

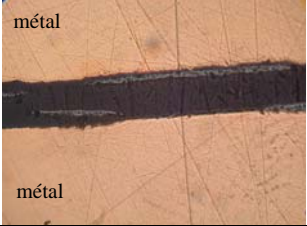
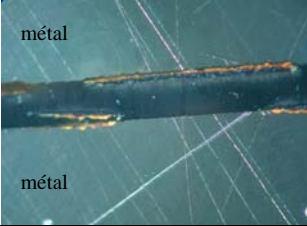
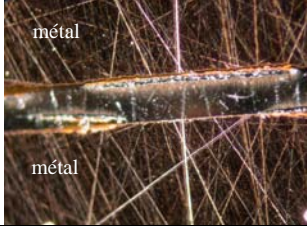
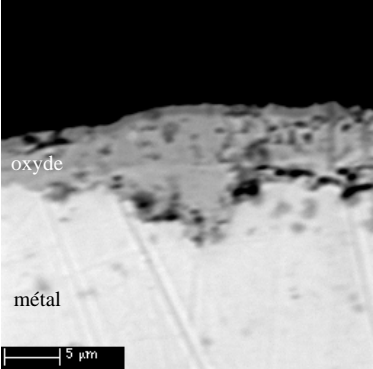
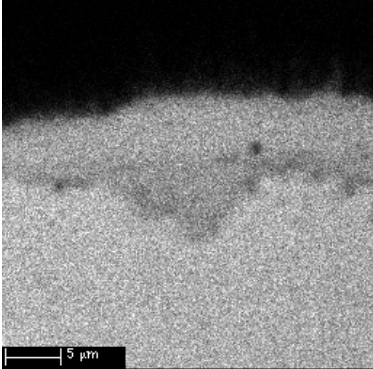
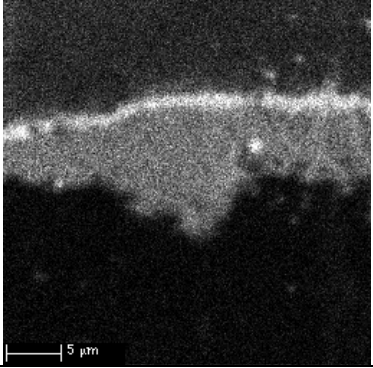
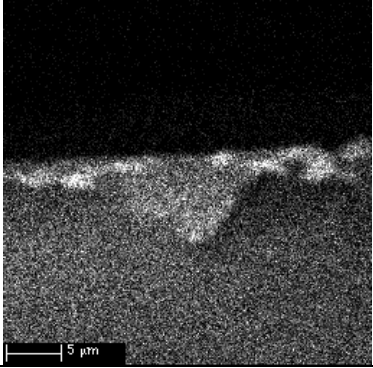
Annexe 5

