

EFFET DU TEMPS DE BROYAGE SUR LA FORMATION DE NANOSTRUCTURES Fe Cr Si

F. DJAIDI* and M. AZZAZ

Laboratoire des sciences et de Génie des Matériaux, U.S.T.H.B, BP 32, Bab-Ezzouar,
Algeria.

Résumé

Dans ce présent travail nous avons étudié l'alliage nanostructuré à base de Fer Chrome et Silicium, élaboré à partir de poudres élémentaires pures par la méthode mécanosynthèse pour différents temps de broyage sous argon. Les poudres obtenues sont caractérisées par la diffraction des rayons X (DRX), qui nous a permis d'optimiser le temps de la mise en solution du chrome et du silicium dans le fer pour une vitesse de broyage de 280 tr/min après un temps de broyage de 24h, l'exploitation des pics des rayons X nous a révélés une taille de cristallites de l'ordre de 12.8 nm après 60h de broyage.

Mots clés: caractérisation DRX, alliage métallique, mécanosynthèse, matériaux nanostructurés.

Author Correspondence, e-mail: djaidifatiha@gmail.com

1. INTRODUCTION

Actuellement les matériaux nanonanostructurés ont connus un intérêt scientifique majeur en raison de leurs propriétés physiques, chimiques et mécaniques qui sont différentes de celle des matériaux massif [1] Un intérêt est porté à l'utilisation de ces nanostructures, puisqu'il est possible de moduler leurs propriétés en agissant sur leurs tailles [2].

Une attention particulière a été consacrée aux alliages ternaires Fe-Cr-Si nanostructurés. Plusieurs méthodes de synthèse ont été développées pour élaborer ces derniers ; à titre

d'exemple : $\text{Fe}_{80}\text{Si}_{10}\text{Cr}_{10}$, $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{Cr}_{15}$ et $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.5-x}\text{Al}_{5.5}\text{Cr}_x$ ($x = 0, 2, 4, 6$ wt%) [3-4] Ont été élaboré par la méthode mécanosynthèse .Des lingots de $\text{Fe}_{87.5-x}\text{Si}_{13.5}\text{Cr}_x$ ($x = 0, 4, 8, 12$ at%) ont été préparés dans des fours a induction sous vide puis écraser et ensuite broyer pendant 60h [5]. Dans la présente étude, nous avons choisi d'utiliser la méthode mécanosynthèse pour l'élaboration de nanostructures $\text{Fe}_{58.3}\text{Cr}_{27.1}\text{Si}_{14.6}$. Nous avons ainsi focalisé notre étude sur l'effet d'un seul paramètre qui est le temps de broyage sur la mise en solution et l'évolution de la taille des cristallites.

2. EXPERIMENTAL

Un mélange de poudres pures de Fe (pureté de 95% 300mesh) Si (pureté 99%, 325mesh) et Cr a été placé dans des jarres d'une capacité de 145ml avec 22 billes en acier chromé de diamètres différents sachant que les poudres pures ont été pesées séparément dans les proportions correspondantes $\text{Fe}_{58.3}\text{Cr}_{27.1}\text{Si}_{14.6}$. Le rapport masse de billes sur masse de poudre est de 17 (17 :1). Le choix des billes et des jarres utilisées (en acier chromé) a été fait de façon à réduire le problème de contamination due aux Chocs billes-poudre et poudre-parois de la jarre. La mécanosynthèse a été réalisée dans un broyeur planétaire de marque RETCH PM200 avec une vitesse de rotation de 280 tr/min. Afin d'éviter un chauffage excessif pendant le broyage, chaque 30 minutes de broyage a été suivie d'un arrêt de 15 minutes. Le broyage est réalisé sous atmosphère d'argon pour empêcher l'oxydation de la poudre. Les temps de broyage choisis étaient de : 0.5, 2, 4, 8, 16, 24, 32 et 60 heures.

L'effet de temps de broyage sur La formation d'alliages et sur la taille des cristallites a été étudié au moyen de la diffraction des rayons X

3. RESULTATS ET DISCUSSION

Les diffractogrammes de diffraction RX ont été récoltés dans une gamme angulaire (2θ) allant de 10° à 120° avec un pas angulaire de 0.04° . La Figure 1, montre la superposition des diffractogrammes pour les différents temps de broyage. (0.5h ,2h, 4h, 8h, 16h, 24h, 32h, 60h) ainsi pour les trois éléments pur Fe Cr et Si.

