

MEMOIRE

Présentée par
Hayam DRICI

Pour l'obtention de diplôme de

Master

Filière : Physique

Spécialité : Physique Des Matériaux

Thème

*Elaboration par mécanosynthèse et caractérisation de l'alliage
nanostructuré binaire Fe-Pb*

Soutenue le : 20 Juin 2018

Devant le Jury composé de :

Dr. Lamrous	Douniazed	Univ.de Chadli Ben Djedid	Présidente
Dr. Hafs	Ali	Univ.de Chadli Ben Djedid	Rapporteur
Dr. Aroussi	Soumaya	Univ.de Chadli Ben Djedid	Examinatrice

Année Universitaire : 2017/2018



Remerciement

الحمد لله وكفى وصلى الله على الحبيب المصطفى

Louange à Allah pour m'avoir permis de mener à terme ce travail qui a été réalisé au Laboratoire de physico-chimie des matériaux à l'université Chadli Ben Djedid El-Tarf.

*Mes premiers remerciements s'adressent à mon encadreur M^r **Hafs Ali** Maître de conférence à l'université d'El-Tarf, je tiens à le remercier de m'avoir proposé ce sujet et me diriger toutes l'année, qui j'espère pouvoir transmettre ma gratitude pour ses conseils, ses encouragements et pour tous les efforts qui a fait pour moi. Merci à lui pour son disponibilité, pour les discussions très intéressantes que nous avons pu avoir. Du fond du cœur, un grand merci !*

*Je remercie infiniment M^{me} **Tebib Wassila**, la directrice de laboratoire de physico-chimie à l'université d'El-Tarf de m'avoir accueilli et d'avoir mis à ma disposition les moyens nécessaires pour élaborer notre poudres. Je tiens à remercier **Wafa**, qui m'a aidé à peser les poudres.*

*J'exprime mes remerciements à M^r **Redouani Locif**, Maître de conférence à l'université d'El-Tarf, pour avoir effectué les essais des rayons X.*

*Je remercie Le Docteur **Lamrous Douniazed** pour avoir accepté de présider le jury de ce travail, ainsi que le Docteur **Aroussi Soumaya** de L'université d'El-Tarf, qui m'a fait l'honneur d'être examinateur de ce mémoire.*

J'exprime ma reconnaissance à tous mes enseignants de l'Université Chadli Ben Djedid El-Tarf.

Un remerciement spécial à mes très chers parents – que Dieu les gardes -, à ma sœur et mes frères, qui m'ont toujours soutenu durant mes années d'études autant financièrement que moralement. Ce travail est le fruit coûteux de tout un parcours pour lequel je vous serais toujours débitrice. Je leur dois en partie ce que je suis aujourd'hui.

A vous tous, Merci !



Dédicace

*Avec un énorme plaisir, un cœur ouvert et une immense
joie, que je dédie mon travail
À mes très chers, respectueux et magnifiques parents qui
m'ont soutenu tout au long de ma vie.*

À ma sœur Aya,

À mes frères Taki et Adam,

Et en particulier à mon fiancé Nadir,

*À mes très chères Soudjoud, Maroua, Ismahane, Wissam
Narimen, Iman, Nihal et Hana,*

À toute ma famille

*À toute personnes qui m'ont encouragé ou aidé au long de
mes études.*

Hayam

Liste des figures

Figure	Titre	Page
Figure I. 1	Représentation schématique des grains et joints de grains d'un nanomatériau.	5
Figure I.2	Classification des nanostructures selon leur dimensionnalité	6
Figure I.3	Les approches «bottom-up» et «top-down».	8
Figure I.4	Classification des architectures de nanomatériaux magnétiques suivant l'ordre de la dimensionnalité du nano-objet et de la topologie	9
Figure I.5	Schéma de la dynamique, fragmentation et de ressoudage des poudres lors d'un choc bille-bille	11
Figure I.6	Principe de la mécanosynthèse.	12
Figure I. 7	cycle d'hystérésis d'un matériau magnétique	15
Figure I.8	Cycle d'hystérésis d'un matériau magnétique dur	16
Figure I.9	Cycle d'hystérésis d'un matériau magnétique doux.	16
Figure I.10	Diagramme d'équilibre du système Fe-Pb	18
Figure II.1	boite à gants	22
Figure II.2	Broyeur planétaire, de marque commerciale Retsch PM 400 (modèle Pulvérisette 7), utilisé pour la mécanosynthèse des alliages	23
Figure II.3	Représentation schématique des rotations relatives de la jarre de broyage et du plateau solaire	24
Figure II.4	Illustration du mouvement relatif de jarre et des billes au cours du broyage	24
Figure II.5	Diffractomètre Bruker D8 Advance	26
Figure II.6	Diffraction des rayons X par une structure cristalline	27
Figure II.7	Configuration du goniomètre en mode θ - θ : a) goniomètre utilisé b) principe	27
Figure II.8	Illustration d'un pic de DRX.	29
Figure II.9	Schéma simplifié du principe de la mesure par VSM.	30
Figure II.10	Magnétomètre à échantillon vibrant MICROSENSE de modèle EV7.	31
Figure III.1	Evolution des diffractogrammes des rayons X de la poudre du $Fe_{90}Sb_{10}$ en fonction du temps de broyage	35
Figure III.2	Superposition de la réflexion de Bragg de l'intense (110) et (211) pour les différents temps de broyage	35
Figure III.3	Evolution du paramètre de cristallin en fonction du temps de broyage	36
Figure III.4	Evolution de la taille des grains en fonction du temps de broyage	37
Figure III.5	Courbes d'aimantation en champ parallèle (//) mesurée au VSM (Cycles d'hystérésis) des poudres $Fe_{90}Pb_{10}$	38
Figure III.6	Courbes d'hystérésis enregistrées pour les échantillons broyés 0 ,2 ,3 et 4 heures, respectivement. Dans le détail est montrée la zone à bas champ, utilisé pour la détermination du champ coercitif.	39

<i>Figure III.7</i>	<i>Variation de H_c en fonction du temps de broyage</i>	<i>40</i>
<i>Figure III.8</i>	<i>Variations de l'aimantation rémanente, M_r, pour $Fe_{90}Pb_{10}$ en fonction de la durée du broyage.</i>	<i>41</i>
<i>Figure III.9</i>	<i>Variations de l'aimantation à saturation, M_s, pour $Fe_{90}Sb_{10}$ en fonction de la durée du broyage.</i>	<i>43</i>

Liste des tableaux

<i>Tableau</i>	<i>Titre</i>	<i>Page</i>
<i>Tableau I. 1</i>	<i>Domaines d'applications par type de nanomatériaux</i>	<i>9</i>
<i>Tableau I.2</i>	<i>Quelques caractéristiques de Fe et Pb</i>	<i>17</i>
<i>Tableau II.1</i>	<i>Paramètres de broyage d'alliage Fe₉₀Pb₁₀</i>	<i>25</i>

Liste des symboles utilisés

L	<i>taille des grains.</i>
t	<i>temps.</i>
D_0	<i>taille initiale des grains.</i>
T	<i>température.</i>
H	<i>champ magnétique.</i>
M	<i>aimantation.</i>
H_c	<i>champ coercitif intrinsèque.</i>
M_s	<i>aimantation à saturation.</i>
M_R	<i>Aimantation rémanente.</i>
h, k, l	<i>indices de Miller.</i>
$d_{h,k,l}$	<i>distance réticulaire.</i>
a, b, c	<i>paramètres de mailles.</i>
Ω	<i>sens de rotation du plateau.</i>
ω	<i>sens de rotation des jarres.</i>
λ	<i>longueur d'onde des rayons X.</i>
θ	<i>l'angle de Bragg.</i>
n	<i>l'ordre de diffraction.</i>
D	<i>taille moyenne de cristallites.</i>
β	<i>largeur à mi-hauteur.</i>
K	<i>constante .</i>

Sommaire

Introduction générale	2
<i>Chapitre I : synthèse bibliographique</i>	
Introduction	5
I.1. Les nanomatériaux	5
I.1.1. Classification des nanomatériaux	6
I.1.1.1. Les nanostructures de dimension 0.....	6
I.1.1.2. Les nanostructures de dimension 1.....	6
I.1.1.3. Les nanostructures de dimension 2.....	7
I.1.1.4. Les nanostructures de dimension 3.....	7
I.1.2. Domaines d'application des nanomatériaux	9
I.2. Broyage à haute énergie (Mécanosynthèse)	10
I.2.1. Définition.....	10
I.2.2. Principe.....	10
I.2.3. Paramètre de broyage.....	12
I.2.3.1. Le type de broyeur.....	13
I.2.3.2. Le rapport masse bille/ masse poudre.....	13
I.2.3.3. L'intensité de broyage.....	13
I.2.3.4. La température.....	13
I.2.3.5. La contamination par les gaz.....	14
I.2.3.6. La contamination par les outils de broyage.....	14
I.3. Nanomatériaux magnétiques	14
I.4. Les matériaux magnétiques	14
I.4.1. Cycles d'hystérésis.....	15
I.4.1.1. Matériaux magnétiques durs.....	16
I.4.1.2. Matériaux magnétiques doux.....	16
I.5. Etudes antérieurs sur l'alliage Fe₉₀Pb₁₀	17
I.5.1. Rappel généralités.....	17
I.5.1.1. Le Fer	17
I.5.1.2. Le plomb.....	17
I.5.2. Diagramme d'équilibre du système Fe-Pb.....	18
I.6. Conclusion	19

Chapitre II : Procédure expérimentale

Introduction	21
II.1. Elaboration des alliages Fe-Pb	21
II.1.1. Préparation des échantillons.....	21
II.1.2. Description de la boîte à gants.....	22
II.1.3. Élaboration des poudres par mécanosynthèse.....	22
II.1.3.1. Principe de fonctionnement (Broyeur planétaire à billes PM 400).....	23
II.1.3.2. Conditions d'élaboration de nos produits.....	24
II.2. Caractérisation des poudres broyées	25
II.2.1. Analyse par diffraction des rayons X.....	25
II.2.1.1. Principe de la technique.....	26
II.2.1.2. Dispositif expérimental.....	27
II.2.1.3 Calcul des paramètres cristallins.....	28
II.2.1.4. Calcul de la taille des grains.....	28
II.2.2. Magnétométrie à échantillon vibrant (VSM).....	29
II.2.2.1. Intérêt.....	29
II.2.2.2. Principe de la technique.....	29
II.2.2.3. Equipement utilisé.....	30
II.3. Conclusion	32

Chapitre III : Résultats et discussions

Introduction	34
III.1 Analyse par diffraction des rayons X	34
III.1.1. Etude structurales.....	34
III.1.1.1. Variations de la taille moyenne des cristallites	36
III.1.2. Etude microstructurales.....	36
III.2. Propriétés magnétiques	37
III.2.1. Cycles d'hystérésis.....	37
III.2.2. Champ coercitif.....	39
III.2.3. Evolution du champ coercitif en fonction du temps de broyage.....	39
III.2.4. Evolution de l'aimantation rémanente en fonction du temps de broyage.....	40
III.2.5. Evolution de l'aimantation à saturation en fonction du temps de broyage.....	42
III.3. Conclusion	44
Conclusion générale	46



Introduction générale

Introduction générale

Les Nanotechnologies et les nanosciences constituent certainement le domaine de la recherche qui a fait le plus grands progrès au cours de ces dernières années. Bien qu'il existe plusieurs méthodes pour synthétiser des nanostructures aux propriétés radicalement différentes de leurs formes macroscopiques, seulement quelques-uns sont efficaces, parce que les autres sont lentes, coûteuses ou complexes.