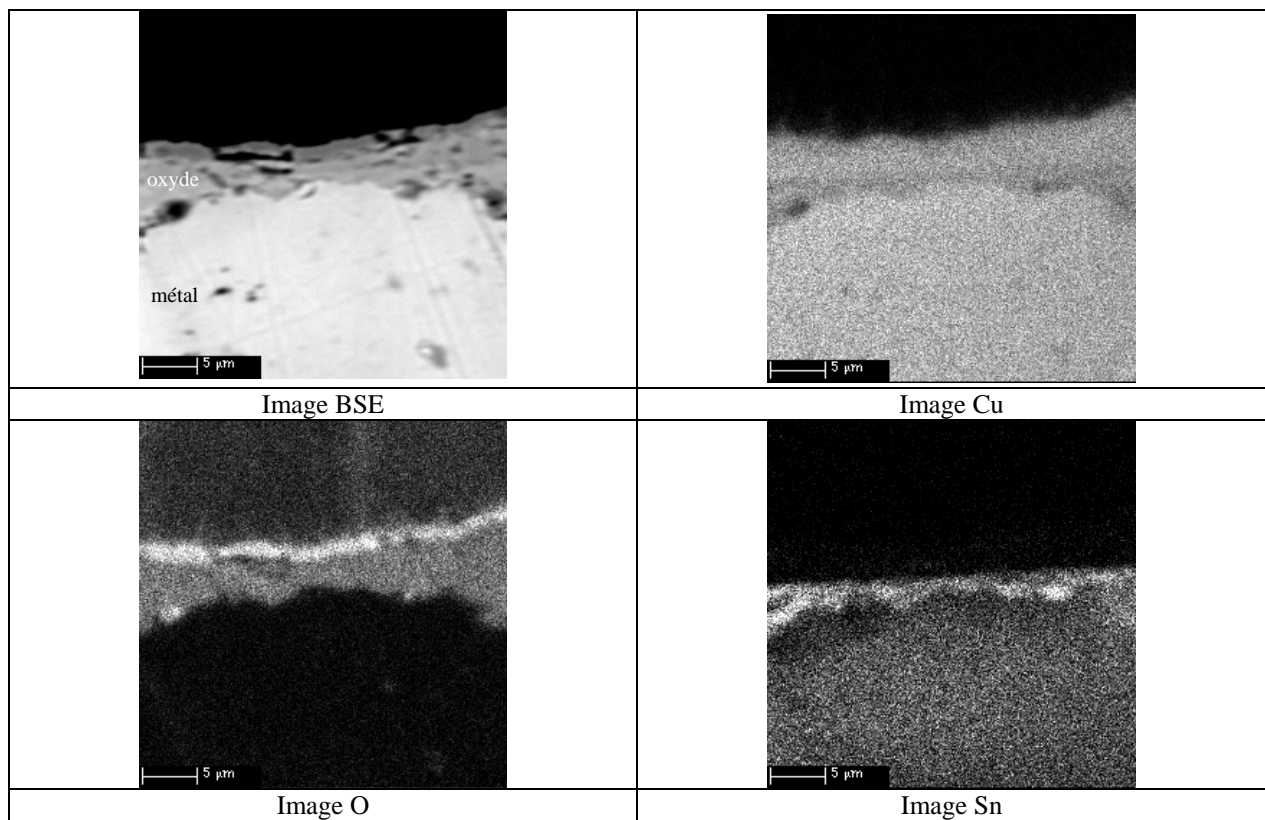
Résultats MEB, Microsonde et

Diffraction X de l'étude sur les coupons

CuSn oxydés à haute température

1 Etude à 385°C du CuSn5

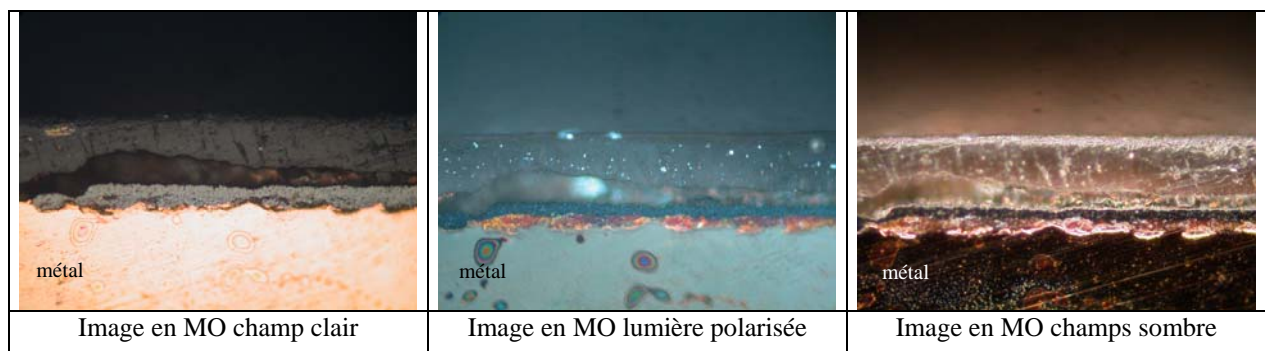
		
Image en MO champ clair	Image en MO lumière polarisée	Image en MO champ sombre
		
Image BSE	Image Cu	
		
Image O	Image Sn	

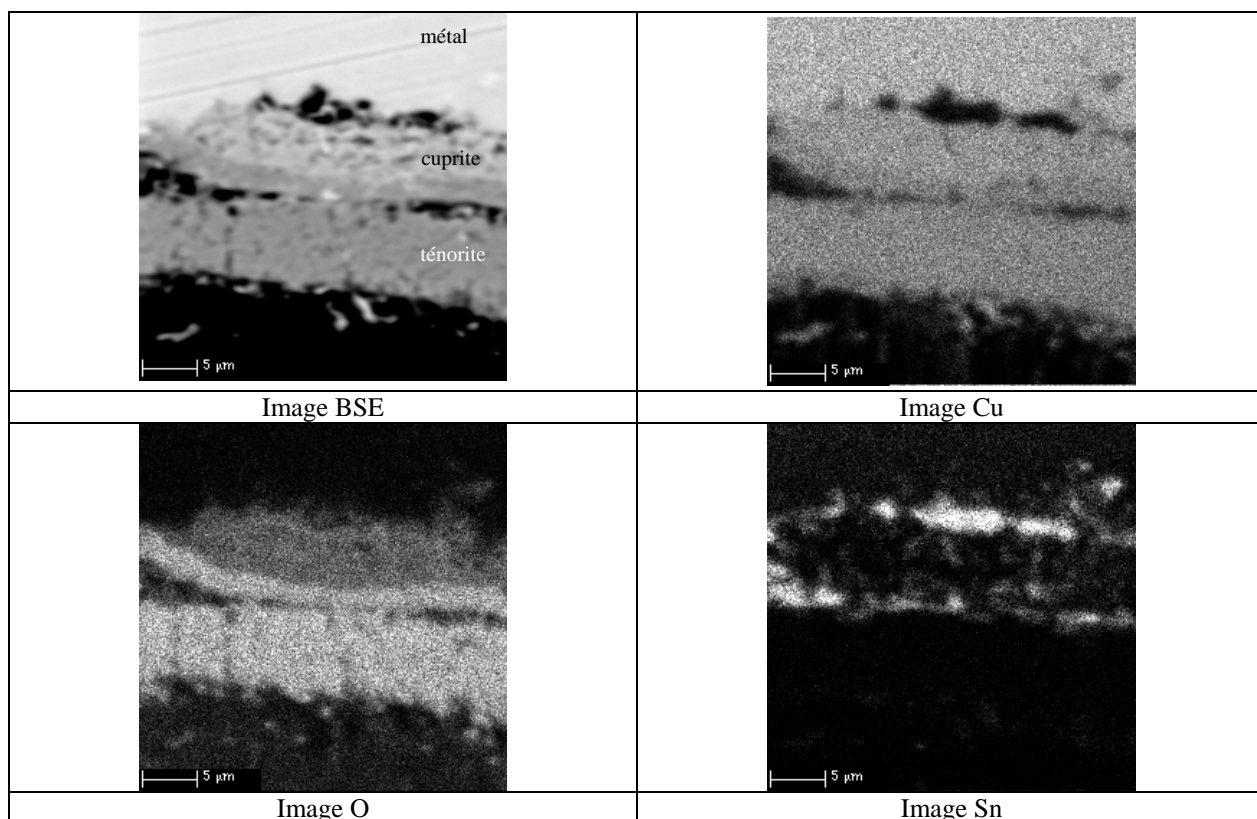
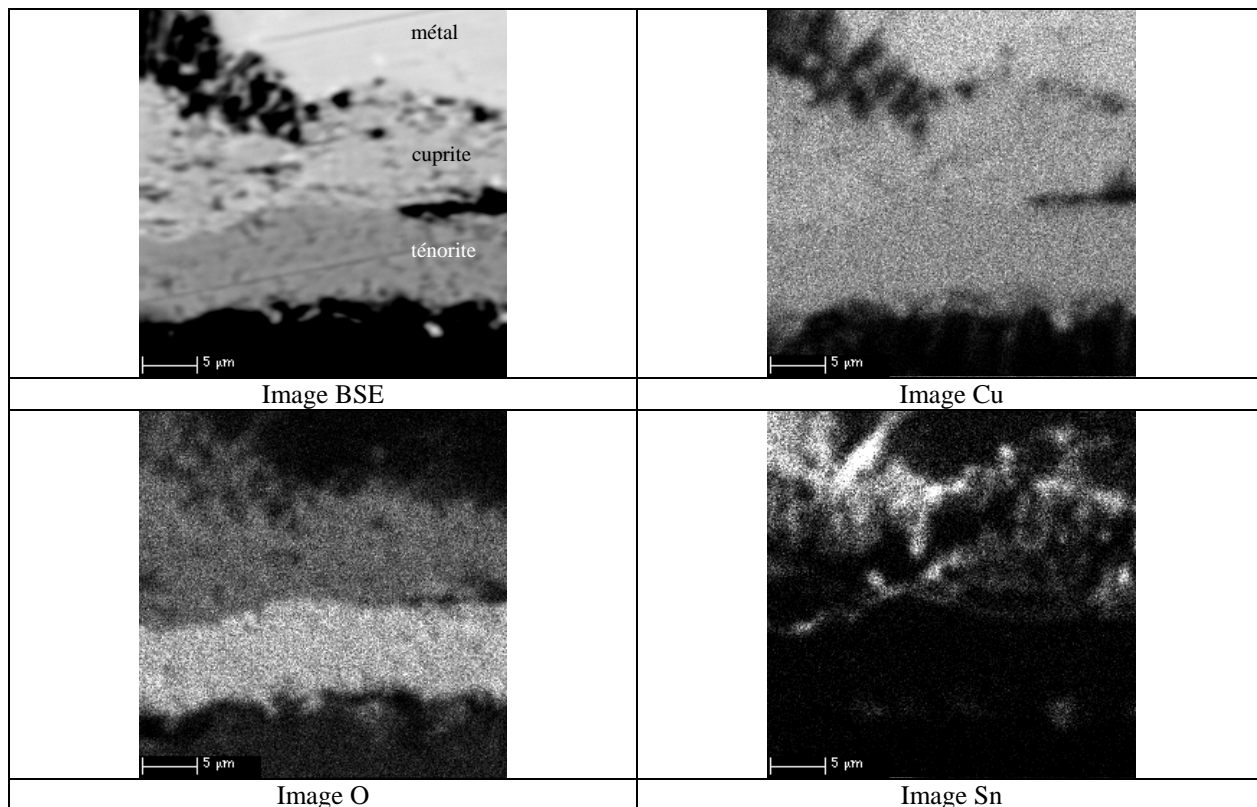


