grains respectives de 115 nm et 103 nm à 1h, disparaissent dès 3h de broyage, indiquant leur instabilité sous contrainte mécanique. En revanche, de nouvelles phases, CuZn et CuZn<sub>3</sub>, apparaissent à 3h avec de très fines tailles de grains (31 nm et 9nm), témoignant de la formation de structures nanocristallines. Avec un broyage prolongé jusqu'à 12h, ces phases voient leur taille de grain augmenter ce qui suggère une croissance granulaire due à des phénomènes comme la recristallisation dynamique. Ainsi, le broyage provoque d'abord une fragmentation des grains, suivie d'une réorganisation structurale à l'échelle nanométrique.

### 2.3. Taux de microcontraintes

L'évolution des taux de microcontraintes,  $\langle \sigma^2 \rangle^{1/2}$ , en fonction du temps de broyage pour les phases, Cu<sub>0.63</sub>Zn<sub>0.37</sub> et Cu<sub>5.59</sub>Zn<sub>7.41</sub>, d'alliages Cu<sub>70</sub>Zn<sub>30</sub> fritté sont présentées dans la figure (3.13).



**Figure (3.13) :** Évolution du taux de microcontraintes, des structures Cu<sub>0.63</sub>Zn<sub>0.37</sub> et Cu<sub>5.59</sub>Zn<sub>7.41</sub> en fonction du temps de broyage (h).

On observe que la phase  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$  présente une augmentation initiale des microcontraintes entre 1h et 3h, suivie d'une diminution à 12h, ce qui suggère une accumulation initiale de défauts cristallins puis un relâchement des contraintes internes par des mécanismes tels que la recristallisation ou la réorganisation des dislocations. En revanche, la phase  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$  montre une augmentation continue des microcontraintes avec le temps, indiquant une accumulation progressive de défauts sans relâchement significatif, probablement en raison d'une structure plus fragile ou moins stable mécaniquement liée à sa richesse en zinc.

**Tableau (3.2) :** Évolution du taux de microcontraintes, des structures  $\text{CuZn}_3$ ,  $\text{CuZn}$ ,  $\text{Cu}_3\text{Zn}$  et  $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$  en fonction du temps de broyage (h).

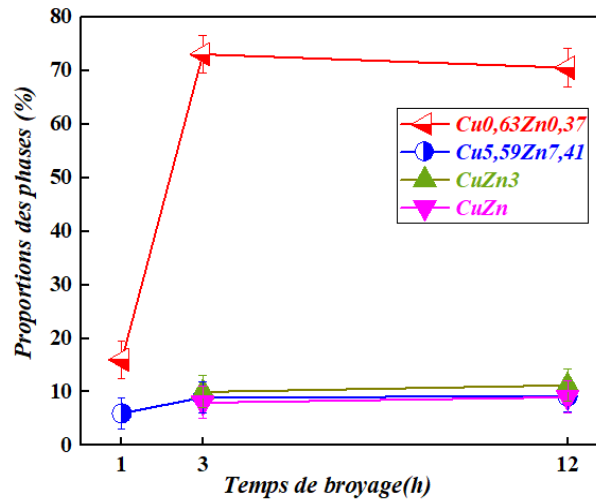
| Phase \ $\langle \sigma^2 \rangle^{1/2}(\%)$ | Temps de broyage (h) |      |      |
|----------------------------------------------|----------------------|------|------|
|                                              | 1                    | 3    | 12   |
| <b>CuZn3</b>                                 | /                    | 0.32 | 0.97 |
| <b>CuZn</b>                                  | /                    | 0.09 | 0.22 |
| <b>Cu3Zn</b>                                 | 0.43                 | /    | /    |
| <b>Cu5Zn8</b>                                | 0.38                 | /    | /    |

Le tableau (3.2) montre l'évolution du taux de microcontraintes dans les phases  $\text{CuZn}_3$ ,  $\text{CuZn}$ ,  $\text{Cu}_3\text{Zn}$  et  $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$  en fonction du temps de broyage. Les phases initiales  $\text{Cu}_3\text{Zn}$  et  $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$  présentent des microcontraintes élevées dès 1 h (0,43 % et 0,38 % respectivement), mais disparaissent rapidement, probablement en raison de leur transformation en phases plus stables. À partir de 3 h, seules  $\text{CuZn}$  et  $\text{CuZn}_3$  subsistent, avec une augmentation progressive des contraintes, plus marquée pour  $\text{CuZn}_3$  (0,32 % à 0,97 %), signe d'une accumulation de défauts cristallins (dislocations, déformation plastique) liée à la structure plus rigide de cette phase.  $\text{CuZn}$ , plus accommodante, montre une hausse plus modérée (0,09 % à 0,22 %). Cette évolution traduit un processus classique de broyage mécanique où les phases instables disparaissent au profit de structures plus stables mais fortement contraintes, conduisant à un durcissement important de l'alliage.

## 2.4. Proportions de phases

La proportion relative de chaque phase formée du mélange de poudre  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  broyées pendant 1, 3 et 12 h de broyage, est déduite grâce à l'analyse des diffractogrammes des rayons

X par la méthode *Rietveld*. La figure (3.14) montre l'évolution des proportions de phases  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$ ,  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$ ,  $\text{CuZn}_3$  et  $\text{CuZn}$  en fonction de temps de Broyage.

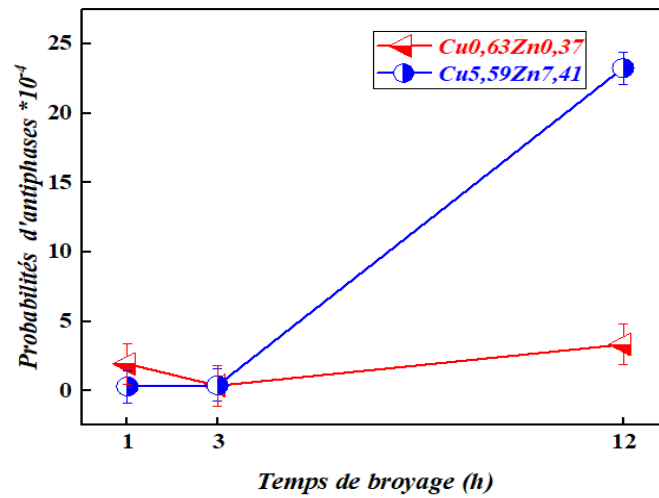


**Figure (3.14) :** Évolution des proportions de phases des phases  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$  et  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$  et  $\text{CuZn}_3$ ,  $\text{CuZn}$  en fonction du temps de broyage (h).

On observe que la phase  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$  évolue rapidement avec le temps de broyage, sa proportion passant d'environ 16 % après 1 h à plus de 73 % après 3 h, puis restant presque stable jusqu'à 12 h. Cela indique qu'il s'agit de la phase la plus stable du système sous l'effet du broyage mécanique. La phase  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$ , quant à elle, est présente dès le début (à 1 h) avec une proportion d'environ 6% et reste relativement constante, ce qui suggère qu'elle constitue une phase secondaire stable. En revanche, les phases  $\text{CuZn}_3$  et  $\text{CuZn}$  n'apparaissent qu'à partir de 3 h, avec des proportions de 10 % pour  $\text{CuZn}_3$  et 8% pour  $\text{CuZn}$ , et restent stables jusqu'à la fin. Ce comportement reflète des transformations structurales retardées dues aux déformations accumulées. L'ensemble du système évolue ainsi vers une structure plus stable dominée par la phase  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$ , tandis que les autres phases se stabilisent sous forme de produits secondaires.

## 2.5. Probabilité de présence d'antiphases

La figure (3.15) présente la variation des probabilités d'antiphase des structures  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$  et  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$  en fonction du temps de broyage



**Figure (3.15) :** Variation des probabilités de présence d'antiphases  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$  et  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$  en fonction du temps de broyage(h).

Pour la phase  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$  à 1h de broyage, la probabilité est d'environ  $1.934210 \times 10^{-4}$  et à 3h elle diminue à environ  $0.3645 \times 10^{-4}$  et dans 12h elle augmente légèrement pour atteindre environ  $3.334 \times 10^{-4}$  pour la diminution initiale peut être liée à une réorganisation structurale réduisant les défauts de type antiphase. et pour l'augmentation après 12h peut être due à une accumulation de défauts cristallins induits par le broyage prolongé. Pour la phase  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$  à 1h la probabilité est très faible  $0.3022331 \times 10^{-4}$  dans 3h elle reste faible  $0.3874 \times 10^{-4}$ . Mais à 12h elle augmente fortement jusqu'à  $23.257 \times 10^{-4}$  donc l'alliage est initialement bien ordonné, avec peu de zones d'antiphase. Le broyage prolongé (12h) introduit un fort désordre structural, provoquant une nette augmentation des probabilités d'antiphases.

