

# Alliages granulaires de $\text{Cu}_{80}\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{10}$ préparés par hypertrempe, étude micro-structurale par EFTEM et EDX

G. Y. Wang<sup>a</sup>, S. Cazottes<sup>b</sup>, P. Ochin<sup>a</sup>, A. Fnidiki<sup>b</sup>, D. Lemarchand<sup>b</sup>, et F. Danoix<sup>b</sup>

<sup>a</sup> ICMPE (ex. C.E.C.M.), UMR CNRS 7182, 94407 Vitry sur Seine, France

<sup>b</sup> Groupe de Physique des Matériaux, GPM, UMR CNRS 6634, 76801 Saint-Etienne du Rouvray, France

**Résumé** - Le système ternaire Cu-(Fe,Ni) est connu pour développer une magnétorésistance géante significative [1-3]. Cette magnétorésistance géante est due à la présence de précipités magnétiques nanométriques (Fe,Ni), isolés les uns des autres par une matrice non magnétique de Cu. Le ruban  $\text{Cu}_{80}\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{10}$  (at%) élaboré par fusion et hypertempe est constitué, dans l'état brut de trempe, de particules nanométriques de  $\gamma$ -(Fe,Ni) de structure cfc isolées dans une matrice de cuivre cfc. Le diamètre moyen des particules est de l'ordre de 5 nm. Les études de EFTEM (energy filtered transmission electron microscopy) et la microanalyse EDX ont porté sur l'évolution de la microstructure du ruban en fonction de la température de recuit, elles ont permis de mettre en évidence cette phase riche en FeNi qui est à l'origine de magnétorésistance géante.

## 1. Introduction et étude thermodynamique

Le système ternaire Cu-(Fe,Ni) est connu pour développer une magnétorésistance géante significative [1-3]. Cette magnétorésistance géante est due à la présence de précipités magnétiques nanométriques (Fe,Ni), isolés les uns des autres par une matrice non magnétique de Cu. Alors que le nickel est miscible dans le Cuivre, le fer présente une lacune d'immiscibilité importante dans le cuivre que l'on retrouve dans le système ternaire Cu-Fe-Ni. La phase  $\gamma$  cfc, présente à haute température, se décompose en 2 phases cfc  $\gamma_1$  et  $\gamma_2$ ,  $\gamma_1$  est la phase riche en Cu,  $\gamma_2$  est la phase riche en (Fe, Ni).

$\text{Cu}_{80}\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{10}$  est préparé en deux étapes : un pré-alliage a été formé par fusion sous arc qui contient les concentrations voulues en Cu, Fe et Ni, puis ce pré-alliage a été solidifié sous forme de ruban par trempe rapide ( $\sim 10^6$  °/s) sur une roue en rotation (Fig. 1). Le but est d'obtenir des échantillons dont la microstructure se rapproche le plus possible d'une solution solide, puis de faire apparaître les phases  $\gamma_1$  et  $\gamma_2$  par des recuits. Trois échantillons sont étudiés, l'un à l'état brute de trempe, l'un recuit à 400°C pendant 2 heures, et le dernier recuit à 600°C pendant 24 heures.

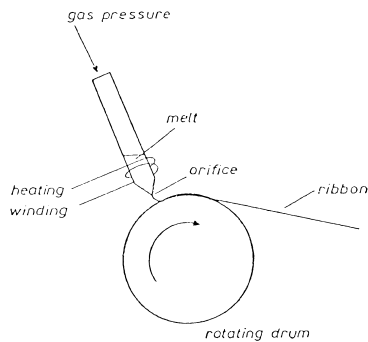


Figure 1 Schéma de la trempe rapide sur une roue.