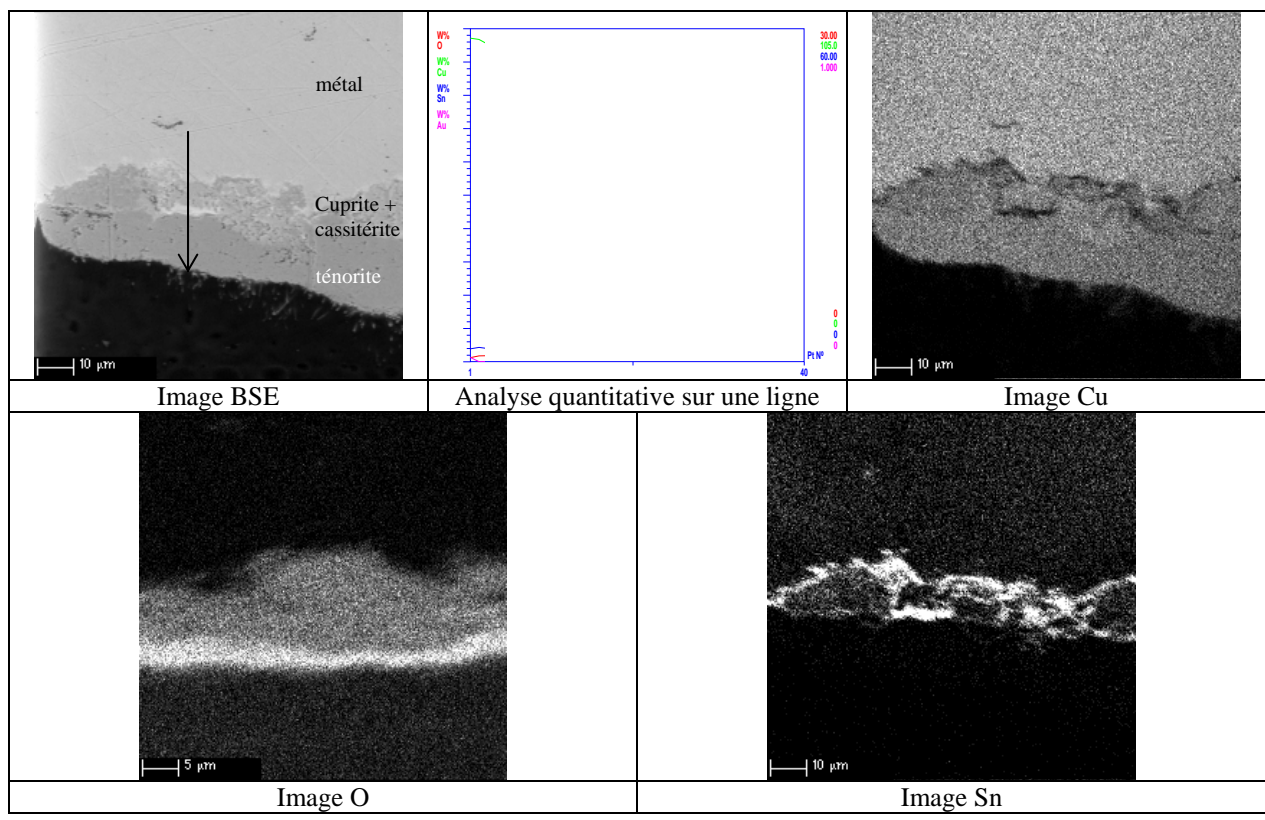
Les cartographies élémentaires permettent de bien localiser la couche de ténorite (particulièrement visible sur la cartographie de l'oxygène) et la répartition de l'étain, présent uniquement dans la partie inférieure de la couche de cuprite.