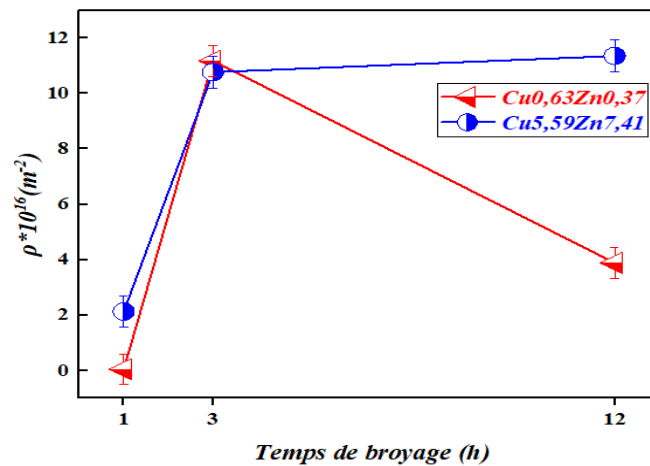
**Tableau (3.3) :** Variation des probabilités de présence d'antiphases pour les phases  $\text{CuZn}_3$ ,  $\text{CuZn}$ ,  $\text{Cu}_3\text{Zn}$  et  $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$  en fonction du temps de broyage (h).

| Phase \ Probabilité d'antiphases* $10^{-4}$ | Temps de broyage (h) |        |        |
|---------------------------------------------|----------------------|--------|--------|
|                                             | 1                    | 3      | 12     |
| <b>CuZn<sub>3</sub></b>                     | /                    | 0.2572 | 21.752 |
| <b>CuZn</b>                                 | /                    | 0.4031 | 3.2151 |
| <b>Cu<sub>3</sub>Zn</b>                     | 1.9342               | /      | /      |
| <b>Cu<sub>5</sub>Zn<sub>8</sub></b>         | 1.9342               | /      | /      |

Le tableau (3.3) montre l'évolution des probabilités de présence d'antiphases pour différentes phases  $\text{CuZn}_3$ ,  $\text{CuZn}$ ,  $\text{Cu}_3\text{Zn}$  et  $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$  en fonction du temps de broyage. On observe que les phases  $\text{Cu}_3\text{Zn}$  et  $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$  présentent initialement (à 1 h) des probabilités d'antiphases significatives ( $1.9342 \times 10^{-4}$ ), mais disparaissent après cette durée, indiquant leur transformation ou disparition sous l'effet du broyage prolongé. En revanche, les phases  $\text{CuZn}_3$  et  $\text{CuZn}$ , absentes ou quasi nulles au début, émergent et voient leurs probabilités d'antiphases augmenter nettement avec le temps, notamment à 12 h, atteignant respectivement  $21.752 \times 10^{-4}$  et  $3.2151 \times 10^{-4}$ . Cela suggère que le broyage induit une réorganisation structurale favorisant la formation de ces nouvelles phases désordonnées.

## 2.6. Densité de dislocations

La figure (3.16) montre la variation de la densité de dislocation des phases  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$ ,  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$  en fonction du temps de broyage.



**Figure (3.16) :** Variation de la densité de dislocation des phases  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$ ,  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$  en fonction du temps de broyage(h).

Pour la phase  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$  présente une augmentation significative de la densité de dislocation atteignant un maximum à 3h de broyage, puis elle diminue. Cette augmentation peut être attribuée à une intense déformation plastique et à l'accumulation des défauts cristallins qui augmentent les dislocations. La diminution après 3 h pourrait indiquer une dynamique de récupération où certaines dislocations sont annihilées ou réorganisées. On observe aussi La densité de dislocation de la phase  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$  augmente de manière significative, atteignant  $11.35389 \times 10^{16}(\text{m}^{-2})$  à 12h.

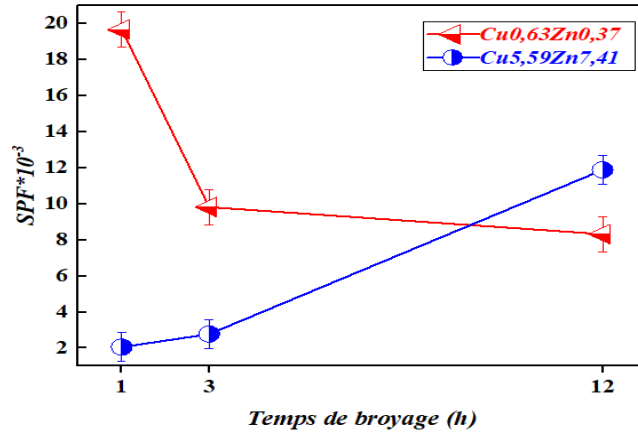
**Tableau (3.4) :** Variation de la densité de dislocation des phases CuZn<sub>3</sub>, CuZn, Cu<sub>3</sub>Zn et Cu<sub>5</sub>Zn<sub>8</sub> en fonction du temps de broyage(h).

| Phase \ $\rho * 10^{16} (m^{-2})$   | Temps de broyage (h) |         |         |
|-------------------------------------|----------------------|---------|---------|
|                                     | 1                    | 3       | 12      |
| <b>CuZn<sub>3</sub></b>             | /                    | 2.3777  | 16.1361 |
| <b>CuZn</b>                         | /                    | 13.5777 | 5.4846  |
| <b>Cu<sub>3</sub>Zn</b>             | 5.0718               | /       | /       |
| <b>Cu<sub>5</sub>Zn<sub>8</sub></b> | 2.0609               | /       | /       |

Le tableau (3.4) montre l'évolution de la densité de dislocation pour les phases CuZn<sub>3</sub>, CuZn, Cu<sub>3</sub>Zn et Cu<sub>5</sub>Zn<sub>8</sub>, en fonction du temps de broyage. Pour la phase CuZn<sub>3</sub> elle n'existe pas au début (1h), puis apparaît à 3h avec une densité de dislocation de  $2.38 \times 10^{16} m^{-2}$ , pour ensuite augmenter fortement à  $16.14 \times 10^{16} m^{-2}$  à 12h. Cette augmentation importante montre que la phase CuZn<sub>3</sub> se forme progressivement pendant le broyage, et que sa structure cristalline subit une forte déformation avec le temps. En revanche, pour la phase CuZn, la densité de dislocation décroît fortement de  $13.5777 \times 10^{16} m^{-2}$  à  $5.4846 \times 10^{16} m^{-2}$  après 12 heures de broyage. Cette diminution peut être attribuée à un processus de récupération dynamique, où les dislocations se réorganisent ou s'annihilent, réduisant les défauts cristallins. Pour les phases Cu<sub>3</sub>Zn et Cu<sub>5</sub>Zn<sub>8</sub> existent au début du broyage mais disparaissent par la suite. Cela peut être dû à leur instabilité sous l'effet des contraintes mécaniques, ou à leur transformation en nouvelles phases plus stables.

## 2.7. Défauts d'empilement

L'évolution de la probabilité de présence de l'ensemble des défauts d'empilement, SFP (Stacking Fault Probability), calculée sur la base des probabilités de présence de défauts intrinsèques, extrinsèques et doubles tirés de l'affinement Rietveld des DRX du mélange de poudres Cu<sub>70</sub>Zn<sub>30</sub> (mass. %) en fonction du temps de broyage est très faible, figure (3.17). En fait, la création de dislocations et leur dissociation thermiques sous l'effet du broyage mécanique sont la source de ces défauts d'empilement.



**Figure (3.17) :** Variation de la probabilité de présence de défauts d'empilement, SFP, dans les phases  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$  et  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$  en fonction du temps de broyage(h).

Pour la phase  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$ , cette probabilité est initialement très élevée, puis diminue fortement entre 1h et 3h avant de se stabiliser, ce qui suggère une réorganisation cristalline sous l'effet du broyage. En revanche, pour la phase  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$ , la probabilité de défauts augmente régulièrement avec le temps, indiquant que le broyage introduit progressivement des défauts d'empilement dans cette structure, probablement en raison d'une accumulation de contraintes internes ou de dislocation.