Parmi plusieurs techniques d'élaboration de matériaux, micro-matériaux ou nanostructurés, la PVD (Physical Vapor Deposition) et la CVD (Chemical Vapor Deposition) sont les plus utilisées mais elles nécessitent la mise en œuvre de lourdes infrastructures. Dans notre travail on a utilisé la mécanosynthèse car c'est une méthode d'élaboration moins couteuse et plus accessible.

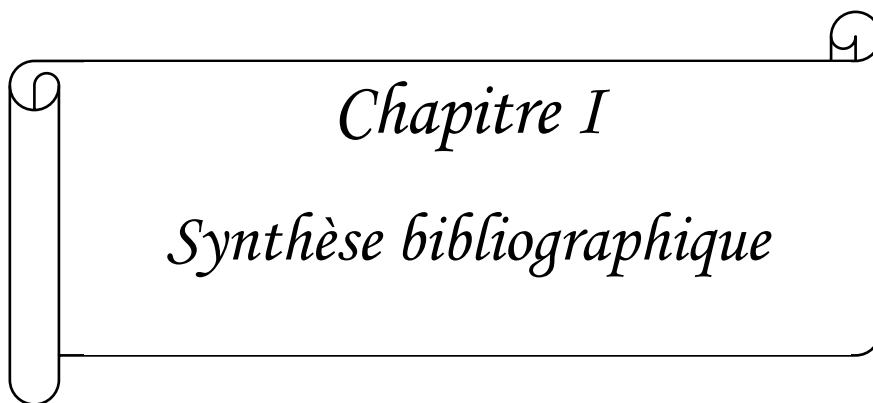
A bien noter la mécanosynthèse se définit comme un procédé de synthèse par cobroyage, en général à sec, de mélanges de poudres d'éléments purs ou combinés dans un broyeur à haute énergie. L'énergie mécanique fournie à la charge (poudres + billes) est telle que les billes sont dans leur grande majorité et en permanence en mouvement relatif. Limitée d'abord à l'élaboration de superalliages à dispersion d'oxydes, la mécanosynthèse connaît un développement considérable en raison de l'intérêt porté aux nanomatériaux et plus généralement aux matériaux métastables. De plus l'utilisation de cette méthode c'est d'avoir une haute qualité de nano-poudres de Fe-Pb avec une taille de particules fines, une distribution de taille étroite et une morphologie particulière, est d'obtenir des quantités importantes de matériaux.

Le but de ce travail c'est d'obtenir des poudres nanométriques de Fe-Pb broyé mécaniquement pour étudier leurs propriétés structurales et microstructurales en utilisant la diffraction des rayons X (XRD) et le magnétomètre à échantillon vibrant (VSM) pour étudier les propriétés magnétiques.

Le manuscrit présenté dans le cadre de cette étude s'articule de la façon suivante : une introduction générale, trois chapitres et une conclusion générale. Dans le premier chapitre, nous passons en revue les notions générales sur les nanomatériaux, le broyage mécanique haute énergie et les propriétés magnétiques des nano-composites.

Le second chapitre décrit la méthode d'élaboration la mécanosynthèse pour synthétiser des nano-poudres ultrafines de Fe-Pb et présente aussi les différentes méthodes de caractérisation expérimentales: la diffraction des rayons X (DRX), le magnétomètre à échantillon vibrant(VSM).

Dans le troisième chapitre, nous présentons les résultats expérimentaux après analyse des poudres Fe-Pb broyées mécaniquement.



Chapitre I
Synthèse bibliographique

Chapitre I

Synthèse bibliographique

Introduction

Depuis une trentaine d'années, les matériaux nanostructurés (ou nanomatériaux) connaissent un intérêt grandissant, en raison de leurs propriétés souvent plus intéressantes que celles des matériaux massifs de même composition. La taille nanométrique des cristallites et le volume important d'interfaces, peuvent conférer au matériau des propriétés physico-chimiques particulières et ouvrir des champs d'applications nouvelles (*Elkedim et all, 2013*).

Dans ce chapitre nous présentons une synthèse bibliographique assez générale dans laquelle nous exposons quelques notions sur, les propriétés des nanomatériaux magnétiques en indiquant brièvement, leurs applications et leurs procédés d'élaboration notamment la mécanosynthèse qui sera bien détaillée.

I.1. Les nanomatériaux

Un nanomatériau se rapporte à un matériau composé ou constitué de nano-objets (dont la taille est comprise entre 1 et 100 nm) qui contient une fraction importante des atomes situés aux limites des grains (figure I.1), fraction qui peut leur donner des propriétés spécifiques qui ne se retrouvent pas dans l'équivalent massif (*Lu, 1996 et Grenèche, 2002*)

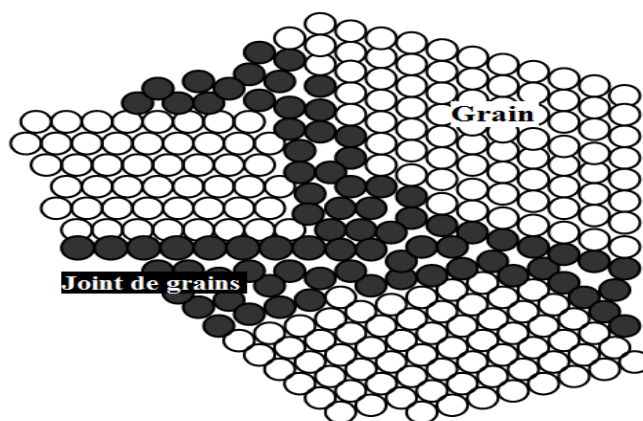


Figure I. 1 : Représentation schématique des grains et joints de grains d'un nanomatériau. (*Rice et all, 1997*).

Les nanomatériaux peuvent être classés, selon la dimension de leur nanostructure en quatre familles (AFSSET, 2006).

I.1.1. Classification des nanomatériaux

Les nanomatériaux peuvent être classés en quatre familles selon leurs formes (Figure I.2) :

- **Les matériaux de dimension 0** : qui sont constitués de grains nanométriques dispersés de façon aléatoire ou organisée dans une matrice. On les retrouve par exemple dans les cristaux colloïdaux utilisés en optique et dans les fluides magnétiques.
- **Les matériaux de dimension 1** : qui sont sous forme de nano-fils ou de nanotubes.
- **Les matériaux de dimension 2** : élaborés en forme de couche ultrafine par dépôts d'agrégats ou d'atomes.
- **Les matériaux de dimension 3** : qui se présentent sous une forme compacte et sont composés de grains mono ou polyphasés (Bernard, 2009).

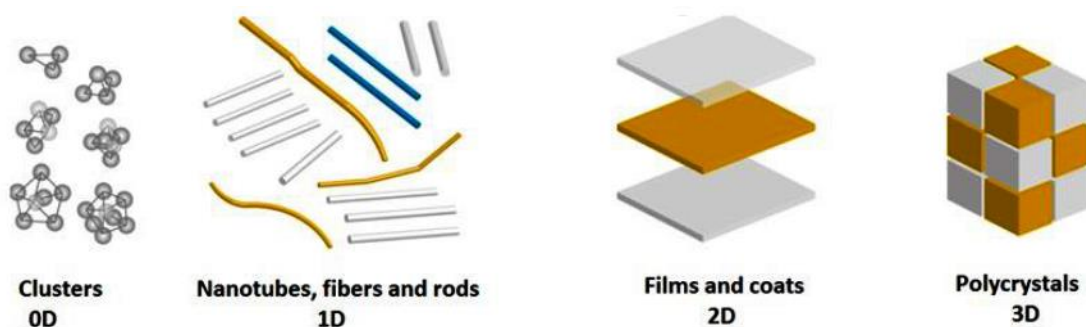


Figure I.2 : Classification des nanostructures selon leur dimensionnalité (Gusev, 2007).

I.1.1.1. Les nanostructures de dimension 0

En dimension 0, ce sont les agrégats d'atomes ou des nanoparticules isolées obtenus à partir d'une phase vapeur sursaturée. Les agrégats d'atomes sont des particules de petites tailles contenant des atomes ou molécules (Bernard, 2009).

I.1.1.2. Les nanostructures de dimension 1

Les systèmes à une dimension regroupent les nanofils et les nanotubes. Les nanofils sont généralement des nano-objets longilignes dont les dimensions vont d'un nanomètre à quelques dizaines de nanomètres pour la section et de 500 à 10.000 nanomètres pour la

longueur. Ils sont généralement utilisés pour la transmission de signaux électriques, optiques et même chimiques.

Les nanotubes de carbone par exemple sont constitués d'un ou de plusieurs tubes concentriques. Ils sont formés d'atomes de carbone disposés en réseau hexagonal ainsi que de deux demi-molécules de fullerènes à chaque extrémité (*Chebli, 2016*).

I.1.1.3. Les nanostructures de dimension 2

Cette catégorie regroupe les multicouches, dans les quels la dimension nanométrique caractérise l'épaisseur ; il est important de signaler que la couche est soit homogène soit constituée de nano-blocs. La caractéristique principale de ces multicouches est la haute densité d'interface. Généralement, les multicouches possèdent des interfaces dont la nature et la composition chimique peuvent différer de celles des couches individuelles (*Bernard, 2009*).

I.1.1.4. Les nanostructures de dimension 3

Ce sont essentiellement les matériaux nanophasés constitués de grains mono ou polyphasés dont la taille caractéristique est de l'ordre de 1 à 100 nm. En général, ils sont constitués de deux grandes familles d'atomes : ceux appartenant aux grains cristallisés et ceux appartenant aux interfaces et présentant une distribution déférente. L'élaboration de tels matériaux repose sur plusieurs méthodes comme par exemple la mécanosynthèse. Deux approches complémentaires ont été développées pour synthétiser les matériaux nanostructurés (Figure I.3).

- Dans la première approche dite «bottom-up», les matériaux nanostructurés sont assemblés à partir d'atomes individuels ou des blocs nanométriques tels que les nanoparticules. Les travaux du groupe de Gleiter (*Gleiter, 1989*) sont les premiers basés sur cette approche. Parmi les méthodes technologiques permettant d'obtenir ce type de nanostructuration, on peut citer :

- le compactage de la poudre.