2 Etude à 560°C du CuSn5, CuSn10, CuSn25

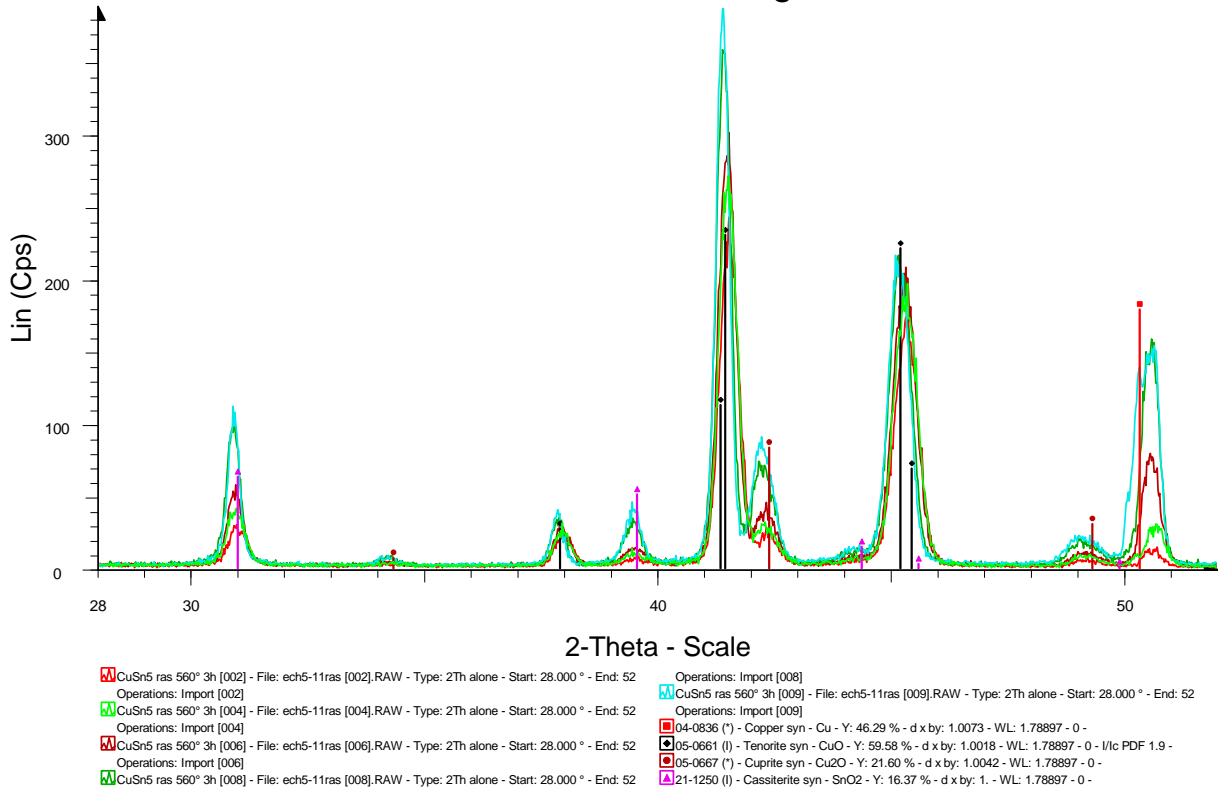
2.1 CuSn5







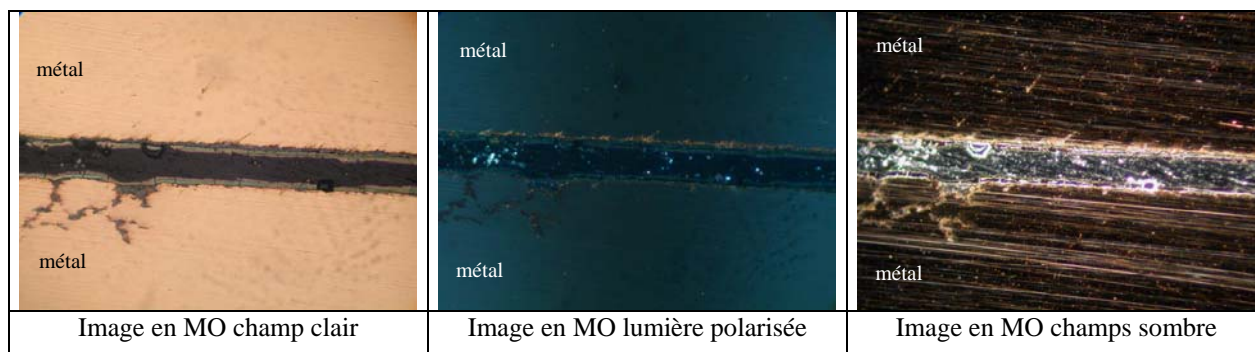
CuSn5 560°C Petits angles



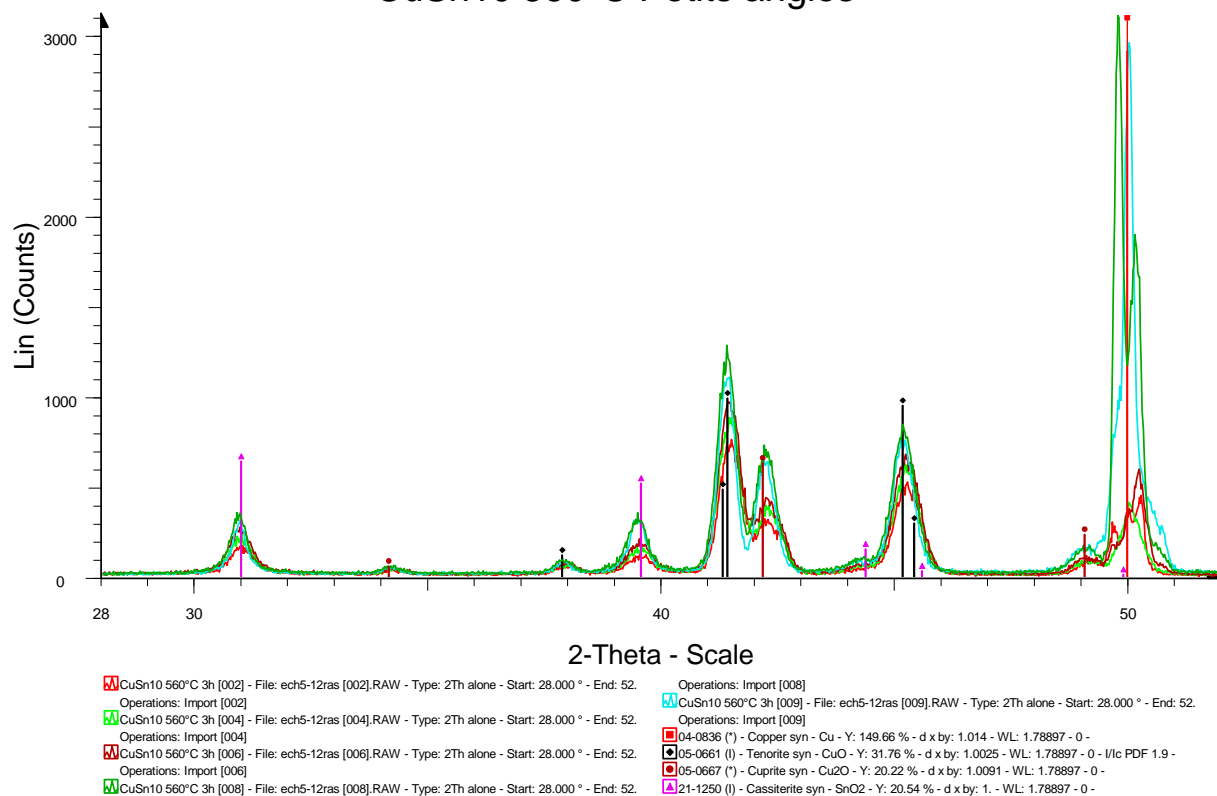
Diffractogrammes obtenus sur du CuSn5 oxydé à 560°C pendant 3h à différents angles d'incidence :
 2 (rouge), 3 (vert clair), 4 (brun), 10 (vert foncé) et 15 (turquoise) degrés.

On remarque que le signal de la ténorite (repérée par des traits verticaux noirs) évolue très peu avec