**Tableau (3.5) :** Variation de la probabilité de présence de défauts d'empilement, SFP, dans les phases  $\text{CuZn}_3$ ,  $\text{CuZn}$  et  $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$  en fonction du temps de broyage(h).

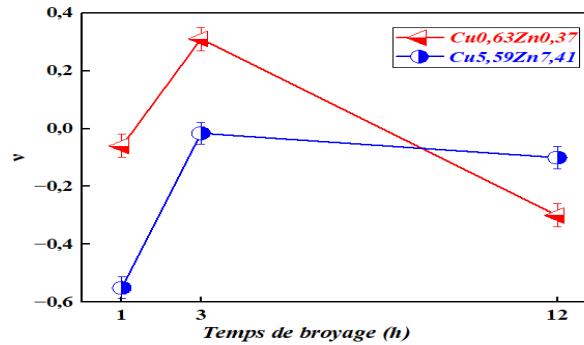
| Phase \ SPF *10 <sup>-3</sup>       | Temps de broyage (h) |        |        |
|-------------------------------------|----------------------|--------|--------|
|                                     | 1                    | 3      | 12     |
| <b>CuZn<sub>3</sub></b>             | /                    | 6.8740 | 11.118 |
| <b>CuZn</b>                         | /                    | 0.0954 | 0.7641 |
| <b>Cu<sub>5</sub>Zn<sub>8</sub></b> | 21.8270              | /      | /      |

Le tableau (3.5) montre l'évolution de la probabilité de présence de défauts d'empilement (SFP) dans les phases  $\text{CuZn}_3$ ,  $\text{CuZn}$  et  $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$  en fonction du temps de broyage. On observe que la phase  $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$  présente initialement une probabilité de défauts très élevée après 1h de broyage, mais disparaît pour des durées de broyage plus longues, suggérant une transformation de cette phase. La phase  $\text{CuZn}_3$  n'est détectée qu'après 3h de broyage avec une SFP de  $6.8740 \times 10^{-3}$ , qui augmente à  $11.118 \times 10^{-3}$  après 12h, indiquant une accumulation progressive des défauts. La phase  $\text{CuZn}$  apparaît également à partir de 3h avec une SFP faible, mais croissante.

### 3. ÉTUDE DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

#### 3.1. Coefficient de Poisson et module de Young

À l'aide du logiciel Maud, nous avons pu simuler le coefficient de Poisson en nous basant sur les mesures DRX obtenues pour nous permettre d'approfondir notre étude. L'évolution de ce coefficient pour les phases  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$  et  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$  en fonction du temps de broyage est montrée sur la figure (3.18).



**Figure (3.18) :** Évolution du coefficient de Poisson des phases  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$  et  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$  fonction du temps de broyage (h).

On observe que pour la phase  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$ , le coefficient de Poisson augmente initialement jusqu'à 3 heures de broyage, indiquant un comportement plus ductile, puis diminue fortement après 12 heures, suggérant une fragilisation due à une possible saturation des défauts ou une réduction de la taille des grains. En revanche, la phase  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$  présente un comportement inverse : elle part d'un coefficient fortement négatif (indiquant une réponse mécanique atypique, possiblement liée à des effets nanostructuraux), puis se stabilise légèrement en dessous de zéro, ce qui suggère une atténuation partielle de ces effets tout en conservant une nature auxétique ou un caractère de Poisson négatif.

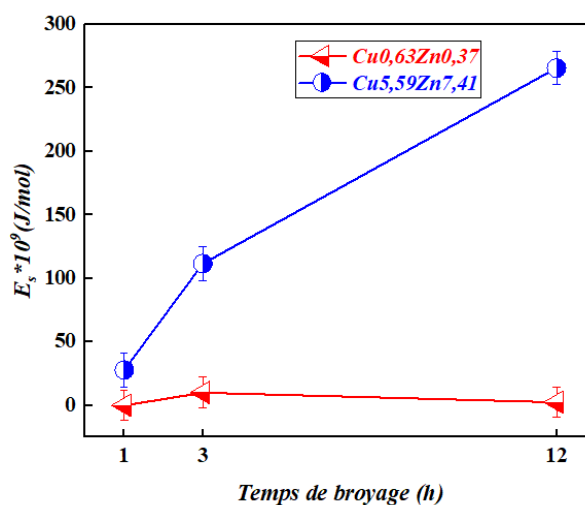
**Tableau (3.6) :** Évolution du coefficient de Poisson des phases  $\text{CuZn}_3$ ,  $\text{CuZn}$ ,  $\text{Cu}_3\text{Zn}$  et  $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$  en fonction du temps de broyage (h).

| Phase \ $\nu$            | Temps de broyage (h) |      |      |
|--------------------------|----------------------|------|------|
|                          | 1                    | 3    | 12   |
| $\text{CuZn}_3$          | /                    | 0.30 | 0.27 |
| $\text{Cu Zn}$           | /                    | 0.08 | 0.04 |
| $\text{Cu}_3\text{Zn}$   | 0.0688               | /    | /    |
| $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$ | 0.0841               | /    | /    |

Le tableau (3.6) montre l'évolution du coefficient de Poisson dans les phases  $\text{CuZn}_3$ ,  $\text{CuZn}$ ,  $\text{Cu}_3\text{Zn}$  et  $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$ , en fonction du temps de broyage. À 1 heure de broyage, les phases  $\text{Cu}_3\text{Zn}$  et  $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$  présentent des coefficients relativement faibles (respectivement 0.0688 et 0.0841), indiquant une structure plus rigide et peu ductile, typique des phases initialement formées sous déformation mécanique. Après 3 heures, ces phases disparaissent, laissant place à  $\text{CuZn}_3$  et  $\text{CuZn}$ , dont les coefficients plus élevés (0.30 et 0.08) traduisent une plus grande capacité de déformation élastique, en particulier pour  $\text{CuZn}_3$ . Toutefois, à 12 heures, une diminution des coefficients de  $\text{CuZn}_3$  (à 0.27) et surtout de  $\text{CuZn}$  (à 0.04) est observée, suggérant un durcissement progressif du matériau, possiblement lié à l'affinement des grains, à l'accumulation de défauts cristallins. Par ailleurs, les calculs réalisés à l'aide du logiciel Maud, à partir des données expérimentales issues des diffractogrammes de rayons X de l'alliage binaire  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$ , révèlent que la valeur moyenne du module d'élasticité de Young est proche de 200 GPa. Ces résultats indiquent que cet alliage possède une rigidité comparable à celle de nombreux métaux couramment utilisés, dont le module de Young est également d'environ 200 GPa. Cette proximité suggère que le  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  pourrait être envisagé pour des applications industrielles nécessitant une grande résistance mécanique.

### 3.2. Énergie stockés

La figure (3.19) présente l'évolution des valeurs de l'énergie stockée dans les phases  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$  et  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$  au cours du processus de broyage estimée avec le logiciel Maud sur la base des données de la DRX.



**Figure (3.19) :** Évolution de l'énergie stockée  $E_s$  dans les phases  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$  et  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$  en fonction du temps de broyage (h).

On observe que pour la phase  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$  l'énergie stockée  $E_s$  augmenté fortement pour atteindre un pic dans 12 heures de broyage, avec une valeur d'environ  $265.4411 \times 10^9$  J/mol. Cette forte augmentation suggère une transformation significative de la structure interne de l'alliage sous l'effet du broyage, probablement en raison de l'accumulation de défauts ou de la formation de nouvelles phases, Ce résultat suggère que la phase  $\text{Cu}_{0.7589}\text{Zn}_{0.2411}$  est le lieu de toutes les transformations l'état solide .Pour la phase  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$ , l'énergie stockée reste quasiment constante avec une légère diminution tout au long du processus de broyage, atteignant des valeurs d'environ  $2,542 \times 10^9$  J/mol. La légère variation de  $E_s$  indique que cette phase est relativement stable lors du broyage, avec peu de transformation structurale.