- la synthèse chimique et tous les types de dépôts.

- La seconde approche est la démarche descendante dite «top-down» qui implique la diminution de la taille des objets. Les nanomatériaux sont produits par fractionnement des matériaux de plus grande taille. Cette approche est bien connue dans les domaines de la microélectronique et des microsystèmes (*Chebli, 2016*).

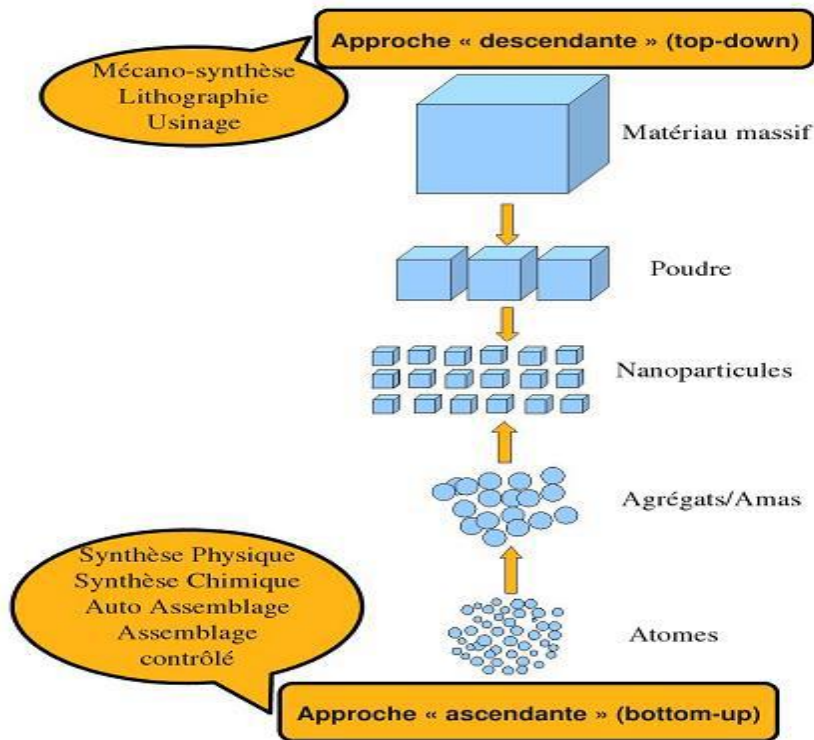


Figure I.3 : Les approches «bottom-up» et «top-down».

L'approche «top-down» a besoin de technologies de précision telle que la nanolithographie (De Los Santos, 2005). Cette technique qui utilise la lumière visible, permet de graver des motifs de 100 nm. En remplaçant la lumière visible par des rayonnements de longueur d'onde plus courte comme les ultraviolets ou les rayons X, il est actuellement possible de graver des motifs encore plus petits de l'ordre de 10 à 20 nm.

Cependant, pour les nanostructures magnétiques, cette classification des nanomatériaux proposée par Seigel au début des années 90 s'avère incomplète. Selon Mazaleytrat (Mazaleytrat, 2005), elle ne distingue pas la dimensionnalité de l'objet et la topologie, Il propose donc une nouvelle classification tenant compte de tous ces critères. Un nano objet peut aussi avoir une ou deux dimensions «non-nanométriques», tout en présentant des structures typiques des nanomatériaux. On parle alors de dimensionnalité d'ordres 2, 1 ou 0 selon que l'objet comporte 1, 2 ou 3 dimensions nanométriques (en ce sens on peut dire qu'un objet non-nano a une dimensionnalité d'ordre 3).

L'organisation des nano objets est aussi extrêmement importante car elle conditionne le comportement collectif. On parlera de topologie d'ordres 0, 1, 2 ou 3 selon que les objets sont isolés, organisés en chaînes, en plan ou en réseau tridimensionnel (Figure I.4).

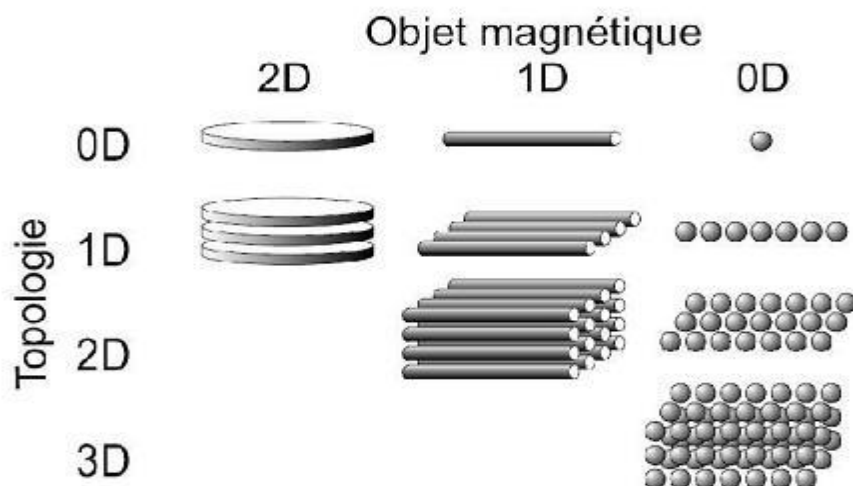


Figure I.4 : Classification des architectures de nanomatériaux magnétiques suivant l'ordre de la dimensionnalité du nano-objet et de la topologie (Mazaleyrat, 2005).

I.1.2. Domaine d'application des nanomatériaux

Ces dernières années, grâce à ces nouvelles propriétés physico-chimiques, les structures à taille nanométrique ont été intensivement explorées par les chercheurs dans différents domaines scientifiques. Ici nous citerons quelques exemples de domaine où les nanostructures jouent un rôle très important (De Los Santos, 2005).

Tableau I. 1: Domaines d'applications par type de nanomatériaux.

Nanomatériaux	Domaines d'applications
Nanocéramiques	Matériaux composites structuraux - Composants anti-UV – Polissage mécano-chimique des substrats (wafers) dans la microélectronique -Applications hotocatalytiques
Nanométalliques	Secteurs antimicrobiens et/ou de la catalyse - Couches conductrices des écrans, les capteurs ou encore les matériaux énergétiques
Nanoporeux	Aérogels pour isolation thermique dans les domaines de l'électronique, de l'optique et de la catalyse - Domaine biomédical pour des applications de type vectorisation ou encore implants

Nanotubes	Nanocomposites conducteurs électriques - Matériaux structuraux -Les nanotubes monofeuillets pour des applications dans le domaine de l'électronique, les écrans
Nanomatériaux massifs	Revêtements durs - Composants structuraux pour l'industrie aéronautique, l'automobile, les conduites pour les industries pétrolières et gazières, le domaine sportif ou encore le secteur anticorrosion

I.2. Broyage à haute énergie (Mécanosynthèse)

Parmi les techniques d'élaboration des matériaux nanostructurés, la technique dite de mécanosynthèse consiste généralement à broyer des poudres micrométriques de métal pur, intermétallique, alliages de composition stœchiométrique pour obtenir un matériau nanostructuré qui n'est pas nécessairement homogène. Elle permet l'obtention de nanoprecipités ou nano-objets dispersés de façon homogène au sein de la matrice (*Boudinar, 2011*).

I.2.1. Définition

Le broyage mécanique à haute énergie également appelé mécanosynthèse a été développé dans les années 60, par John Benjamin (*Benjamin, 1970*). Le broyage mécanique à haute énergie est un procédé en général à sec, de mélange de poudres d'éléments purs ou alliés dans un broyeur à haute énergie. C'est aussi une méthode puissante, capable de réaliser des mélanges à l'échelle atomique. Elle a un potentiel d'application assez vaste. Elle permet d'obtenir des structures uniques avec des coûts d'élaboration peu élevés. C'est pourquoi elle a connu un véritable essor dans les années 1980 et 1990.

I.2.2. Principe

Lors de la rotation des jarres, les grains de poudres sont piégés et écrasés entre les billes et la paroi des jarres, puis s'allongent sous l'effet de la pression (figure I.5). Les particules sont soumises à une déformation plastique accompagnée d'un durcissement et d'une augmentation de l'énergie locale du système à cause des nouvelles fractures des surfaces, suivis d'une augmentation locale de la température qui peut provoquer des transformations. Les grains de poudres subissent des processus de morcellement et de soudage successifs.

Pendant chaque choc, des milliers de particules environ participent à cette action. Ainsi, les petits grains ont tendance à augmenter leur taille par ressoudage alors que les gros grains ont une grande probabilité d'être fracturés (figure I.6) (Gaffet, 1991 et Abdellaoui, 1994).

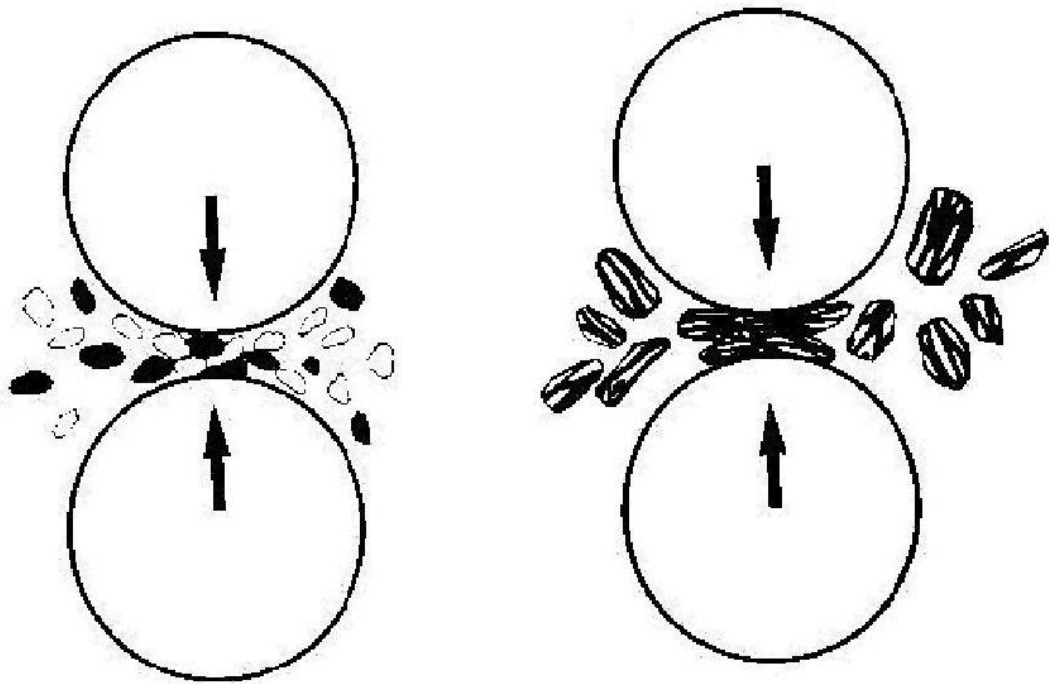


Figure I.5 : Schéma de la dynamique, fragmentation et de ressoudage des poudres lors d'un choc bille-bille (Gaffet et al, 1999).