l'angle d'incidence alors que celui de la cuprite (en brun) et de la cassitérite (en rose) sont très faibles aux petits angles et augmentent brusquement à partir de 10 degrés confirmant ainsi l'ordre de succession des couches.

2.2 CuSn10



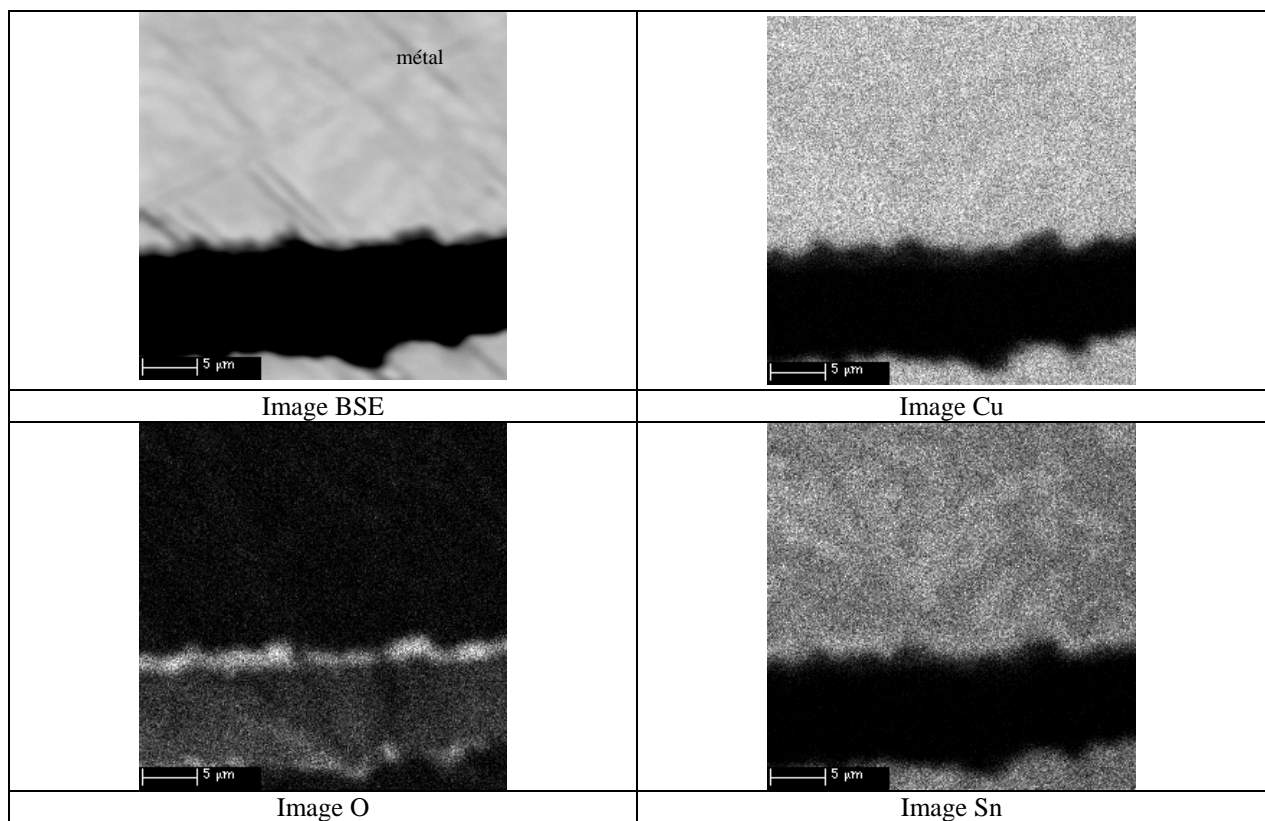
CuSn10 560°C Petits angles



Diffractogrammes obtenus sur du CuSn5 oxydé à 560°C pendant 3h à différents angles d'incidence : 2 (rouge), 3 (vert clair), 4 (brun), 10 (vert foncé) et 15 (turquoise) degrés.