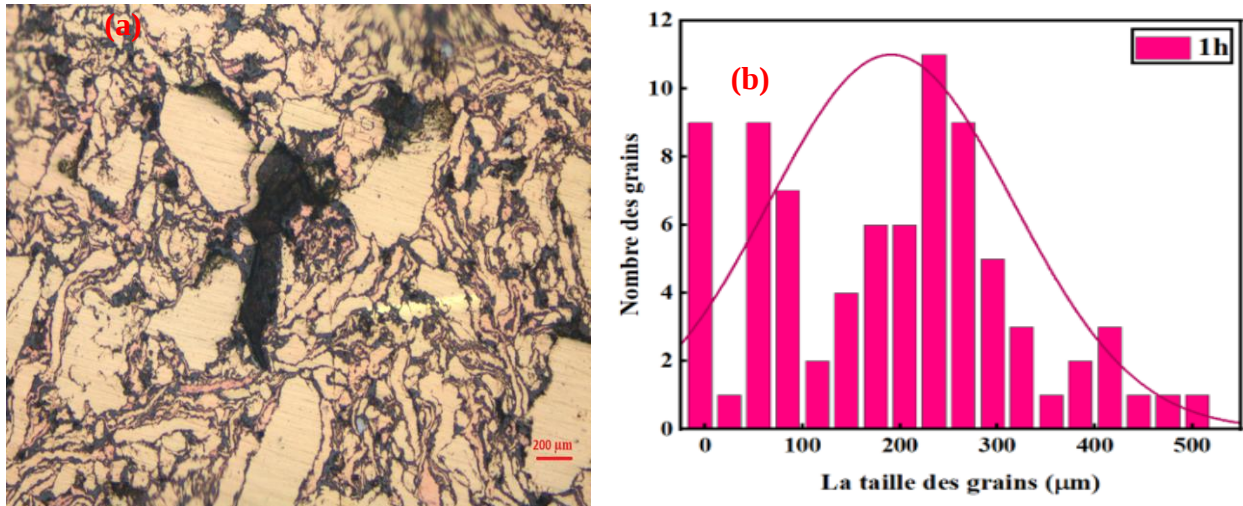
**Tableau (3.7) :** Évolution de l'énergie stockée  $E_s$  dans les phases  $\text{CuZn}$ ,  $\text{CuZn}_3$ ,  $\text{Cu}_3\text{Zn}$  et  $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$  en fonction du temps de broyage(h).

| Phase \ $E_s \cdot 10^9$ (J/mol)    | Temps de broyage (h) |          |          |
|-------------------------------------|----------------------|----------|----------|
|                                     | 1                    | 3        | 12       |
| <b>CuZn<sub>3</sub></b>             | /                    | 26.03389 | 246.351  |
| <b>CuZn</b>                         | /                    | 2.3992   | 14.47368 |
| <b>Cu<sub>3</sub>Zn</b>             | 56.8007              | /        | /        |
| <b>Cu<sub>5</sub>Zn<sub>8</sub></b> | 45.3777              | /        | /        |

Le tableau (3.7) montre l'évolution de l'énergie stockée ( $E_s$ ) dans les phases  $\text{CuZn}$ ,  $\text{CuZn}_3$ ,  $\text{Cu}_3\text{Zn}$  et  $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$  en fonction du temps de broyage. On observe que pour les phases  $\text{CuZn}$  et  $\text{CuZn}_3$ , l'augmentation marquée de  $E_s$  avec le temps de broyage (surtout entre 3 h et 12 h) indique une accumulation progressive de défauts cristallins (dislocations, contraintes internes), traduisant une plus grande absorption d'énergie mécanique. En revanche, les phases  $\text{Cu}_3\text{Zn}$  et  $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$ , observées uniquement à 1 h de broyage, présentent des  $E_s$  initialement élevés, suggérant qu'elles se forment rapidement dans des conditions de forte énergie mécanique mais sont probablement instables et disparaissent au-delà d'un certain temps. Cette évolution reflète la compétition entre formation de nouvelles phases, affinement structural et relaxation partielle, typique des alliages soumis à un broyage mécanique intensif.

#### 4. L'OBSERVATION PAR LE MICROSCOPE OPTIQUE A DIFFERENTES HEURES DE BROUAGE (1h ,3h et12h)

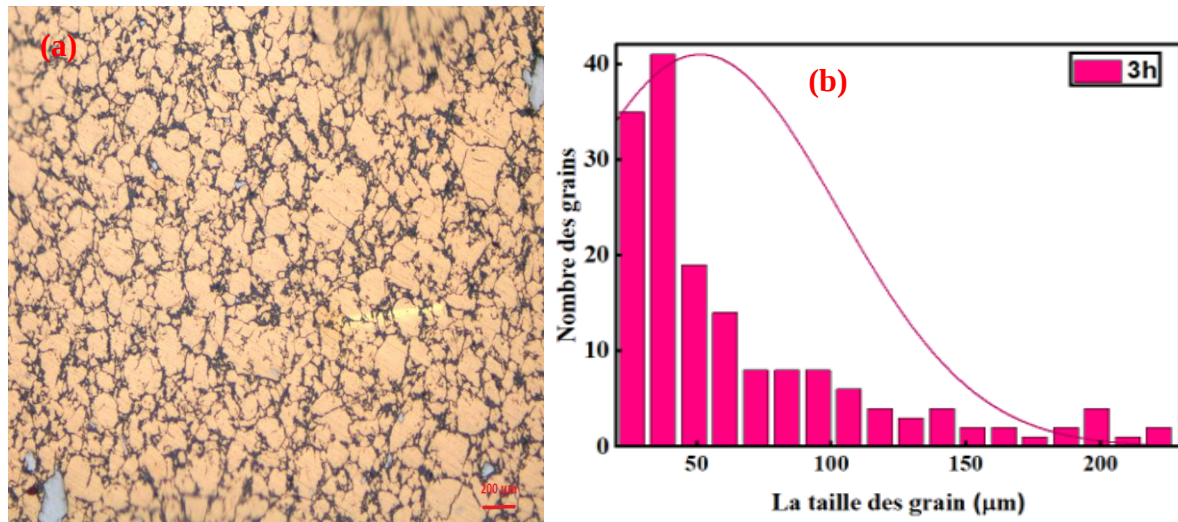
La figure (3.20.a) représente les microstructures observées par le microscope optique avec des grossissements de 300 pour l'alliage  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  fritté et broyé pendant 1h et la figure (3.20.b) montre la distribution de nombre des grains en fonction de la taille des grains.



**Figure (3.20) :** (a) La microstructure observé par le microscope optique de l'alliage  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  fritté et refroidit à l'air avec un grossissement  $\times 300$  broyé bendant 1h. (b) distribution de nombre des grains en fonction de la taille des grains à 1h de broyage.

L'analyse micrographique de l'alliage  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  broyé pendant 1 heure puis fritté révèle une microstructure hétérogène. On observe des grains déformés avec des zones claires correspondant à la phase  $\alpha$  (solution solide de Zn dans Cu) et des zones sombres liées à la porosité ou à des phases secondaires. La présence de porosité intergranulaire indique un frittage incomplet, avec une liaison partielle entre les particules. Cette observation est confirmée par l'histogramme de la distribution des tailles de grains, qui présente une forme gaussienne centrée autour de 200 μm. Cette distribution indique une fragmentation significative des grains suite au broyage, mais également une dispersion importante des tailles, signe d'une uniformisation encore incomplète. La présence de grains plus gros suggère une réagglomération partielle durant le frittage.

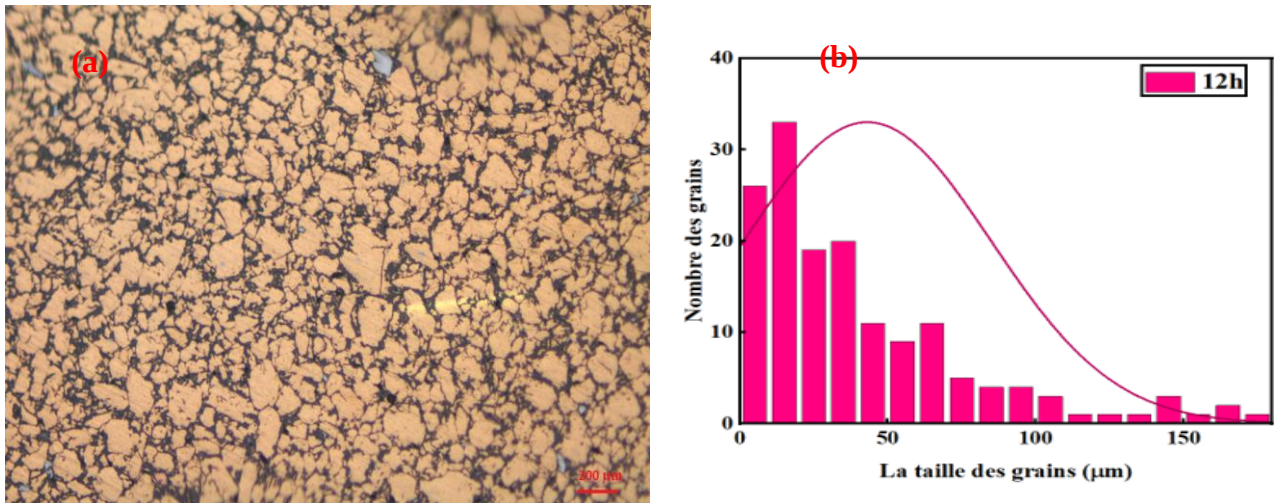
La figure (3.21.a) représente les microstructures observées par le microscope optique avec des grossissements de 300 pour l'alliage  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  fritté et broyé pendant 3h et la figure (3.21.b) montre la distribution de nombre des grains en fonction de la taille des grains.