Les modélisations des déformations induites au cours du broyage (Maurice et al, 1994) ont été basées sur le fait que deux poudres ne peuvent se souder que si elles ont été déformées plastiquement.

Ainsi, si les poudres ont des duretés différentes, le soudage est retardé jusqu'à l'obtention d'une même dureté. Un autre type de modélisation a permis de décrire la morphologie des poudres sans tenir compte des changements de phase produits (Aikin et al, 1993).

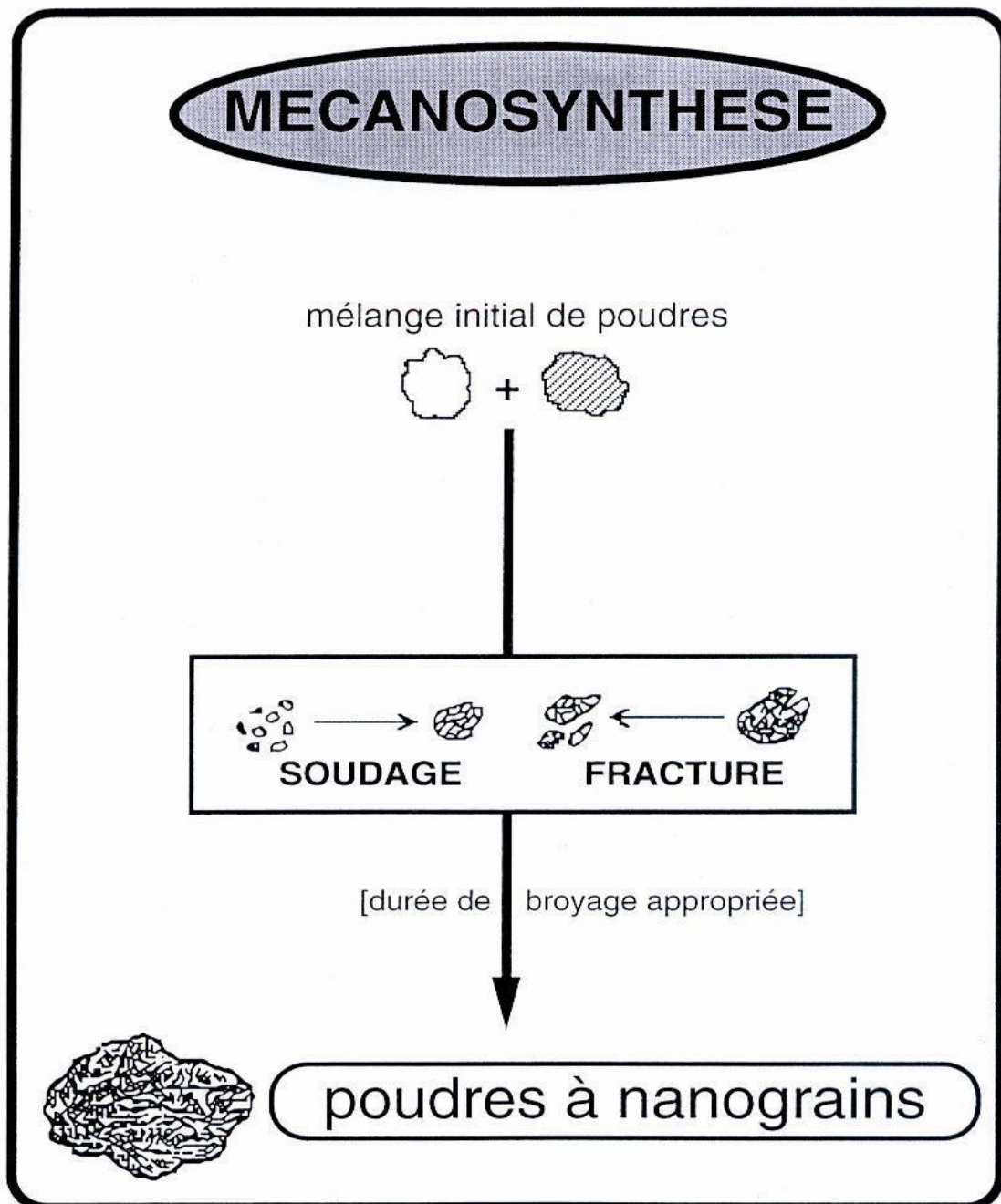


Figure I.6 : Principe de la mécanosynthèse.

I.2.3. Paramètre de broyage

Le procédé de mécanosynthèse est complexe et le produit final dépend de plusieurs paramètres, à savoir les propriétés thermodynamiques des poudres et les conditions de broyage (*Burgio et al.* ; *Delogu et al.*, 1998). Les paramètres contrôlables lors de l'élaboration des alliages par mécanosynthèse sont : le type de broyeur, le rapport massique

bille/ poudre et l'intensité de broyage. Cependant, d'autres paramètres sont incontrôlables et difficiles à maîtriser telles que la température et la contamination.

I.2.3.1. Le type de broyeur

Le type de broyeur utilisé détermine le mouvement des billes et par conséquent la façon dont la pression va s'appliquer sur la poudre (frottement, choc). En outre, la formation des alliages est généralement liée à l'énergie totale dégagée par les billes durant une série de collisions, qui dépend des outils de broyage (volume des jarres, diamètre et nombre des billes), de la vitesse de rotation des jarres ainsi que des caractéristiques des poudres élémentaires, telles que la nature chimique, la miscibilité des éléments et la dureté dont va dépendre la déformation créée (plastique, élastique) lors du broyage (*Tria, 2002*).

I.2.3.2. Le rapport masse bille/ masse poudre

L'énergie totale dégagée lors du broyage est liée au rapport masse bille/ masse poudre. Généralement, plus le rapport est grand, plus le processus de mécanosynthèse est rapide, car le nombre de collisions par unité de temps augmente avec l'augmentation du nombre de billes (*Nui et al, 1991*).

I.2.3.3. L'intensité de broyage

C'est un paramètre important en mécanosynthèse. L'intensité de broyage est une mesure de l'énergie de broyage qui est directement proportionnelle à la puissance générée au cours du processus de mécanosynthèse. Comme les particules de poudres sont sujettes à une grande énergie de collision, le produit final est influencé par l'intensité de broyage (*Eckert et al, 1992*).

I.2.3.4. La température

La température a une influence sur le processus de formation du produit final. Une température élevée favorise l'augmentation de la taille des cristallites mais réduit leurs contraintes et la solubilité à l'état solide (*Suryanarayana, 2004*). Il existe une différence entre la température des billes et celle de la paroi, de la jarre ainsi que pour les poudres ductiles et fragiles (*Kwon et al, 2002*), la température dépend essentiellement du type de broyeur et des paramètres de broyage (*Gaffet et al, 2002*).

I.2.3.5. La contamination par les gaz

Le type de gaz (Ar, O₂, N₂) utilisé lors du broyage a un effet non négligeable sur la nature du produit final. La plupart des broyages se font sous atmosphère inerte ou sous vide afin de limiter la contamination due au gaz régnant dans les jarres. Les surfaces créées au cours du broyage rendent la poudre très sensible à la contamination par l'azote et/ou l'oxygène, ce qui peut modifier le produit final (*Tria, 2002*).

I.2.3.6. La contamination par les outils de broyage

Lors du broyage et sous l'effet des chocs répétés, on s'attend toujours à une contamination des poudres due à l'usure des outils de broyage. Cette dernière se traduit par la présence, dans la poudre broyée, d'une petite quantité de la matière des billes et des jarres qui peut être estimée à partir de la perte de masse des billes (*Tria, 2002*).

I.3. Nanomatériaux magnétiques

Les nanomatériaux magnétiques sont des matériaux constitués de cristallites magnétiques (ferromagnétiques, ferrimagnétiques ou antiferromagnétiques) qui peuvent être monophasés ou polyphasés, avec une dimension des cristallites de quelques nanomètres (*Tjong et al, 2004 ; Suryanarayana, 1995*). Les nanoparticules magnétiques ont généré un intérêt remarquable au cours de ces dernières années en raison de leurs propriétés fondamentales nouvelles, constituant ainsi à la fois un défi scientifique et technologique compte tenu de leur potentiel d'application (aimant permanent, enregistrement magnétique,...).

I.4. Les matériaux magnétiques

Les matériaux magnétiques sont actuellement utilisés dans divers domaines tels que les aimants permanents (*Degauque, 1992*) et l'enregistrement magnétique à haute densité. Ces matériaux sont caractérisés par leurs propriétés dites intrinsèques (dépendent de la composition chimique) et extrinsèques (fonction de la microstructure).

Les propriétés magnétiques extrinsèques sont le champ coercitif et l'aimantation rémanente, déduite du cycle d'hystérésis.

I.4.1. Cycles d'hystérésis

Chaque domaine présente une aimantation spontanée dont la direction est différente des autres. Cependant, lorsqu'un champ externe est appliqué l'organisation des domaines évolue de sorte à minimiser l'énergie interne du matériau. Au fur et à mesure que le champ varie, l'aimantation du matériau varie en représentant les courbes d'aimantation, connue sous le nom de cycle d'hystérésis. La forme du cycle varie fortement avec la composition chimique du matériau, le champ appliqué, ainsi que la température de la mesure.

Lorsqu'un matériau est soumis à un champ extérieur (figure I.7), son aimantation croît dans la direction du champ en suivant une courbe de première aimantation, qui devient progressivement asymptote à une valeur limite, appelé aimantation à saturation (M_s) qui correspond à l'alignement de tous les moments magnétiques atomiques du matériau dans la direction du champ appliqué. En diminuant le champ extérieur l'aimantation ne revient pas sur le même chemin et garde une valeur non nulle en absence complète du champ c'est l'aimantation rémanente (M_r). Et afin d'annuler cette aimantation il faut appliquer un champ de sens inverse, appelé champ coercitif H_c (Kittel, 1958 et Ben Ali, 2016)

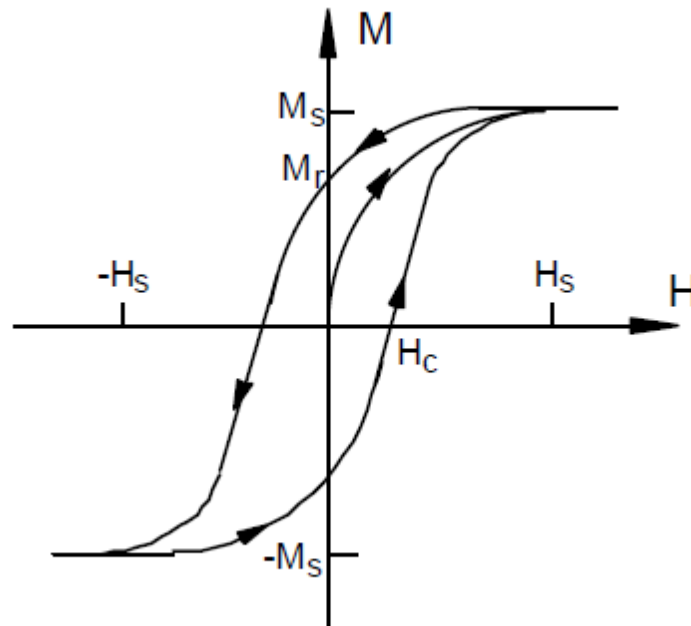


Figure I. 7 : cycle d'hystérésis d'un matériau magnétique (Kittel, 1958 et Ben Ali, 2016).