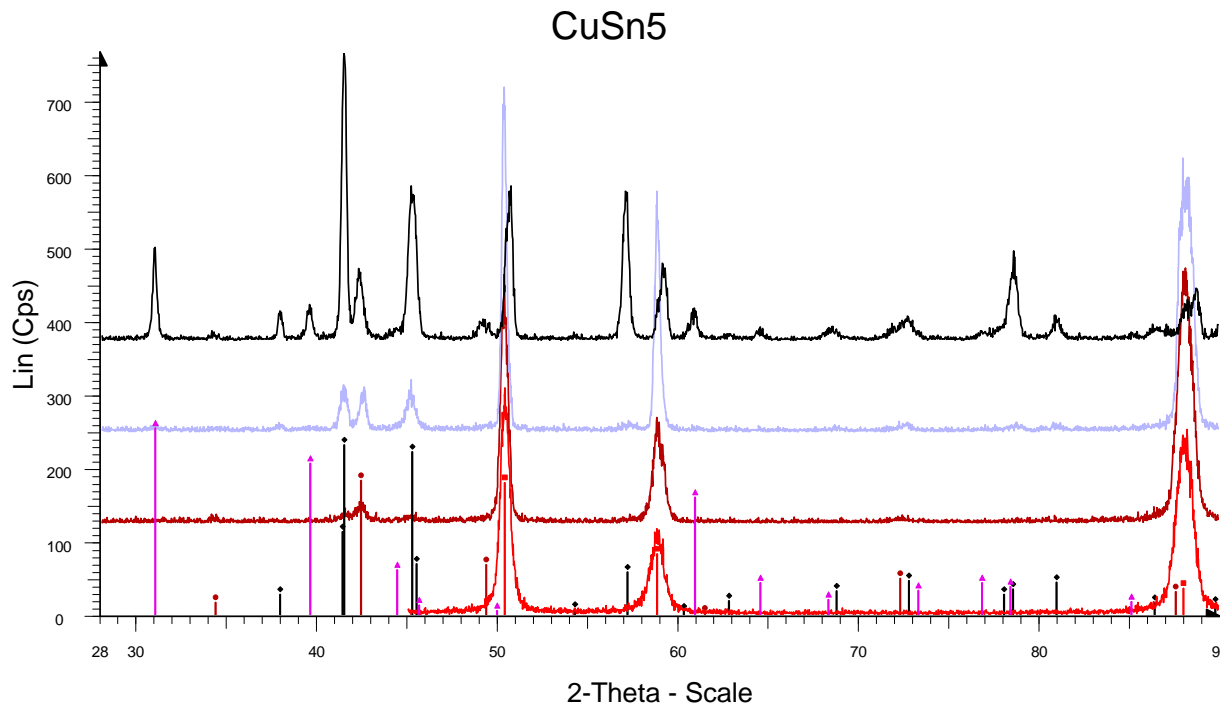
On remarque que le signal de la ténorite (repérée par des traits verticaux noirs) évolue très peu avec l'angle d'incidence alors que celui de la cuprite (en brun) et de la cassitérite (en rose) sont très faibles aux petits angles et augmentent brusquement à partir de 10 degrés confirmant ainsi l'ordre de succession des couches.

2.3 CuSn25



3 Comparaison des diffractogrammes obtenus pour chaque alliage après 3 heures d'oxydation à chaque température

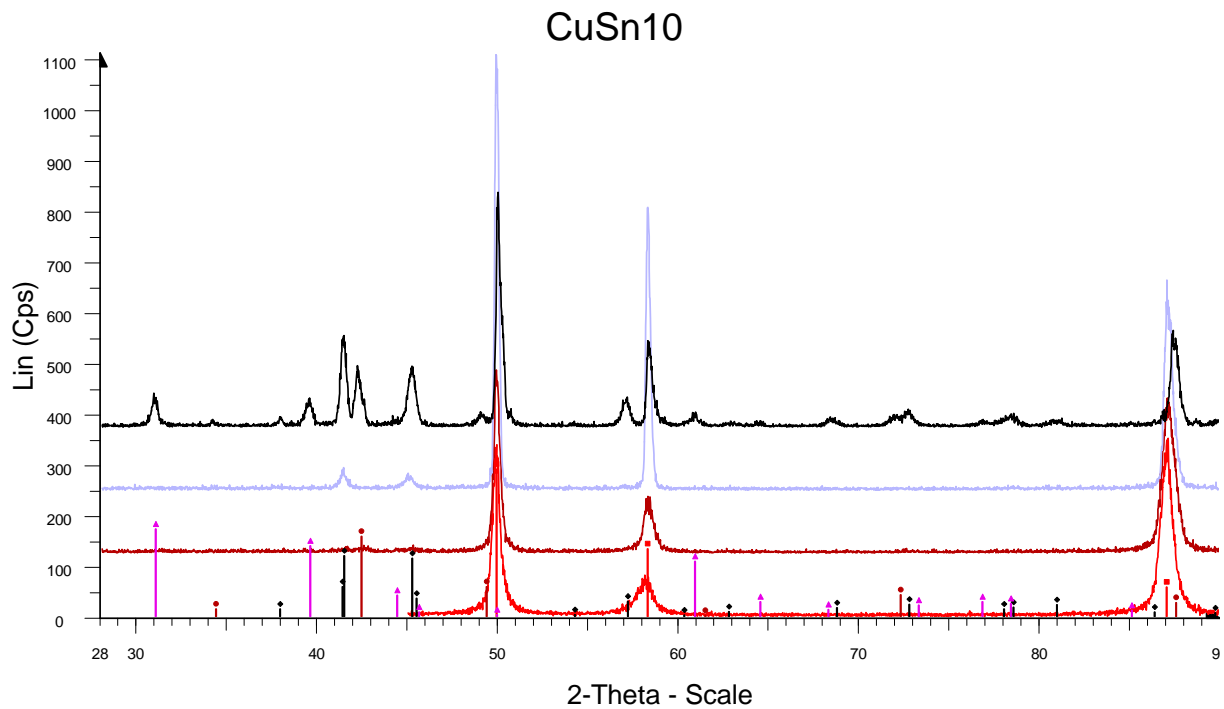
3.1 CuSn5



Diffractogrammes du CuSn5 poli (en rouge), après trois heures d'oxydation à 260°C (en brun), à 385°C (en gris), à 560°C (en noir).