**Figure (3.21) :** (a) La microstructure observée par le microscope optique de l'alliage Cu<sub>70</sub>Zn<sub>30</sub> fritté et refroidi à l'air avec un grossissement  $\times 300$  broyé pendant 3h. (b) distribution de nombre des grains en fonction de la taille des grains à 3h de broyage.

La microstructure de l'alliage Cu<sub>70</sub>Zn<sub>30</sub>, obtenue après un broyage mécanique de 3 heures suivi d'un frittage, révèle une structure constituée de grains fins, hétérogènes et aux contours bien définis, observée à un grossissement de  $\times 300$  au microscope optique. Cette observation est en accord avec la distribution granulométrique mesurée, qui montre une répartition asymétrique du nombre de grains en fonction de leur taille, avec une forte concentration de grains autour de 30 à 40  $\mu\text{m}$  et une décroissance progressive vers les tailles plus grandes. Cela traduit une fragmentation intense des particules pendant le broyage, responsable d'un raffinement granulométrique marqué et d'une augmentation de la densité de dislocations, ce qui favorise la diffusion atomique lors du frittage en phase solide (Suryanarayana, 2001). L'observation des limites de grains nettes, sans fusion complète, confirme que le frittage s'est déroulé principalement par diffusion à l'état solide (German, 2014). Bien que des porosités résiduelles subsistent, l'homogénéité générale de la microstructure suggère un bon mélange initial et une densification efficace. D'un point de vue physique, cette structure microgranulaire améliore les propriétés mécaniques de l'alliage, telles que la dureté et la résistance à l'usure, selon le mécanisme de durcissement par réduction de taille de grain décrit par la relation de Hall-Petch (Callister & Rethwisch, 2020).

La figure (3.22.a) représente les microstructures observées par le microscope optique avec des grossissements de 300 pour l'alliage Cu<sub>70</sub>Zn<sub>30</sub> fritté et broyé pendant 12h et la figure (3.22.b) montre la distribution de nombre des grains en fonction de la taille des grains.

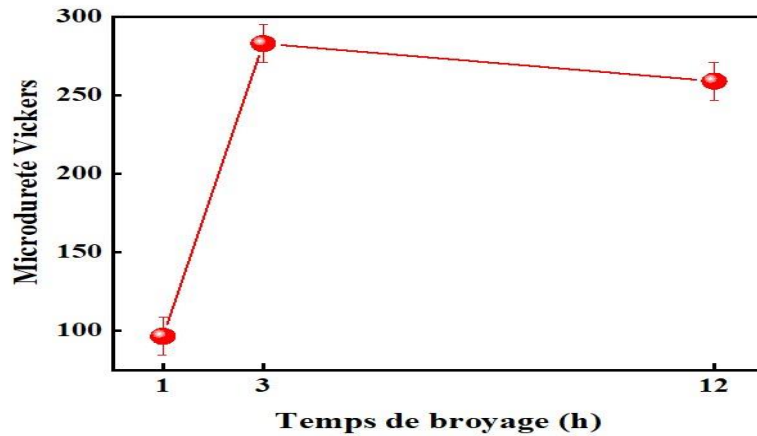


**Figure (3.22) :** (a) La microstructure observée par le microscope optique de l'alliage Cu<sub>70</sub>Zn<sub>30</sub> fritté et refroidi à l'air avec un grossissement  $\times 300$  broyé pendant 12h. (b) distribution de nombre des grains en fonction de la taille des grains à 12h de broyage.

La microstructure observée de l'alliage Cu<sub>70</sub>Zn<sub>30</sub> broyé pendant 12 heures puis fritté, combinée à la distribution granulométrique, révèle une structure à grains fins et denses, caractéristique d'un broyage mécanique intensif suivi d'un frittage efficace. L'image au microscope optique montre une répartition homogène de grains aux contours nets, indiquant une bonne cohésion intergranulaire obtenue par diffusion atomique durant le frittage, sans croissance excessive des grains. L'histogramme de distribution granulométrique confirme cette observation, avec une majorité de grains de taille inférieure à 50 μm, un pic autour de 20 à 30 μm, et une traîne vers les grandes tailles, indiquant une distribution non gaussienne, plutôt asymétrique, typique des matériaux broyés mécaniquement. Cette combinaison de microstructure fine et de distribution granulométrique hétérogène se traduit par une amélioration des propriétés mécaniques, notamment une dureté et une résistance accrues, au détriment d'une légère perte de ductilité.

## 5. RESULTATS DE L'ESSAI DE MICRODURETE VICKERS

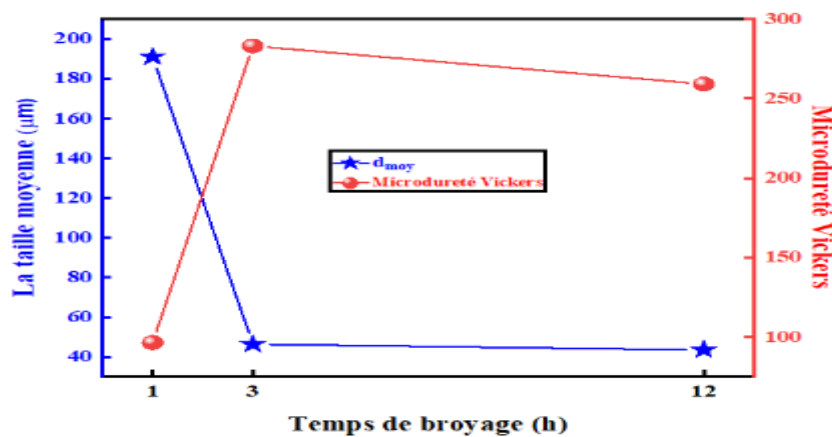
La figure (3.23) représente l'évolution de la microdureté Vickers pour l'alliage Cu<sub>70</sub>Zn<sub>30</sub> fritté et refroidi à l'air en fonction du temps de broyage



**Figure (3.23) :** Evolution de la microdureté Vickers en fonction du temps de broyage.

On observe une augmentation de la dureté entre 1 h et 3 h de broyage, passant d'environ 100 HV à près de 280 HV. Cette amélioration significative peut être attribuée à l'affinement de la microstructure du matériau, en particulier à la réduction de la taille des grains et à l'augmentation de la densité de dislocations, conformément à la relation de Hall-Petch. Au-delà de 3 heures, la microdureté diminue légèrement pour atteindre environ 250 HV après 12 heures de broyage. Cette baisse peut s'expliquer par des phénomènes tels que l'agglomération des particules, une saturation du durcissement par déformation, ou de recristallisation partielle qui diminuent la densité de défauts.

La figure (3.24) représente l'évolution de la taille moyenne des grains ainsi que la micro dureté Vickers en fonction du temps de broyage.



**Figure (3.24) :** Évolution de la taille moyenne des grains et la Micro Dureté Vickers en fonction du temps de broyage.

On observe une diminution extrêmement rapide de la taille des grains dès la première heure de broyage, passant d'environ 190  $\mu\text{m}$  à près de 40  $\mu\text{m}$ . Cette réduction marquée de la taille des grains s'accompagne d'une augmentation importante de la micro dureté, qui atteint une valeur maximale avoisinant les 290 HV, le comportement est expliqué par la relation de Hall-Petch (Hall, E. O; 1951), (Petch, N. J. 1953), selon laquelle la réduction de la taille des grains accroît la dureté du matériau. Cela s'explique par l'augmentation de la densité des joints de grains, qui forment des barrières efficaces à la propagation des dislocations, limitant ainsi la déformation plastique et augmentant la résistance mécanique (Meyers et Chawla, 2009) (Suryanarayana, C. 2001). Entre 3 h et 12 h de broyage, la taille moyenne des grains reste pratiquement constante autour de 40  $\mu\text{m}$ . Cependant, une légère diminution de la micro dureté est constatée, passant d'environ 270 HV à 250 HV. Cette baisse peut être attribuée à l'apparition de défauts internes ou à des réarrangements structuraux, qui réduisent l'efficacité des joints de grains comme obstacles aux dislocations (Valiev, R. Z., et al. 2000) (Ammar, M. 2020).