A partir de la forme du cycle d'hystérésis et de la valeur de la coercivité, on distingue trois grandes catégories de matériaux : matériaux doux, durs et semi durs (Younsi, 2012).

I.4.1.1. Matériaux magnétiques durs

Les matériaux magnétiques durs sont ferromagnétiques ou ferrimagnétiques à température ambiante, ils nécessitent un très fort champ magnétique extérieur pour arriver jusqu'à saturation. Son aimantation peut être considérée comme rémanente et permanente. Ces matériaux ont un cycle d'hystérésis large (figure I.8), après l'élimination du champ extérieur, ces matériaux ont une faible perméabilité et sont difficiles à aimanter (Younsi, 2012).

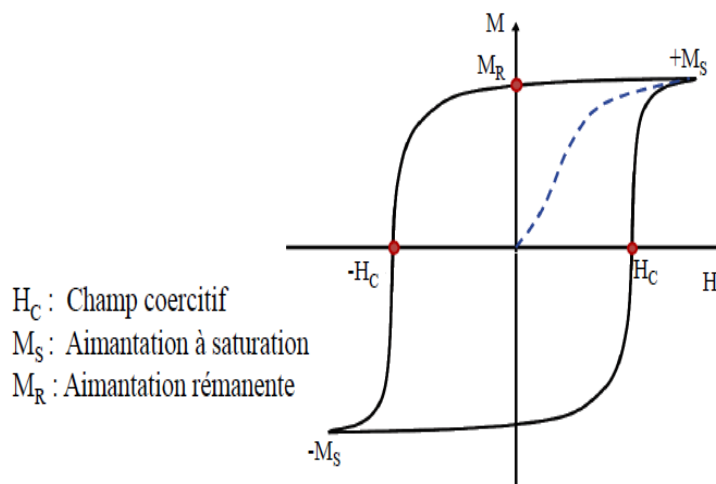


Figure I.8 : Cycle d'hystérésis d'un matériau magnétique dur (Younsi, 2012).

I.4.1.2. Matériaux magnétiques doux

Les matériaux magnétiques doux sont caractérisés par la capacité d'atteindre leur aimantation jusqu'à saturation facilement avec un champ magnétique extérieur relativement faible. Cette aimantation persiste lorsqu'on cesse d'appliquer ce champ. Il s'agit donc d'une aimantation rémanente forte. Cependant cette aimantation se dissipe facilement sous l'action d'un champ magnétique inverse au coercitif. Ces matériaux sont caractérisés par un cycle d'hystérésis étroit (figure I.9) et ont une perméabilité très grande, ils peuvent être aimantés et désaimantés facilement (Younsi, 2012).

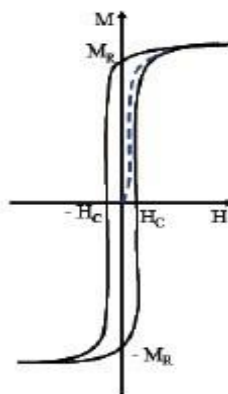


Figure I.9 : Cycle d'hystérésis d'un matériau magnétique doux.

I.5. Etudes antérieures sur l'alliage Fe₉₀Pb₁₀

I.5.1. Rappel généralités

I.5.1.1. Le Fer

Le fer est un élément chimique, de symbole Fe, de numéro atomique 26. Le fer se trouve sous différentes formes de minerais dans la nature. Son abondance et ses propriétés remarquables font du fer l'un des éléments les plus utilisés dans l'industrie.

Il existe trois phases pour le fer selon la température : la phase α (cubique centrée) en dessous de 906°C, la phase γ (cubique face centrée) en dessous de 1401°C et la phase δ (cubique centrée) en dessous de 1535°C. Le paramètre de maille est égale à 2.86 Å , 3.64 Å et 2.93 Å pour les phases α, γ et δ respectivement (*Richard, 2004*).

I.5.1.2. Le plomb

Le plomb est un élément chimique de numéro atomique 82, de symbole Pb. Il appartient au groupe 14 du tableau périodique. C'est un métal mou (rayable à l'ongle), il est gris bleuâtre, brillant quand il n'est pas corrodé, malléable et peu tenace. De densité 11.3, il est le plus dense des métaux usuels. Sa structure cristalline est cubique à face centrée. Le tableau I.2 résume les principales caractéristiques du fer et du plomb (*Ghomari, 2009*).

Tableau I.2. Quelques caractéristiques de Fe et Pb (*Béranger, 1996*).

	Fe	Pb
Structure électronique	[Ar] 3d ⁶ 4s ²	[Xe] 4f ¹⁴ 5d ¹⁰ 6s ² 6p ²
Numéro atomique	26	82
Température de fusion (°C)	1535	327,502
Résistivité à 300 K ($\mu\Omega\text{cm}$)	10	39
Rayon atomique (nm)	0,126	0,154
Structure cristallographique	cubique centrée	Cubique faces centrées
Propriétés magnétiques	Ferromagnétique	Diamagnétique

I.5.2. Diagramme d'équilibre du système Fe-Pb

Le diagramme d'équilibre des phases du système binaire Fe-Pb est représenté sur la figure I.10. Du côté gauche du diagramme on peut voir que pour des faibles pourcentages en Plomb (Pb), on observe la présence des phases de solution solide Ferrite δ (1536°C), austénite γ (1394°C) et Ferrite α (911°C), jusqu'à la température de fusion de plomb qui atteint 327,502°C on obtient l'association des atomes de Pb par des atomes de Fe qui donne une phase α -Fe (Pb) de structure cubique centrée (BCC). En outre, pour les alliages avec une teneur en Pb élevé, la structure est α -Pb de structure cubique face centrée (fcc).

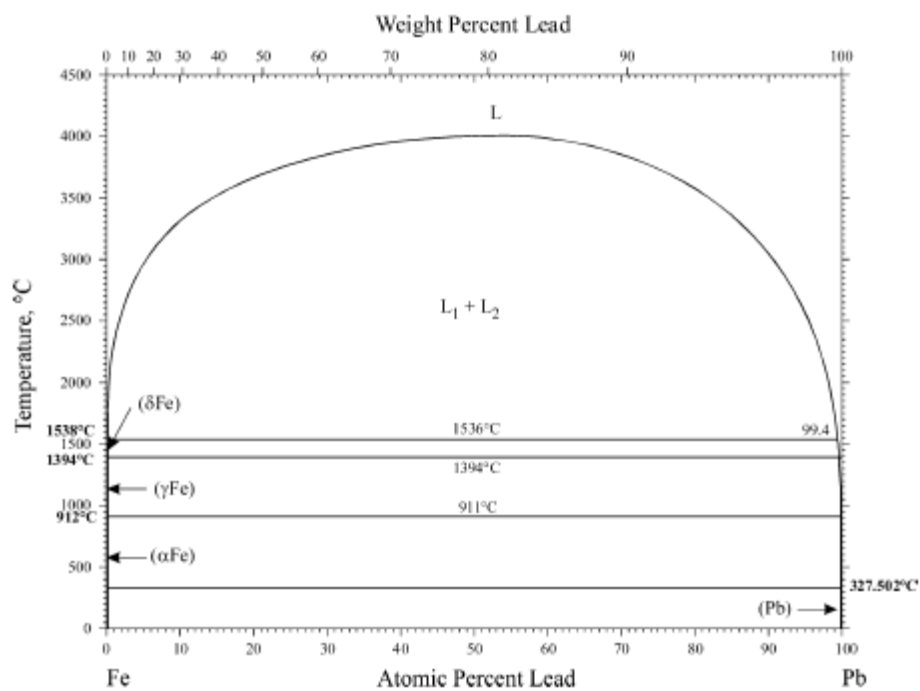


Figure I.10 : Diagramme d'équilibre d'un alliage binaire Fe-Pb (Burton, 1991).

I.6. Conclusion

Il est clair que cette nouvelle famille de matériaux "les matériaux nanostructurés" est entrain d'émerger et que de nombreux progrès doivent encore être faits pour optimiser leurs propriétés dans diverses atmosphères et pour prévoir leur comportement. Des études sont en cours dans différents laboratoires pour caractériser ces matériaux et améliorer les procédés d'élaboration,...

Ce premier chapitre est consacré :

- A l'intérêt des matériaux nanostructurés "nanomatériaux" réside dans leurs propriétés singulières vis à vis des matériaux massifs correspondants, ce qui les rendent très attractifs pour différentes applications en optique, électronique, catalyse, magnétisme etc.
- aux nombreux procédés utilisés pour produire ces nanomatériaux. Ils se divisent en deux grandes familles, selon l'approche sur laquelle ils s'appuient : soit par croissance à partir d'atomes ou de molécules, soit par réduction de taille de particules micrométriques. Parmi les procédés qui se basent sur la deuxième approche, le broyage mécanique à haute énergie (ou mécanosynthèse) est un des plus efficaces, un des plus facilement extrapolables à l'échelle industrielle et un des moins coûteux. Le processus de synthèse par broyage a été décrit comme étant une succession d'évènements au cours desquels les particules de poudres sont soudées, fracturées et ressoudées. Cela conduit à un mélange intime à une échelle extrêmement fine avec la possibilité de former une variété de phases à l'équilibre et hors équilibre entre autres les solutions solides sursaturées, les phases intermédiaires cristallisées et métastables et des phases amorphes.

Ce premier chapitre est essentiel puisqu'il pose le contexte scientifique de cette étude tout en définissant les informations nécessaires à la bonne compréhension de ce manuscrit notamment sur les propriétés intrinsèques des matériaux préparés pendant ce travail de mémoire.



Chapitre II

Procédure expérimentale

Chapitre II

Procédure expérimentale

Introduction

Ce chapitre présente succinctement les détails expérimentaux relatifs à la préparation et à la caractérisation des échantillons. La partie 1 concerne la méthode et les conditions d'élaboration des poudres nanostructurées Fe-Pb. La partie 2 traite le principe de fonctionnement des différentes techniques d'analyse utilisées, diffraction des rayons (DRX) et la Magnétométrie à échantillon vibrant (Vibrating Sample Magnetometer, VSM).