On remarque la présence presque unique de cuprite à basse température, la croissance de la ténorite dès 385°C et enfin l'importance majeure de la ténorite à haute température et la mise en évidence de la cassitérite.

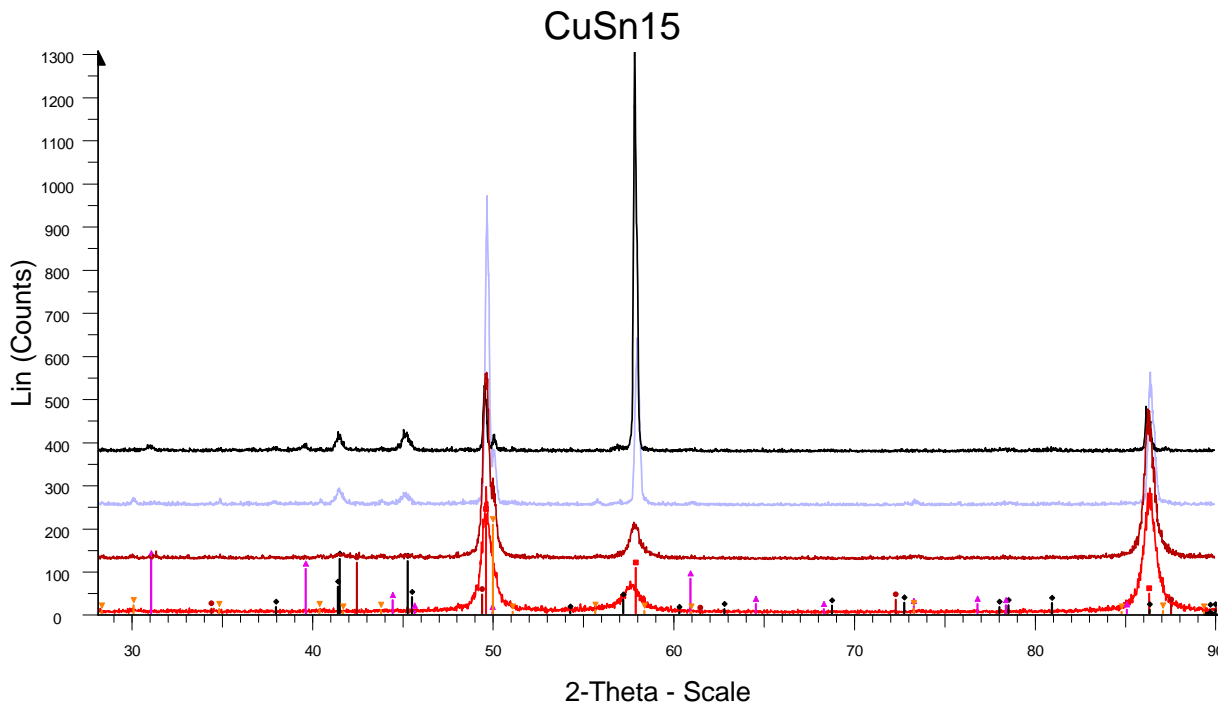
3.2 CuSn10



Diffractogrammes du CuSn10 poli (en rouge), après trois heures d'oxydation à 260°C (en brun), à 385°C (en gris), à 560°C (en noir).

On remarque comme sur CuSn5 la présence presque unique de cuprite à basse température, la croissance de la ténorite dès 385°C et enfin l'importance majeure de la ténorite à haute température et la mise en évidence de la cassitérite. La hauteur plus faible des pics témoigne de l'épaisseur plus fine des couches et donc de la résistance plus grande à l'oxydation de cet alliage.