## **6. Conclusion**

Ce chapitre traite de l'évolution structurale et microstructurale de l'alliage  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  soumis à un broyage mécanique haute énergie pendant 1, 3 et 12 heures. L'étude montre la transformation progressive des phases, avec disparition des phases instables ( $\text{Cu}_3\text{Zn}$ ,  $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$ ) et apparition de phases nanocristallines ( $\text{CuZn}$ ,  $\text{CuZn}_3$ ). Le broyage provoque une réduction de la taille des grains, une augmentation des défauts cristallins et une modification des propriétés mécaniques, notamment une hausse de la dureté jusqu'à 3 h. Ces résultats confirment l'impact du broyage sur la stabilité structurale et les performances mécaniques de l'alliage.

## Conclusion Générale

Ce travail a porté sur l'élaboration et la caractérisation de poudres nanostructurées de laiton  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$ , obtenues par broyage mécanique haute énergie suivi d'un frittage à 600 °C. L'objectif était d'étudier l'évolution structurale, microstructurale et mécanique en fonction du temps de broyage, à l'aide de la diffraction des rayons X, des essais de microdureté Vickers et de l'observation optique des grains.

L'analyse par diffraction des rayons X, avec affinement Rietveld via le logiciel MAUD, a permis d'identifier plusieurs phases intermétalliques du système Cu-Zn. Après 1 h de broyage, les phases  $\alpha\text{-Cu}_3\text{Zn}$  (trigonale) et  $\gamma\text{-Cu}_5\text{Zn}_8$  (cubique complexe) apparaissent, puis disparaissent avec le temps. Après 3 h, on a révélés les phases  $\alpha\text{-Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$  (cfc),  $\gamma\text{-Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$  (cubique complexe),  $\beta\text{-CuZn}$  (cc) et  $\varepsilon\text{-CuZn}_3$  (hcp), qui se stabilisent jusqu'à 12 h, témoignant de réactions à l'état solide induites par le broyage mécanique. Les analyses microstructurales montrent une réduction progressive de la taille des cristallites à l'échelle nanométrique, une augmentation de la densité de dislocations et des microcontraintes internes et une anisotropie cristalline a également été détectée. Notamment, l'analyse mécanique par DRX révèle un comportement auxétique après 12 h de broyage, avec des valeurs négatives du coefficient de Poisson, suggérant une réponse élastique atypique à la déformation.

L'observation optique post-frittage révèle une microstructure qui évolue de déformée et hétérogène à 1 h, à fine mais encore hétérogène à 3 h, puis à une structure homogène et densifiée à 12 h, avec une granulométrie centrée autour de 20–30  $\mu\text{m}$ , traduisant une diffusion efficace sans croissance excessive. Les mesures de microdureté révèlent un renforcement notable à 280–290 HV après 3 h, lié à l'affinement structural selon la relation de Hall–Petch, suivi d'une légère baisse à 250 HV à 12 h, probablement due à une saturation du durcissement.

En conclusion, le couplage broyage–frittage permet de produire un laiton  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  nanostructuré, dense et mécaniquement performant, présentant des phases stables, une microstructure contrôlée, et des propriétés uniques telles qu'un comportement auxétique, une bonne densification démontrent le potentiel de ce procédé pour la mise au point de matériaux à propriétés maîtrisées, adaptés à des applications industrielles exigeantes.

# *Bibliographie*

« La bibliographie est une liste de références dans laquelle sont mentionnés tous les documents que nous avons utilisés pour la réalisation de notre travail en respectant les différents auteurs et surtout pour montrer la qualité de notre travail. Nous avons opté pour un type de plan de classement alphabétique pour identifier sans aucune ambiguïté le document décrit (article, livre, thèse, lettre....) et fournir d'une manière suffisante d'éléments d'identification au lecteur pour qu'il puisse le rechercher et le localiser facilement »

**-A-**

Ammar, M. (2020). Étude de la microstructure et de la dureté d'un alliage traité mécaniquement [Mémoire de Master, Université de Tlemcen].

Assouli, B. (2002). Étude par émission acoustique associée aux méthodes électrochimiques de la corrosion et de la protection de l'alliage cuivre-zinc (60/40) en milieux neutre et alcalin [Thèse de doctorat, INSA Lyon].

**-B-**

Balogh, L., Ungár, T., Chinh, N. Q., & Langdon, T. G. (2008). Influence of stacking-fault energy on microstructural characteristics of ultrafine-grain copper and copper–zinc alloys. *Acta Materialia*, 56(4), 809–820. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.10.036>

Boukeffa, S., Tebib, W., Redouani, L., & Bououdina, M. (2022). Novel magnetic properties evaluation of an advanced Fe<sub>9</sub>Cu<sub>2</sub>Zn alloy. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 35(1), 125–132. <https://doi.org/10.1007/s10948-021-06007-5>

Boufaïda, I. (2024). *Contribution à l'étude des propriétés physiques du laiton* [Mémoire de Master, Université Chadli Bendjedid – El Tarf].

Börner, L., & Eckert, J. (1997). Nanostructure formation and steady-state grain size of ball-milled iron powders. *Materials Science and Engineering: A*, 226, 541–545. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(97\)80063-9](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(97)80063-9)

Binet, S., Dedessus-Le Moustier, N., Delemarle, A., Devel, S., Drais, E., Fontaine, J. R., ... & Witschger, O. (2015). *Les nanomatériaux manufacturés à l'horizon 2030 en France* [Thèse de doctorat, INRS].

Berrebib, S. (2021). *Synthèse et caractérisation du composé binaire Cr-P* [Mémoire de Master, Université Chadli Bendjedid – El Tarf].

Balandin, A. A. (2011). Thermal properties of graphene and nanostructured carbon materials. *Nature Materials*, 10(8), 569–581. <https://doi.org/10.1038/nmat3064>

Bekhbekh, S. (2012). *Étude de matériaux nanostructurés* [Mémoire de Master, Université de Constantine].

Brinis, M. (2019). *Caractérisation des matériaux en poudre* [Mémoire de Master, Université El Tarf – Algérie].

Btland, J. A. C., & Heinrich, B. (2005). *Ultrathin magnetic structures 1: An introduction to the electronic, magnetic and structural properties*. Springer. <https://doi.org/10.1007/b138789>  
 Barabadilio, J. (1993). *Key Engineering Materials*, 77–78, 187.  
 Benjamin, J. S. (1970). Mechanical alloying. *Metallurgical Transactions*, 1, 2943–2951. <https://doi.org/10.1007/BF03037835>

Boudiba, A. H. M. (2020). *Synthèse, caractérisation des nanoparticules d'argent à base d'extrait des feuilles de plantes et évaluation de leur activité antioxydante et antimicrobienne* (Mémoire de Master). Université de Ghardaïa.

Boukherroub, N. (2010). *Élaboration et caractérisation structurale et mécanique de poudres nanostructurées  $Fe_xAl_{100-x}$*  (Mémoire de Magister). Université M'Hamed Bougara, Boumerdes.

Boukhalefa, S. (2020). *Synthèse et caractérisation des nanostructures d'hématite  $\alpha-Fe_2O_3$*  [Mémoire de master, Université Saad Dahlab Blida 1].

## -C-

Chen, Y., Bibole, M., Le Hazif, R., & Martin, G. (1993). Radiation-enhanced diffusion in Ni-Al alloys: Influence of microstructure. *Physical Review B*, 48(1), 14–23. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.48.14>

Chen, Y. (1992). *Étude des phénomènes de diffusion induits par irradiation dans les alliages Ni-Al* (Thèse de doctorat, Université d'Orsay). Rapport CEA R-5620.

Cizeron, G. (1968). Le frittage sous son aspect physico-chimique. *L'Industrie Céramique*, (611).