II.1. Elaboration des alliages Fe-Pb

II.1.1. Préparation des échantillons

La préparation consiste à prendre des poudres de fer de pureté 99.98 % et de plomb de pureté 99.96 %, de granulométrie variable (de l'ordre 7 μm pour le fer et 35 μm pour plomb), et avec l'utilisation d'une balance électrique très sensible (OHAUS), nous avons pesée l'alliage dont la composition nominales est du type $\text{Fe}_{90}\text{Pb}_{10}$ (Fe= 9g et Pb=1g). Ce mélange de poudres a été mis dans la jarre avec 5 billes de 10 mm de diamètre et de 7 g de masse. La jarre est ensuite scellée par un couvercle sous atmosphère d'argon pour éviter la contamination par oxydation de la poudre.

De même, toutes les opérations de préparation de la poudre avant le broyage, telles que la pesée, le chargement et sa récupération à partir de la jarre doivent être faites sous atmosphère contrôlée dans une boîte à gants de type Plas-LabsInc 850 NB EXP (figure II .1).



Figure II.1 : boite à gants

II.1.2. Description de la boite à gants

C'est une boite en plexiglas de forme trapézoïdale, elle comprend en plus des deux orifices circulaires qui servent à la fixation des gants, deux autres entrées ; la première est reliée à une pompe primaire, pour évacuer les gaz et créer un vide de 10^{-3} bar en quelques minutes (les gants se gonflent fortement), alors que la deuxième sert à injecter un flux permanent de gaz inerte Ar (les gants se dégonflent). La circulation du flux d'argon (Ar) est maintenue durant le pompage primaire jusqu'à ce qu'on s'assure que l'atmosphère régnante est inerte.

Une fois ce protocole expérimental scrupuleusement suivi, l'opération de broyage peut enfin être lancée, elle est réalisée à température ambiante (Boukhrroub, 2015).

II.1.3. Élaboration des poudres par mécanosynthèse

Cette étape consiste à homogénéiser la mixture de poudre et affiner les grains, ce qui augmente la surface de contact des réactifs (Boukhezar, 2008).

Le broyeur utilisé dans cette étude pour l'élaboration de nos échantillons est un broyeur planétaire de marque RETSCH PM400 (figure II.2). Celui-ci est constitué d'un disque sur lequel est fixée quatre jarres en acier inoxydable d'une capacité de 250 ml de chacune et pouvant accueillir jusqu'à 14 billes de broyage de 20 mm de diamètre. La jarre et les billes de broyage sont en acier inoxydable, ce choix résulte du fait que ce matériau possède une

grande dureté induisant une faible usure et contient une quantité élevée de fer, élément commun aux différents alliages mis en jeu.



Figure II.2 : Broyeur planétaire, de marque commerciale Retsch PM 400 (modèle Pulvérisette 7), utilisé pour la mécanosynthèse des alliages.

II.1.3.1. Principe de fonctionnement (Broyeur planétaire à billes PM 400)

Les bols de broyage sont disposés excentriquement sur la roue solaire du broyeur planétaire à billes. La roue solaire tourne dans le sens contraire à celui de la rotation des bols de broyage. Les billes de broyage situées dans le bol subissent une déviation résultant de mouvements de rotation superposés, responsables de la dite force de Coriolis.

Les différences de vitesse entre les billes et les bols de broyage entraînent une interaction entre des forces d'impact et de friction libérant des énergies dynamiques importantes. La combinaison de ces forces se traduit par le degré de broyage élevé et très efficace des broyeurs planétaires à billes (voir la figure II.3 et la figure II.4).

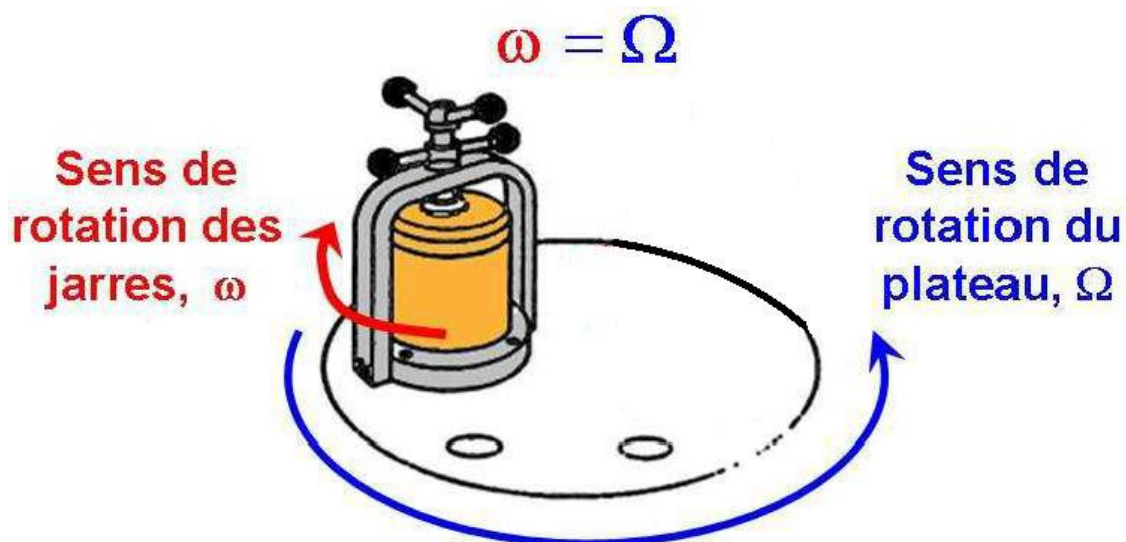


Figure II.3: Représentation des rotations relatives de la jarre de broyage et du plateau solaire.

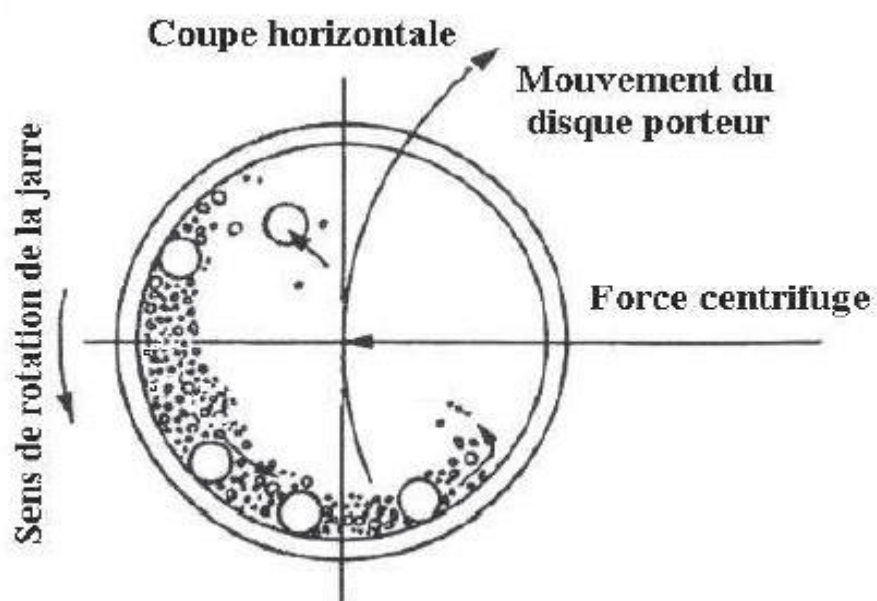


Figure II.4 : Illustration du mouvement relatif de jarre et des billes au cours du broyage (Suryanarayana, 2001).

II.1.3.2. Conditions d'élaboration de nos produits

Le mélange de poudre de composition nominale $\text{Fe}_{90}\text{Pb}_{10}$ (% massique) a été broyé pendant 2h, 3h et 4heures en considérant une vitesse de rotation de jarre est de 350 trs/min. Le broyage a été réalisé en plusieurs cycles d'une heure interrompus toutes les 30 min afin d'éviter l'augmentation de la température à l'intérieur des jarres.

Enfin, nous avons pu optimiser les paramètres de broyage tels qu'elles sont récapitulées dans le tableau II.1. Notons qu'avec ces conditions nous avons élaboré nos échantillons.

Tableau II.1. Paramètres de broyage d'alliage $Fe_{90}Pb_{10}$

Paramètres	Choix effectué
Vitesse de rotation de jarre (Tr/m)	350
Durée de broyage en heures (h)	2h, 3h et 4 h
Nombre de billes	5
Cycle de broyage	1 heure de broyage et 30 min de pause
Masse totale de la poudre utilisée dans une jarre (g)	10

II.2. Caractérisation des poudres broyées

Pour la caractérisation des échantillons, nous avons utilisé les deux techniques suivantes : la diffraction des rayons X (DRX) et la magnétométrie à échantillon vibrant (VSM). Notons que toutes ces caractérisations ont été effectuées à la température ambiante.

II.2.1. Analyse par diffraction des rayons X

L'étude de changements structuraux et microstructuraux des mélanges de poudres broyées peuvent être suivis par la diffraction des rayons X. Ces changements proviennent de l'affinement des tailles des grains où on remarque l'élargissement des pics diffractés et de la formation d'une solution solide de substitution ou d'insertion par diffusion qui peut être détectés par le décalage des pics de Bragg (*Liu et all, 1993*).

Les mesures de la diffraction des rayons X ont été effectuées au niveau de l'universitaire de Chadli Bendjedid d'El-Tarf. Le diffractomètre utilisé est de type Bruker D8 Advance avec une anticathode de Cuivre (raie $K\alpha$) $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$; le balayage est compris entre 10 et 130° et un pas de 0.002 (figure II.5).



Figure. II.5: Diffractomètre Bruker D8 Advance

II.2.1.1. Principe de la technique

La diffraction de rayons x est une technique simple, facile à mettre en œuvre et non destructive ; elle est largement utilisée pour l'étude microstructurale des poudres obtenues par broyage haute énergie. Cette technique permet de caractériser des matériaux monocristallins et polycristallins sous forme de poudres, massifs ou en couches minces. La DRX consiste à éclairer un cristal avec un faisceau de rayons X sous un angle d'incidence θ ; ce faisceau est diffusé dans toutes les directions par les électrons des atomes du cristal, en conservant la même longueur d'onde (diffusion Thomson). Pour que l'intensité du rayonnement X réémise dans une direction donnée soit détectable, il faut que les rayonnements diffusés dans cette direction par les atomes du cristal soient en phase (interférences constructives) : ils forment ainsi un faisceau diffracté, matérialisé par la Figure II.6.

Cette condition de diffraction vérifie la loi de Bragg qui s'exprime sous la forme (Pierre, 2012):

$$2 d \sin\theta = n \lambda \quad (\text{II.1})$$

où : θ est l'angle de Bragg, n l'ordre de diffraction, λ la longueur d'onde des rayons X et d_{hkl} la distance inter-réticulaire, avec $(h k l)$, les indices de Miller.