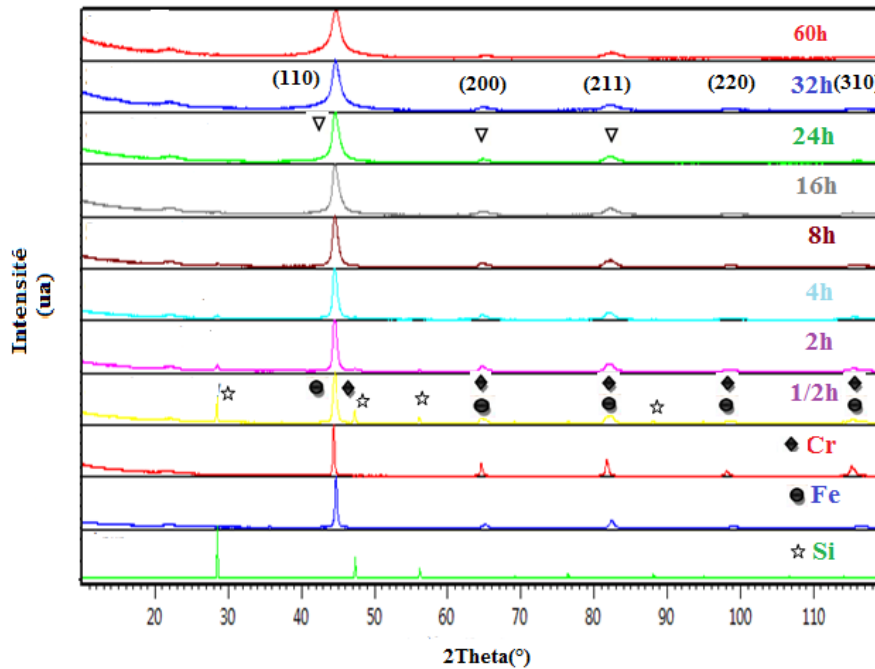


Fig.1. Diffractogrammes correspondants aux huit échantillons de Fe Cr Si élaborés à des
Différent temps de broyage [▽ Fe (Cr,Si)].

Nous avons utilisé le logiciel X-pert HighScore Plus pour l'indexation des spectres Cette indexation a été faite en se référant aux fiches JCPDS (Joint Committee For Powder Diffraction Standards) incluses dans la base de données du logiciel.

A partir de la figure ci-dessus nous observons pour les diffractogrammes des trois éléments purs Fe Cr et Si sans broyage les réflexions correspondant à des éléments avec une structure cubique centré pour Fe et Cr et une structure cubique a faces centrées pour Si.

Il est claire que La diffraction des rayons X révèle un élargissement des pics aux niveaux des plans du type (110), (200), (211), (220) et (310), au fur et à mesure que le temps de broyage augmente. Cette élargissement peut être dû a la diminution relativement continue de la taille des cristallites et, ou l'effet des microdéformations. Ces résultats sont confirmés par d'autres chercheurs [6-8]. Le tableau1 montre l'évolution de la taille des cristallites moyenne déterminée par la méthode Williamson hall. En observant l'évolution de l'allure des pics de DRX de l'alliage obtenu et en effectuant un affinement des pics par le logiciel Hight score plus ; On peut conclure que la mise en solution du chrome et du silicium dans le fer est atteinte après 24h de broyage, cela justifie la disparition totale des pics de Si et Cr.

Table 1. Evolution de la taille des cristallites pour les temps de broyage

(8h, 16h, 24h, 32h, 60h)

Temps broyage	Taille des cristallites
60h	12.8nm
32h	17.7nm
24h	17.8nm
16h	41.9nm
	61.9nm
8h	

4. CONCLUSION

Nous avons réussi l'élaboration par la méthode mécanosynthèse des nanostructures de $\text{Fe}_{58.3}\text{-Cr}_{27.1}\text{Si}_{14.6}$ avec une absence d'impuretés ; Nous avons déterminé à partir de la DRX le temps de la mise en solution de l'alliage Fe (Cr Si) pour un temps de broyage de 24h. Selon les diffractogrammes de RX nous avons observé l'influence du Temps de broyage sur la mise en solution ainsi sur l'évolution de la taille des cristallites qui présentent un caractère nanométrique de l'ordre de 12.8nm pour un temps de broyage de 60h.

5. REFERENCES

- [1]. Koch CC. Top-Down Synthesis of Nanostructured Materials: Mechanical and Thermal Processing Methods. *RevAdvMaterSci*. 2003;5:91-99.
- [2]. Piolet R, Synth RP, Piolet R. Synthèse hydrothermale de nanoparticules de ZnO a du point critique : compréhension des étapes de germination et de croissance. 2014.
- [3]. Bensebaa.Z, B. Bouzabata. Characterization of the $\text{Fe}_{90-x}\text{Si}_{10}\text{Cr}_x$ ($x = 10, 15$) nanostructured powders prepared by mechanical alloying. *Journal of New Technology and Materials* 2012;2:26-29.

- [4]. Zhou TD, Tang JK, Wang ZY. Journal of Magnetism and Magnetic Materials Influence of Cr content on structure and magnetic properties of Fe – Si – Al – Cr powders. *J Magn Magn Mater.* 2010;322(17):2589-2592. doi:10.1016/j.jmmm.2010.03.026.
- [5]. Zou BF, Zhou TD, Hu J. Journal of Magnetism and Magnetic Materials Effect of amorphous evolution on structure and absorption properties of FeSiCr alloy powders \$. 2013;335:17-20. doi:10.1016/j.jmmm.2013.01.011.
- [6]. Ren Z, Li ST, Luo HZ. Structure and magnetic properties of Fe₂CoGe synthesized by ball-milling. *Phys B Condens Matter.* 2010;405(13):2840-2843. doi:10.1016/j.physb.2010.04.008.
- [7]. Bergheul S, Otmane F, Azzaz M. Structural and microwave absorption properties of nanostructured Fe-Co alloys. *Adv Powder Technol.* 2012;23(5):580-582. doi:10.1016/j.appt.2011.06.004.
- [8]. Haddad A, Azzaz M. Eddy Current Characterization of (Fe₆₅Co₃₅)_xAl_{1-x} Nanocrystalline Alloy Synthesized by Mechanical Alloying Process. *Key Eng Mater.* 2013;550:71-78. doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.550.71.