## -D-

Davis, R. M., McDermott, B., & Koch, C. C. (1988). Mechanical alloying of brittle materials. *Metallurgical Transactions A*, 19, 2867–2874. <https://doi.org/10.1007/BF02647712>

De Vreese, P., Skoczylas, A., Matthijs, E., Fransaer, J., & Binnemans, K. (2013). Electrodeposition of copper–zinc alloys from an ionic liquid-like choline acetate electrolyte. *Electrochimica Acta*, 108, 788–794. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2013.06.140>

Didier Bernache-Assollant, & Bonnet, J.-P. (2005). Frittage: aspects physico-chimiques. Partie 1: Frittage en phase solide. *Les Techniques de l'Ingénieur, AFP4* (AF6620), AF6620.1–AF6620.20. <https://emse.hal.science/emse-00497555>

Dolez, P. I. (2015). Nanomaterials definitions, classifications, and applications. In P. I. Dolez (Ed.), *Nanoengineering* (pp. 3–40). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-62747-6.00001-4>

Dridi, A., Dhouibi, L., Hihn, J.-Y., Rezrazi, E. M., Berçot, P., & Sassi, W. (2020). CuZn electrodeposition in cyanide-free electrolytes: Influence of citrate/metal ratio and pH on simultaneous copper and zinc reduction kinetics and alloy composition control. *Journal of The Electrochemical Society*, 167(6). <https://doi.org/10.1149/1945-7111/ab819b>

De Sansal, C. (2007). [Thèse de doctorat, École Centrale des Arts et Manufactures, Paris]

## -E-

Eremenko, V. N., Naidich, Y. V., & Lavrineko, I. A. (1970). *Liquid phase sintering* (Translated from Russian). New York. <https://doi.org/10.1007/978-1-4899-3599-1>

## -F-

Foss Hansen, S., Larsen, B. H., Olsen, S. I., & Baun, A. (2007). Categorization framework to aid hazard identification of nanomaterials. *Nanotoxicology*, 1(3), 243–250. <https://doi.org/10.1080/17435390701727509>

Fecht, H. J. (1992). Synthesis and properties of nanocrystalline metals and alloys prepared by mechanical attrition. *Nanostructured Materials*, 1(2), 125–130. [https://doi.org/10.1016/0965-9773\(92\)90064-5](https://doi.org/10.1016/0965-9773(92)90064-5)

Flahaut, E., Baeza-Squiban, A., Devuille, L., Douki, T., Fessard, V., Houdeau, E., ... & Niaudet, A. (2023). *Définition des nanomatériaux: analyse, enjeux et controverses* (Doctoral dissertation, Anses).

## -G-

Ghibli, N. (2021). *Caractérisation mécanique d'un acier broyé mécaniquement* (Mémoire de Master, Université Ferhat Abbas – Sétif).

Ghrieb, S. (2018). *Thèse présentée en vue de l'obtention du diplôme de Doctorat en Sciences* (Université Badji Mokhtar Annaba). <https://biblio.univ-annaba.dz/wp-content/uploads/2019/09/These-Ghrieb-Sifi.pdf>

Gaffet, E., Louison, C., Harmelin, M., & Faudot, F. (1991). [Title of the article, if known]. *Materials Science and Engineering: A*, 134, 1380. [https://doi.org/10.1016/0921-5093\(91\)90995-Y](https://doi.org/10.1016/0921-5093(91)90995-Y)

Gaffet, E., & Le Caër, G. (2003). Mechanical processing for nanomaterials. In *Encyclopedia of Nanoscience and Nanotechnology*. American Scientific Publishers.

Goldstein, R., Gorodtsov, V., Lisovenko, D., & Volkov, M. A. (2014). Negative Poisson's ratio for cubic crystals and nano/microtubes. *Physics of the Solid State (Phys. Mesomech.)*, 17(2), 97–115. <https://doi.org/10.1134/S1029959914020027>

## -H-

Hall, E. O. (1951). *The deformation and ageing of mild steel: III. Discussion of results*. Proceedings of the Physical Society. Section B, 64(9), 747–753. <https://doi.org/10.1088/0370-1301/64/9/303>

Hadjadj, S. (2018). *Effet du broyage mécanique haute énergie sur la microstructure et les propriétés mécaniques d'un alliage nanocristallin* [Thèse de doctorat, Université de Constantine 1].

Han, B. Q., Lavernia, E. J., & Mohamed, F. A. (2005). Mechanical behavior of nanostructured materials. In C. C. Koch (Ed.), *Processing and properties of nanostructured materials* (pp. 369–396). Springer. [https://doi.org/10.1007/978-1-4020-6239-1\\_24](https://doi.org/10.1007/978-1-4020-6239-1_24)

Huang, C. (2018). *Réalisation et caractérisation des revêtements à base de laiton* [Mémoire de master, Université Bourgogne Franche-Comté].

## -K-

Kingery, W. D. (1959). Densification during sintering in the presence of a liquid phase. I. Theory, II. Experimental. *Journal of Applied Physics*, 30(3), 301–306. <https://doi.org/10.1063/1.1735155>

Kirklin, S., Saal, J. E., Meredig, B., Thompson, A., Doak, J. W., Aykol, M., Rühl, S., & Wolverton, C. (2015). The Open Quantum Materials Database (OQMD): Assessing the accuracy of DFT formation energies. *npj Computational Materials*, 1, Article 15010. <https://doi.org/10.1038/npjcompumats.2015.10>

Kumar, K. S., Van Swygenhoven, H., & Suresh, S. (2003). Mechanical behavior of nanocrystalline metals and alloys. *Acta Materialia*, 51(19), 5743–5774. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2003.08.032>

Koch, C. C. (2007). Structural nanocrystalline materials: An overview. *Journal of Materials Science*, 42(5), 1403–1414. <https://doi.org/10.1007/s10853-006-0728-1>

Koch, C. C., Ovid'ko, I. A., Seal, S., & Veprek, S. (2007). *Structural nanocrystalline materials: Fundamentals and applications*. Cambridge University Press. <https://doi.org/10.1017/CBO9780511618840>

Kowalski, M., & Spencer, P. J. (1993). Thermodynamic reevaluation of the Cu-Zn system. *Journal of Phase Equilibria*, 14(4), 451–460. <https://doi.org/10.1007/BF02671961>

Koch, C. C. (1988). Synthesis of nanostructured materials. *Annual Review of Materials Science*, 19, 121–143. <https://doi.org/10.1146/annurev.mr.19.072806.100001>

## -L-

Lounnas, Y. (2020). *Frittage des intermétalliques (Ni-X%Al) avec X = 0 – 3 – et 8% en masse* (Mémoire de Master). Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.

Lutterotti, L. (2000). MAUD. *CSD Newsletter (IUCr)*, (24).

## - M -

Matlosz, M., Magaino, S., & Landolt, D. (1994). Impedance analysis of a model mechanism for acceptor-limited electropolishing. *Journal of The Electrochemical Society*, 141(2), 410–418. <https://doi.org/10.1149/1.2054741>

Moriarty, P. (2001). Nanostructured materials. *Reports on Progress in Physics*, 64(3), 297–381. <https://doi.org/10.1088/0034-4885/64/3/201>

Minciună, M. G., Vizureanu, P., Achiței, D. C., & Cimpoeșu, R. (2015). Corrosion behavior in saline medium for a Cu-Zn casting alloy. *Key Engineering Materials*, 660, 68–73. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.660.68>

Meyers, M. A., & Chawla, K. K. (2009). *Mechanical behavior of materials* (2nd ed.). Cambridge University Press.

## -R-

Rietveld, H. M. (1969). A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *Journal of Applied Crystallography*, 2(2), 65–71. <https://doi.org/10.1107/S0021889869006558>

Ramírez, C., & Calderón, J. A. (2016). Study of the effect of triethanolamine as a chelating agent in the simultaneous electrodeposition of copper and zinc from non-cyanide electrolytes.

*Journal of Electroanalytical Chemistry*, 765, 132–139.  
<https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2015.06.003>

Rotty, C. (2018). *Étude de l'électropolissage d'alliages horlogers issus de fabrication additive en milieu aqueux et solvant non-conventionnel* [Thèse de doctorat, UTINAM, Université de Franche-Comté].

Rotty, C., Mandroyan, A., Doche, M. L., & Hihn, J.-Y. (2016). Electropolishing of CuZn brasses and 316L stainless steels: Influence of alloy composition or preparation process (ALM vs. standard method). *Surface and Coatings Technology*, 307, 125–135.  
<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.08.076>

## -S-

Saal, J. E., Kirklin, S., Aykol, M., Meredig, B., & Wolverton, C. (2013). Materials design and discovery with high-throughput density functional theory: The Open Quantum Materials Database (OQMD). *JOM*, 65(11), 1501–1509. <https://doi.org/10.1007/s11837-013-0755-4>

Smili, S. (2021). *Élaboration par frittage avec phase liquide et caractérisation d'un alliage binaire fer-antimoine (30 % Sb)* [Mémoire de master, Université non précisée].