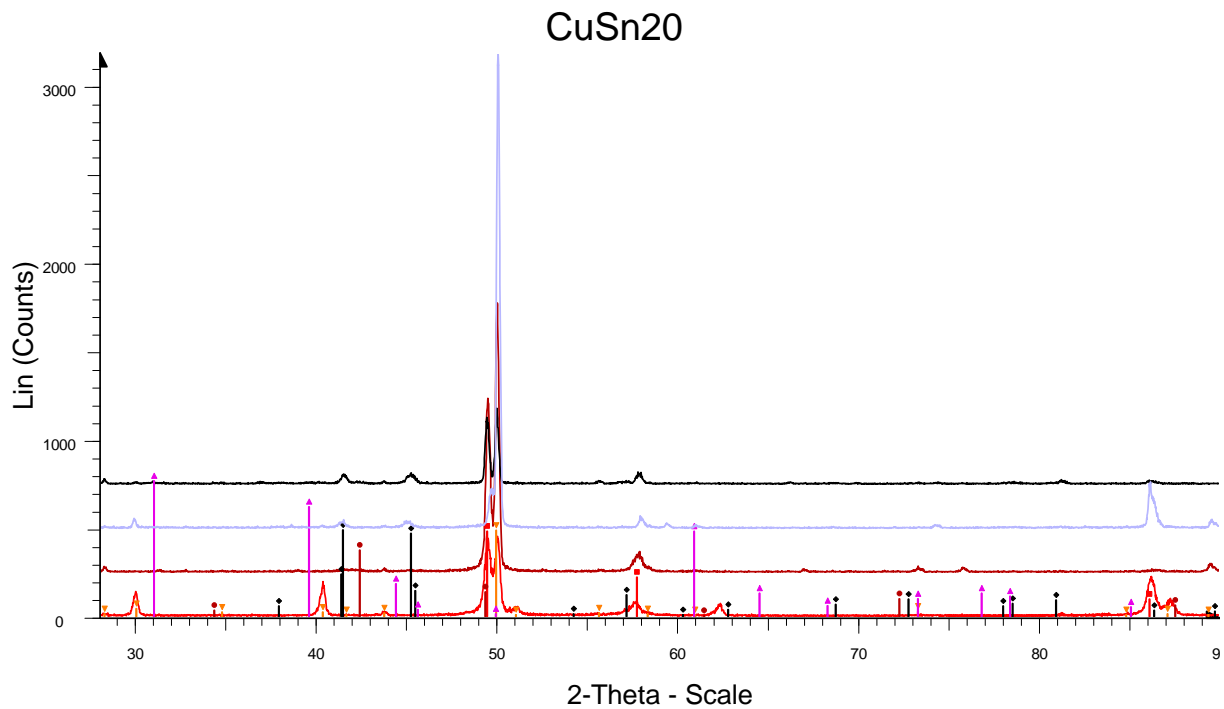
3.3 CuSn15



Diffractogrammes du CuSn15 poli (en rouge), après trois heures d'oxydation à 260°C (en brun), à 385°C (en gris), à 560°C (en noir).

On remarque comme sur CuSn5 et CuSn10 la présence presque unique de cuprite à basse température, la croissance de la ténorite dès 385°C et enfin l'importance majeure de la ténorite à haute température et la mise en évidence de la cassitérite. La hauteur plus faible des pics témoigne de l'épaisseur plus fine des couches et donc de la résistance plus grande à l'oxydation de cet alliage. On peut noter l'épaulement des pics du cuivre qui signale l'apparition d'une faible quantité de phase delta (marquée en orange).

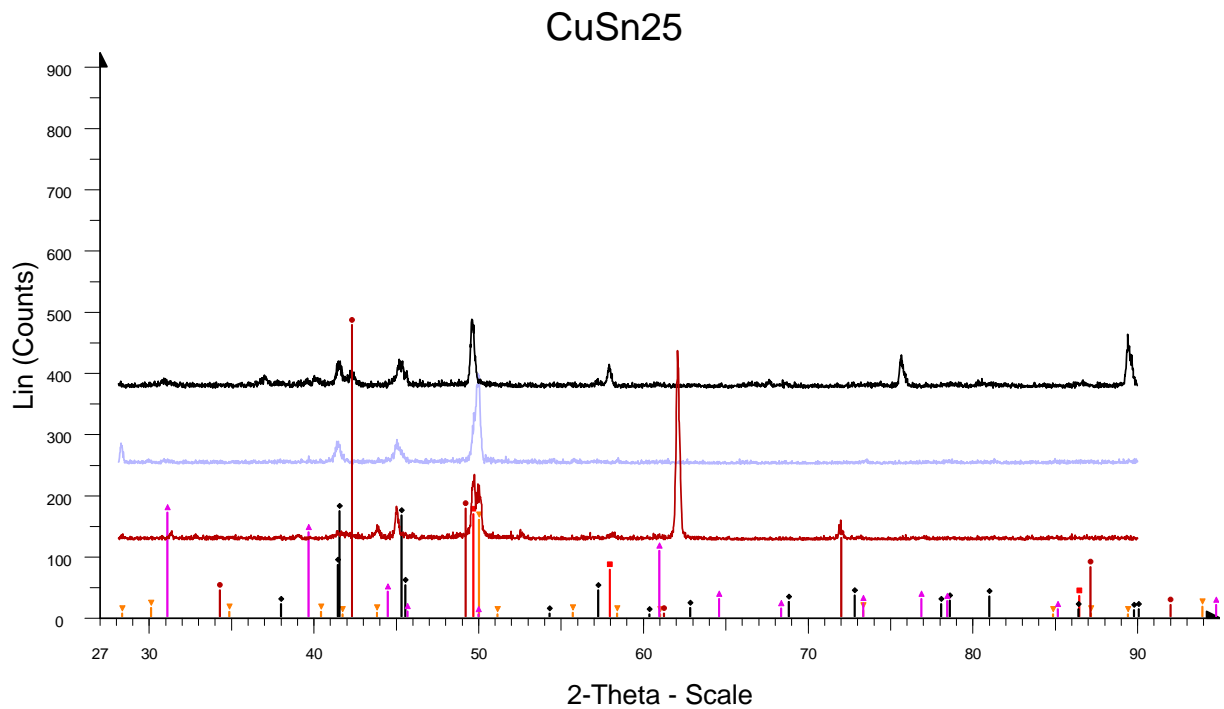
3.4 CuSn20



Diffractogrammes du CuSn20 poli (en rouge), après trois heures d'oxydation à 260°C (en brun), à 385°C (en gris), à 560°C (en noir).

On remarque comme sur les autres alliages la présence presque indétectable de cuprite à basse température, la croissance de la ténorite dès 385°C et enfin l'importance majeure de la ténorite à haute température, les deux autres phases cuprite et cassitérite ont un signal extrêmement faible. La hauteur plus faible des pics témoigne de l'épaisseur plus fine des couches et donc de la résistance plus grande à l'oxydation de cet alliage. On peut noter l'apparition de la phase delta (marquée en orange).

3.5 CuSn25



Diffractogrammes du CuSn25 après trois heures d'oxydation à 260°C (en brun), à 385°C (en gris), à 560°C (en noir).

On remarque contrairement aux autres alliages la présence de ténorite dès les basses températures, l'importance majeure de la ténorite à haute température, les deux autres phases cuprite et cassitérite ont un signal extrêmement faible. La hauteur plus faible des pics témoigne de l'épaisseur plus fine des couches et donc de la résistance plus grande à l'oxydation de cet alliage. On peut noter l'apparition de la phase delta (marquée en orange) ainsi que d'un pic non identifié sur le diffractogramme obtenu sur l'échantillon oxydé à 260°C.