Cette relation prévoit les directions de diffraction des rayons X lorsqu'ils irradient un matériau cristallin en fonction de la distance inter-réticulaire (Brouri, 2011).

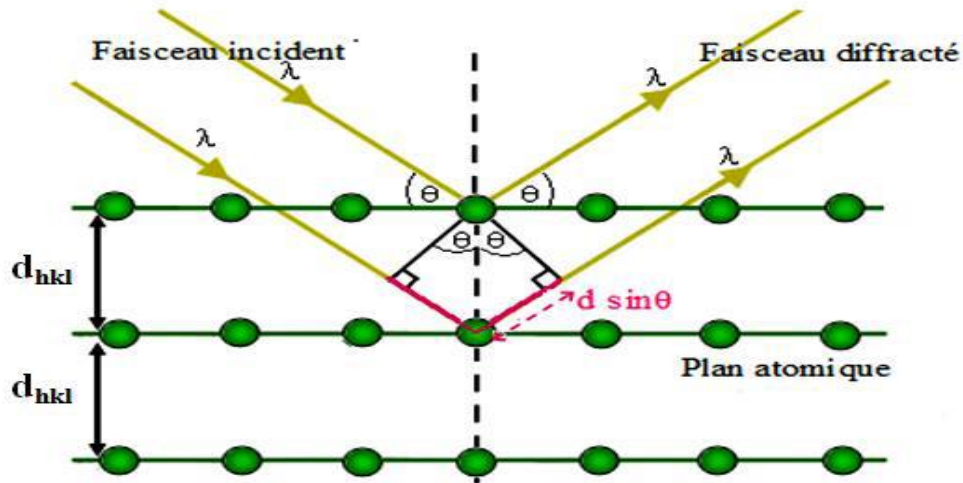


Figure II.6: Diffraction des rayons X par une structure cristalline.

II.2.1.2. Dispositif expérimental

Le diffractomètre utilisé est muni d'un goniomètre vertical de mode θ - θ (figure II.7). Ce mode permet de travailler en gardant l'échantillon immobile et faire varier symétriquement la position du tube à rayon X et du détecteur d'un angle θ . L'appareil est muni d'un codage optique permettant la lecture directe de la position angulaire sur le bras du goniomètre. Il permet de balayer une gamme d'acquisition comprise entre 10° et 140° avec une précision angulaire absolue de 0.0025° .

Ce diffractomètre est muni d'un tube à rayon X avec une anticathode en cuivre, d'un filtre monochromateur (Suryanarayana, 2004).

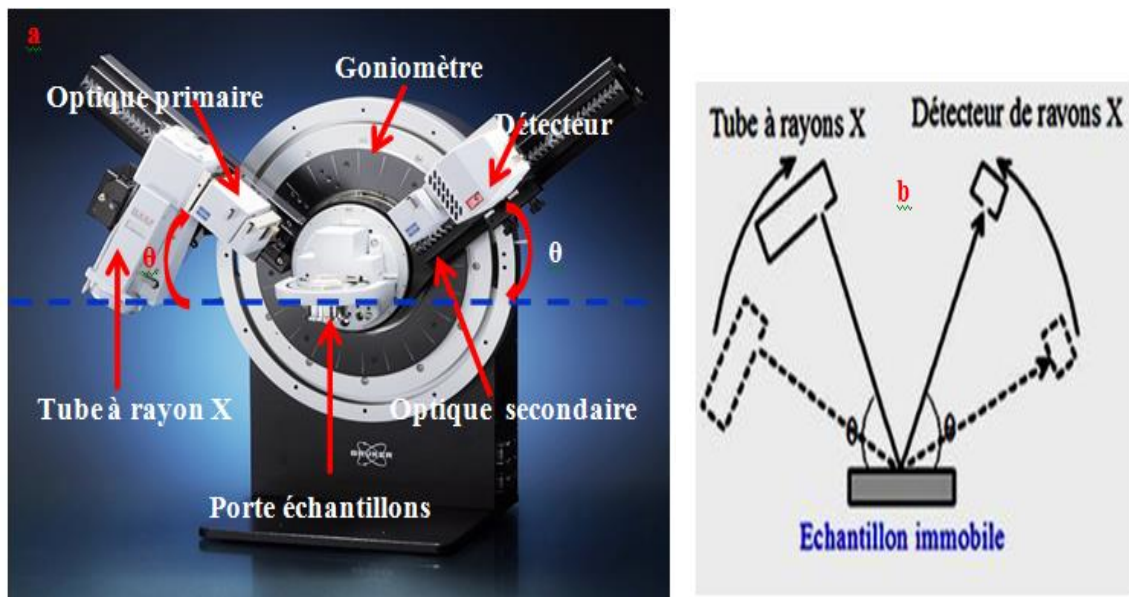


Figure II.7: Configuration du goniomètre en mode θ - θ : a) goniomètre utilisé b) principe

II.2.1.3. Calcul des paramètres cristallins

Pour chaque type de structure cristalline la connaissance de la position de chaque pic et des indices (h, k, l) des plans diffractant associés permet de calculer les paramètres de maille moyens. Par exemple, le paramètre de maille des matériaux à structure cubique est relié aux indices (h, k, l) et à la position des pics $d_{h,k,l}$ par la relation suivante (Suryanarayanan, 1985):

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \quad (\text{II.2})$$

où

a : est le paramètre de maille.

(hkl) : les indices de Miller pour le plan considéré.

La combinaison des équations II.1 et II.2 rend possible le calcul des paramètres de maille pour les deux systèmes :

$$d_{hkl} = \frac{n\lambda}{2\sin\theta} = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \Rightarrow a = \frac{n\lambda\sqrt{h^2+k^2+l^2}}{2\sin\theta} \quad (\text{II.3})$$

II.2.1.4. Calcul de la taille des grains

P. Scherrer est le premier en 1926 à énoncer que l'élargissement des raies de diffraction est dû principalement à la taille des cristaux (Young, 1982). En 1949, F. Bertaut propose de décrire le matériau comme un ensemble de Domaines Cohérents de Diffraction (DCD) à l'intérieur des particules (Novikov, 2002 et Hauk, 1997).

En général, la taille des cristallites est déterminée en mesurant la largeur à mi-hauteur du pic de Bragg de l'intensité maximale et en utilisant, en première approximation, la formule de Scherrer qui s'écrit (Scherrer, 1912):

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos(\theta)} \quad (\text{II.4})$$

D: taille moyenne de cristallites.

λ : Longueur d'onde des rayons X.

θ : Angle de diffraction.

K: constante (K=0.9).

β : est la largeur à mi-hauteur.

La Figure II.8 propose un exemple de pic de diffraction X.

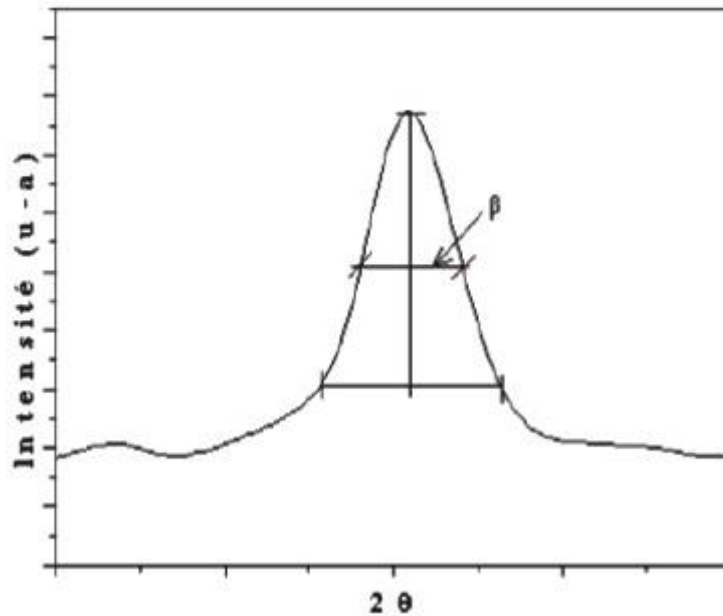


Figure. II.8 : Illustration d'un pic de DRX.

II.2.2. Magnéto­métrie à échantillon vibrant (Vibrating Sample Magnetometer, VSM)

II.2.2.1. Intérêt

Pour en savoir plus sur le comportement magnétique des différents échantillons, les cycles d'hystérésis, l'aimantation statique en fonction de champ magnétique appliqué, $M(H)$, ont été collectés au moyen d'un magnéto­mètre à échantillon vibrant (VSM). A partir de ces cycles, on peut accéder à différents paramètres magnétiques importants qui caractérisent l'échantillon, à savoir : l'aimantation à saturation (M_s), l'aimantation rémanente (M_r) et le champ coercitif (H_c) (Boukherroub, 2015).

II.2.2.2. Principe de la technique

Le schéma de principe du magnéto­mètre est illustré sur la figure II. 9. L'échantillon est placé au bout d'une tige en quartz et positionné au centre d'un bobinage produisant un champ magnétique, comme illustré sur la figure II. 10. On varie progressivement le champ magnétique appliqué H , ce qui permet d'aimanter l'échantillon. Ensuite, on fait vibrer l'échantillon aimanté à une fréquence déterminée, ceci produit un flux magnétique variable avec le temps à travers les bobines. En vertu de la loi de Faraday, ce flux variable induit dans les bobines un courant i dont l'intensité est proportionnelle au moment magnétique

total μ de l'échantillon. On obtient ainsi une courbe μ vs H . L'aimantation de l'échantillon, M , sera obtenue en divisant ce moment par la masse m de l'échantillon ($M = \mu$ (emu)/ m (g)).

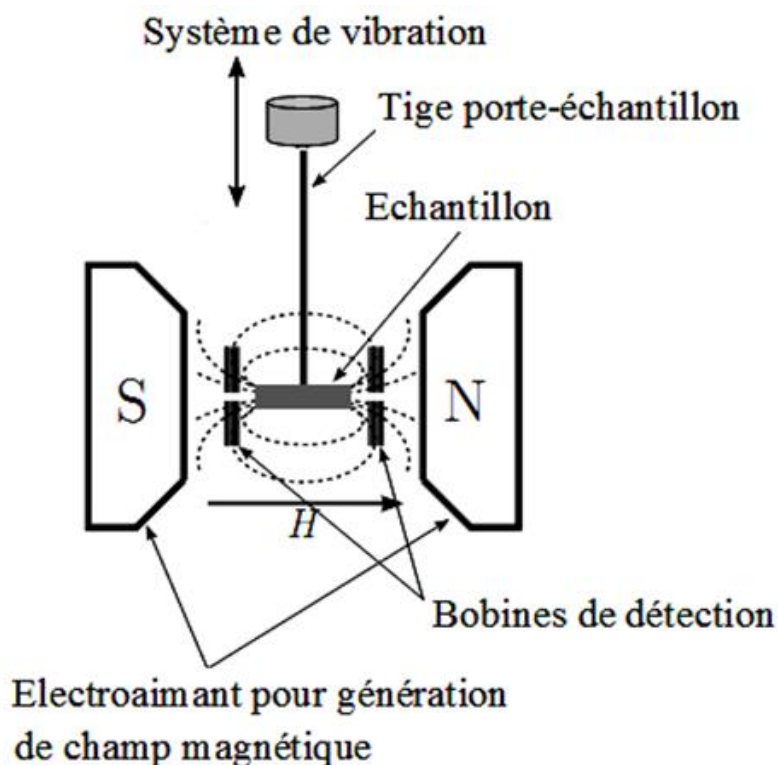


Figure II.9 : Schéma simplifié du principe de la mesure par VSM (Boukherroub, 2015).