Serna, F., Lagneau, J., & Carpentier, J. M. (2014). La diffraction des rayons X : une technique puissante pour résoudre certains problèmes industriels et technologiques. *Revue non précisée*.

Suryanarayana, C. (2001). Mechanical alloying and milling. *Progress in Materials Science*, 46(1–2), 1–184. [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(99\)00010-9](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00010-9)

Stibitz, G. (1937). Energy and lattice spacing in the strained solids. *Physical Review*, 49(10), 872. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.49.872>

Stukey, M. (2018). Fonderie et moulage des alliages de cuivre. *Techniques de l'Ingénieur*, 16(1), 1–72.

## -T-

Tyurin, A. G., & Shriner, A. A. (2007). Thermodynamics of chemical and electrochemical stability of brasses. *Protection of Metals*, 43(3), 291–297.  
<https://doi.org/10.1134/S0033173207030162>

## -V-

Valiev, R. Z., Islamgaliev, R. K., & Alexandrov, I. V. (2000). Structure and mechanical properties of nanocrystalline copper produced by severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering: A*, 137(1–2), 35–40. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(97\)00424-3](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(97)00424-3)

Vaneela, S. (2017). Dislocation density in multicomponent alloys CoNi, CoFeNi. *International Research Journal of Engineering and Technology (IRJET)*, 4(2).

Vieira, T., Castanho, J., & Louro, C. (2006). Hard coatings based on metal nitrides, metal carbides and nanocomposite materials: PVD process and properties. In *Materials surface processing by directed energy techniques* (Chap. 16, pp. 537–564). European Materials Research Society Series. <https://doi.org/10.1016/B978-008044496-3/50017-4>

### -W-

Williamson, G. K., & Smallman, R. E. (1956). III. Dislocation densities in some annealed and cold-worked metals from measurements on the X-ray Debye-Scherrer spectrum. *Philosophical Magazine*, 1(1), 34–46. <https://doi.org/10.1080/14786435608238074>

### -Y-

Young, R. A. (2002). *The Rietveld method*. Oxford University Press.

### -Z-

Zhao, Y. H., Liao, X. Z., Jin, Z., Zhu, Y. T., Valiev, R. Z., & Langdon, T. G. (2006). Hall–Petch relationship in nanocrystalline materials. *Materials Science and Engineering: A*, 426(1–2), 207–211. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.01.163>

Zerniz, N. (2016). *Étude des propriétés physico-chimiques des poudres nanostructurées à base de fer obtenues par broyage à haute énergie* (Mémoire de Master). Université Badji Mokhtar - Annaba.

# Webographie

« Pour l'enrichissement de notre travail nous avons consulté aussi des documents en ligne. Cette webographie regroupe une liste de contenu sous forme de pages ou ressource web relatives à nos recherches. L'ordre de citation est choisi selon la position de chaque ressource dans le texte de ce mémoire. Les heures de consultation de données utilisées sont citées pour respecter la dynamique du web. »

- <sup>(2)</sup>URL:[https://www.alibaba.com/product-detail/0-2-200L-Lab-Compact-Planetary\\_60566982520.html](https://www.alibaba.com/product-detail/0-2-200L-Lab-Compact-Planetary_60566982520.html) Consulté le 10Février2025 à 23:45h.
- <sup>(1)</sup>URL<https://dspace.ummto.dz/server/api/core/bitstreams/d6a2b827-83de-464e-b01f-65612402d5d5/content> Consulté le 28Février2025 à 10:32h.

**SIDER EL HADJAR**

Direction des Ressources Humaines  
Emploi & Développement

REF: MT...Q.8..../ST/2025

**SIDER EL HADJAR**

Service Formation  
BP 2055 ANNABA

**ATTESTATION DE STAGE PRATIQUE**

Nous soussigné Mme : AMEL TAIBI Chef de Service Formation à  
Sider El Hadjar, attestons que M<sup>lle</sup> ; Gherisl Sylla .....née le « 22/01/2003 » à EL KALA (EL TAREF).....

A suivi un stage pratique au sein Du département : « Métallographie » du Laboratoire Centrale de Sider El Hadjar  
sur le thème suivant :

**Analyse métallographique et mesure microdureté de l'échantillon Cuivre Zinc (Laiton)**

Durant la période Du : 16/02/2025 au 17/02/2025  
Dans la spécialité : « Physique des Matériaux ».

Cette attestation lui est délivrée pour servir et valoir ce que de droit.

El-Hadjar, le 19/02/2025

**TAIBI AMEL**

Service Formation  
BP 2055 ANNABA



## Resumé

Ce travail porte sur l'étude des propriétés mécaniques, structurales et microstructurales de poudres de laiton  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  préalablement broyé après le frittage à  $600^\circ\text{C}$ , à travers des analyses par diffraction aux rayons X (DRX), essais de microdureté Vickers et observation par microscope optique. Les analyses DRX montrent qu'à partir de 3 h de broyage, des phases nanométriques telles que  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$ ,  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$ ,  $\text{CuZn}$  et  $\text{CuZn}_3$  se forment et restent stables jusqu'à 12 h, avec une structure potentiellement auxétique. L'observation optique met en évidence une microstructure homogène et densifiée après 12h de broyage. Les mesures de microdureté montrent une amélioration notable des propriétés mécaniques, la dureté passant de 100 HV à 250 HV entre 1 h et 12 h de broyage, en lien avec l'affinement des grains. Le frittage à  $600^\circ\text{C}$  se révèle donc efficace pour densifier la poudre broyée, stabiliser les phases formées et renforcer les propriétés mécaniques du matériau.

**Mots clé :**  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  ; Broyage mécanique ; Frittage ; DRX ; Microdureté Vickers.

## Abstract

This work focuses on the study of the mechanical, structural, and microstructural properties of mechanically milled  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  brass powders after sintering at  $600^\circ\text{C}$ , through X-ray diffraction (XRD), Vickers microhardness testing, and optical microscopy. XRD analyses show that from 3 hours of milling, nanometric phases such as  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$ ,  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$ ,  $\text{CuZn}$ , and  $\text{CuZn}_3$  are formed and remain stable up to 12 hours, with a potentially auxetic structure. Optical observation reveals a homogeneous and densified microstructure after 12 hours of milling. Microhardness measurements indicate a significant improvement in mechanical properties, with hardness increasing from 100 HV to 250 HV between 1 and 12 hours of milling, linked to grain refinement. Sintering at  $600^\circ\text{C}$  is therefore effective in densifying the milled powder, stabilizing the formed phases, and enhancing the mechanical properties of the material.

**Keywords:**  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$ ; Mechanical milling; Sintering; XRD; Vickers microhardness.

## ملخص

يركّز هذا العمل على دراسة الخواص الميكانيكية والبنائية والمجهريّة لمساحيق سبيكة النحاس والزنك  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  ، التي خضعت مسبقاً للطحن الميكانيكي، بعد عملية التلييد عند  $600^\circ\text{C}$  ، وذلك باستخدام تقنيات حيود الأشعة السينية (XRD)، واختبارات الصلادة الدقيقة بطريقة فيكرز، والمجهر الضوئي. تكشف تحاليل XRD أنه ابتداءً من 3 ساعات من الطحن، تتكوّن مراحل نانوية مثل  $\text{Cu}_{0.63}\text{Zn}_{0.37}$  و  $\text{Cu}_{5.59}\text{Zn}_{7.41}$  و  $\text{CuZn}$  و  $\text{CuZn}_3$ ، وتبقى مستقرة حتى 12 ساعة، مع احتمال امتلاكها لبنية أوكسيتية. كما تُظهر الملاحظة البصرية بنية مجهرية متجانسة وكثيفة بعد 12 ساعة من الطحن. وتُظهر قياسات الصلادة الدقيقة تحسّناً ملحوظاً في الخواص الميكانيكية، حيث ارتفعت الصلادة من 100 HV إلى 250 HV بين الساعة الأولى والساعة الثانية عشرة من الطحن، وذلك بفضل دقة حجم الحبيبات. ويُعد التلييد عند  $600^\circ\text{C}$  درجة مثبّية فعّالاً في تكثيف المسحوق المطحون، وثبّت المراحل المتكوّنة، وتحسين الخواص الميكانيكية للمادة.

**الكلمات المفتاحية:**  $\text{Cu}_{70}\text{Zn}_{30}$  ، الطحن الميكانيكي، التلييد، حيود الأشعة السينية (XRD) ، الصلادة الدقيقة بطريقة فيكرز.