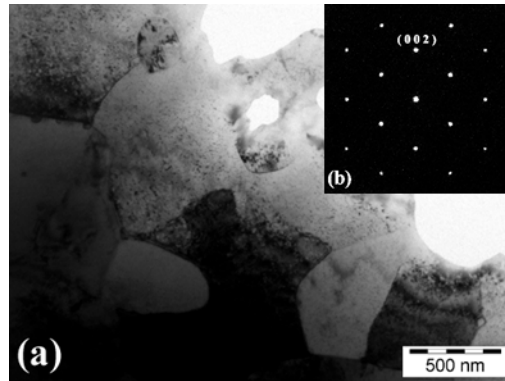


Figure 2 (a) Image des grains de  $\text{Cu}_{80}\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{10}$  et (b) diffraction d'un grain orienté dans l'axe [110]

## 2. Études micro-structurales

Les études micro structurales sont effectuées à l'aide d'un MET ( microscope électronique en transmission) Tecnai F20, opérant à 200 KV, équipé d'un FEG (Field emission gun) , d'un GIF (Gatan imaging filter), et d'un spectromètre EDX EDAX (détecteur Si-Li). Les lames minces pour les observation en MET sont préparées par amincissement ionique (Gatan PIPS ).

La figure 2(a) montre une image en champs clairs des grains de  $\text{Cu}_{80}\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{10}$ , la taille des grains varie de 0,5  $\mu\text{m}$  à quelques  $\mu\text{m}$ , le diagramme de diffraction électronique d'un grain 2(b) montre une structure cfc qui ne permet pas de distinguer les phases  $\gamma_1$  (riche en Cu) et  $\gamma_2$  (riche en FeNi), en effet elles ont la même structure cristallographique cfc avec des paramètres de maille assez proches, et sont orientées dans la même direction cristallographique. Ainsi, les images classiques en champs clairs ou sombres, ainsi que la diffraction d'électrons ne permettent pas de mettre en évidence l'existence de ces deux phases. Les images EFTEM réalisées par GIF (Fig. 3) de ce même échantillon montrent la présence de petites particules (environ 4 nm de diamètre ) riche en Fe et Ni (phase  $\gamma_2$ ) dans la matrice de Cu ; le faible contraste de la carte du nickel provient du fait que Ni est

partiellement miscible avec Cu. La figure 4 montre les images EFTEM du même composé mais après un recuit à 600°C pendant 24 heures, on constate que les particules riche en Fe et Ni ont considérablement grossi (~20 nm de diamètre), et ont une forme sphérique bien définie. La carte du nickel est bien plus contrasté car d'avantage d'atomes de Ni ont migré depuis la matrice vers la phase  $\gamma_2$ .

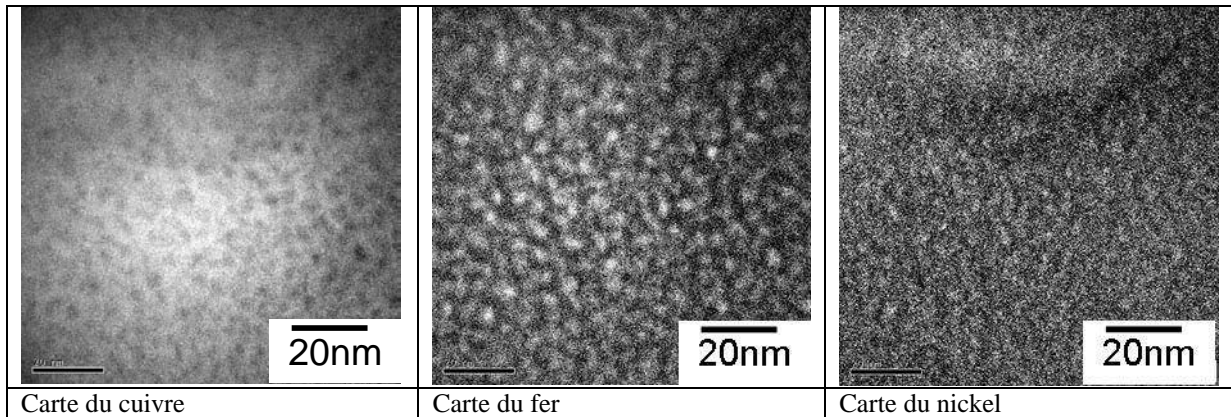


Figure 3. Images EFTEM d'un grain de  $Cu_{80}Fe_{10}Ni_{10}$

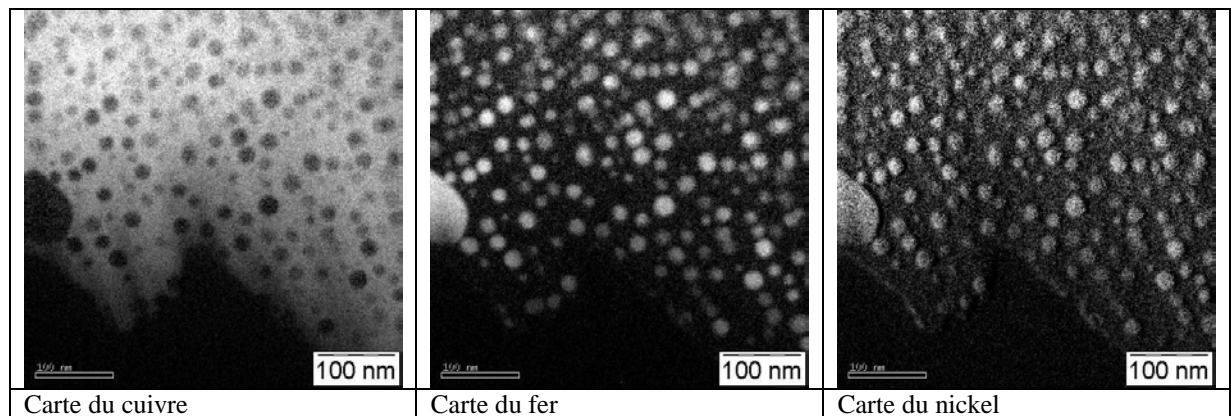


Figure 4. Images EFTEM d'un grain de  $Cu_{80}Fe_{10}Ni_{10}$  après recuit à 600°C pendant 24 heures

Nous avons analysé la composition des phases  $\gamma_1$  et  $\gamma_2$  de l'échantillon après un recuit à 600°C par le spectrométrie EDX (tableau 1), les résultats sont assez proches de ceux calculés par la simulation Thermocalc®.

	$\gamma_1$				$\gamma_2$			
	Fv	Cu	Ni	Fe	Fv	Cu	Ni	Fe
Thermocalc® prediction	82.08	95.48	4.26	0.26	17.92	9.10	36.31	54.59
Experimental measurements	81	91	7	2	19	11	36	53

Tableau 1 : Fraction volumique et composition des phases  $\gamma_1$  et  $\gamma_2$  simulées par Thermocalc et analysées par EDX

### 3. Conclusion

Les alliages granulaires de composition  $Cu_{80}Fe_{10}Ni_{10}$  sont préparés par fusion puis trempe rapide sur une roue en rotation, les études EFTEM et EDX ont permis de mettre évidence la présence d'une phase  $\gamma_2$  formée de particules de taille nanométrique (4-6 nm), de structure cfc, riches en FeNi incorporée dans une matrice de phase  $\gamma_1$  cfc, riche en Cu, jusqu'à présent non observée directement. Le traitement thermique à 600°C abouti à la coalescence des particules de phase  $\gamma_2$  de 20 nm dont la composition analysée est assez proche de celle calculée par la simulation Thermocalc®. Cette phase  $\gamma_2$  est à l'origine de la magnétorésistance géante.

### 4. Références

- [1] L.H. Chen, S. Jin, T.H. Tiefel, S.H. Chang, M. Eibschütz, Physical Review B, vol **49**, number **13**, (1994) 91-94.
- [2] M. Barrico, E. Bosco, G. Acconciaioco, P. Rizzi, M. Coisson, Materials Science Engineering, A **375.377** (2004), 1019-1023
- [3] L.H. Chen, S. Jin, T.H. Tiefel, S.H. Chang, M. Eibschütz, J. Appl. Phys. **79**, (8), April (1996).