II.2.2.3. Equipement utilisé

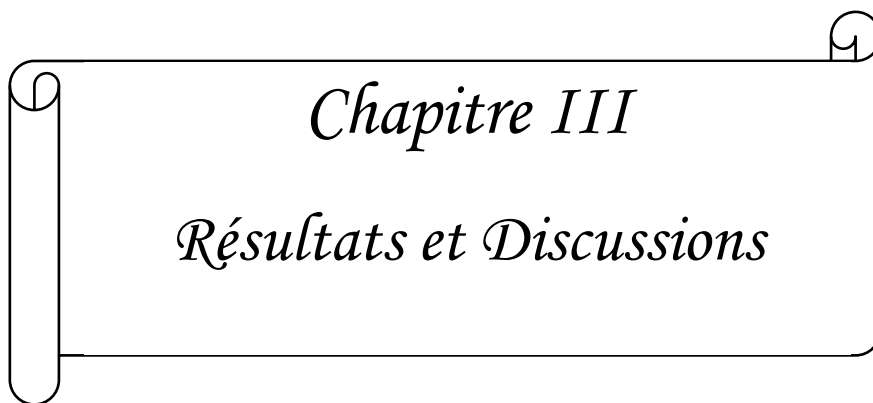
Les mesures de cycles d'hystérésis à température ambiante des échantillons nanocristallins, $\text{Fe}_{90}\text{Pb}_{10}$ ont été effectuées à l'aide d'un magnétomètre à échantillon vibrant de modèle EV7 (Figure II.10), de Laboratoire de Physico-chimie des Matériaux (LPCM) de la Faculté des Sciences et de la Technologie, Université Chadli Bendjedid El-Tarf, dans la gamme de champ de $-18 \text{ k Oe} \leq H_{\text{app}} \leq +18 \text{ k Oe}$.



Figure II.10. Magnétomètre à échantillon vibrant MICROSENSE de modèle EV7.

II.3. Conclusion

L'élaboration par la technique appelée mécanosynthèse a permis de synthétiser des nano-poudres ultrafines de Fe-Pb. Ces nanostructures ont été caractérisées par différentes méthodes de caractérisations : la diffraction des rayons X (DRX) pour l'étude des propriétés structurales et microstructurales et le magnétomètre à échantillon vibrant (VSM) pour étudier les propriétés magnétiques.



Chapitre III
Résultats et Discussions

Chapitre III

Résultats et Discussions

Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats expérimentaux de l'analyse de la caractérisation structurale, microstructurale et magnétique des poudres nanostructurées $\text{Fe}_{90}\text{Pb}_{10}$ élaborées par mécanosynthèse en différents temps de broyage.

III.1 Analyse par diffraction des rayons X

La principale méthode utilisée pour l'investigation de la formation des phases, leurs structures et microstructures est la diffraction des rayons X.

III.1.1. Etude structurales

La figure III. 1 montre les diagrammes de diffraction de rayons X du mélange de poudres $\text{Fe}_{90}\text{Pb}_{10}$ pour différents temps de broyage allant de 0 à 4 h. avant la progression du processus de broyage à 0 heure, il est observé l'apparition de tous les pics caractéristiques du fer de structure cubique centré (cc) et du plomb de structure cristalline cubique faces centrées. L'indexation des spectres a été faite en faisant référence aux fiches ASTM du fer et de plomb. Ce spectre montre aussi que les pics $\text{Pb}(201)$, $\text{Pb}(203)$, $\text{Pb}(422)$ et $\text{Pb}(511)$ se superposent avec les pics de $\text{Fe}(110)$, (200) , (211) et (310) .

Nous constatons par raison des conditions de broyage, le Fe est oxydé, ce qui a donné un petit pic au début du spectre de diffraction de rayons X pour divers temps de broyage (2h, 3h, 4h). A noter que les pics de diffraction correspondants au Pb disparaissent complètement après 2h, 3h et 4 heures de broyage donc que les pics de Fer sont décalés légèrement vers les petits angles. Cela démontre que les atomes de Pb se sont dissous dans la matrice de Fe donnant lieu à la formation de la solution solide $\text{Fe}(\text{Pb})$, C'est cohérent avec la formation de solution solide due que le rayon atomique de Pb (0,154 nm) est grand comparé à Fe (0,12405 nm). Celle-ci a été identifiée comme étant la phase αFePb de structure cubique centré (cc) (figure III. 2). Le petit décalage angulaire des pics de diffraction est associé au premier ordre de contraintes internes induit par le broyage et qui modifie le paramètre de maille. Nous tenons à préciser que, dans notre cas, la complète

formation de la solution solide Fe (Pb) (cc) a été obtenue pour un temps de broyage relativement court.

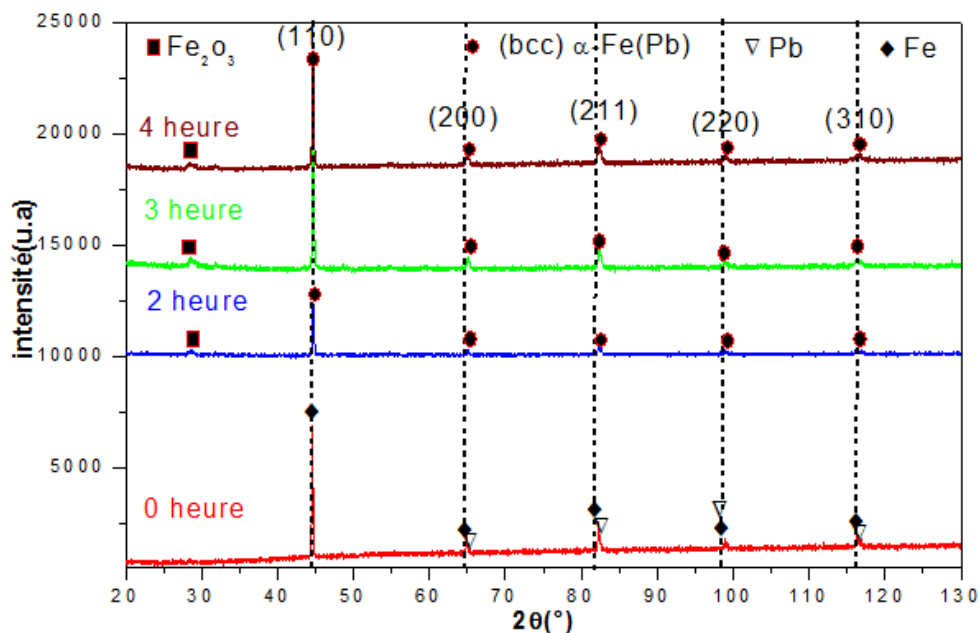


Figure III. 1 : Evolution des diffractogrammes des rayons X de la poudre du $Fe_{90}Pb_{10}$ en fonction du temps de broyage.

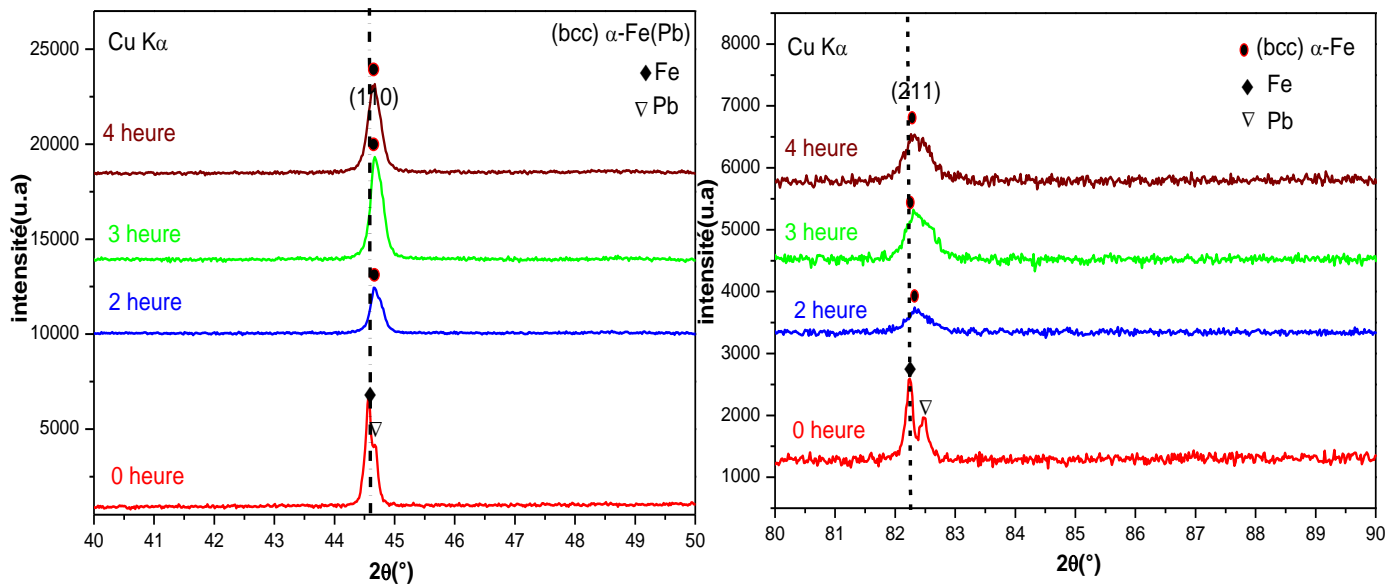


Figure III. 2 : Superposition de la réflexion de Bragg de l'intense (110) et (211) pour les différents temps de broyage.

III.1.1.1. Variations de la taille moyenne des cristallites

La figure III.3, représente l'évolution du paramètre de maille, a (nm), en fonction de la durée de broyage. Nous avons remarqué que le paramètre de maille décroît de façon monotone lorsque la durée de broyage augmente. Sa valeur diminue de 0,28697 nm pour Fe-Pb de 0 heure de broyage jusqu'à 0,28656 nm pour 4 heures de broyage.

Cette diminution de a (nm) est clairement traduite par le décalage des pics de diffraction X vers les grands angles (voir la figure III.1) et est due à la diffusion des atomes de Pb dans la matrice de Fe (*delshadChermahinia, 2008*).

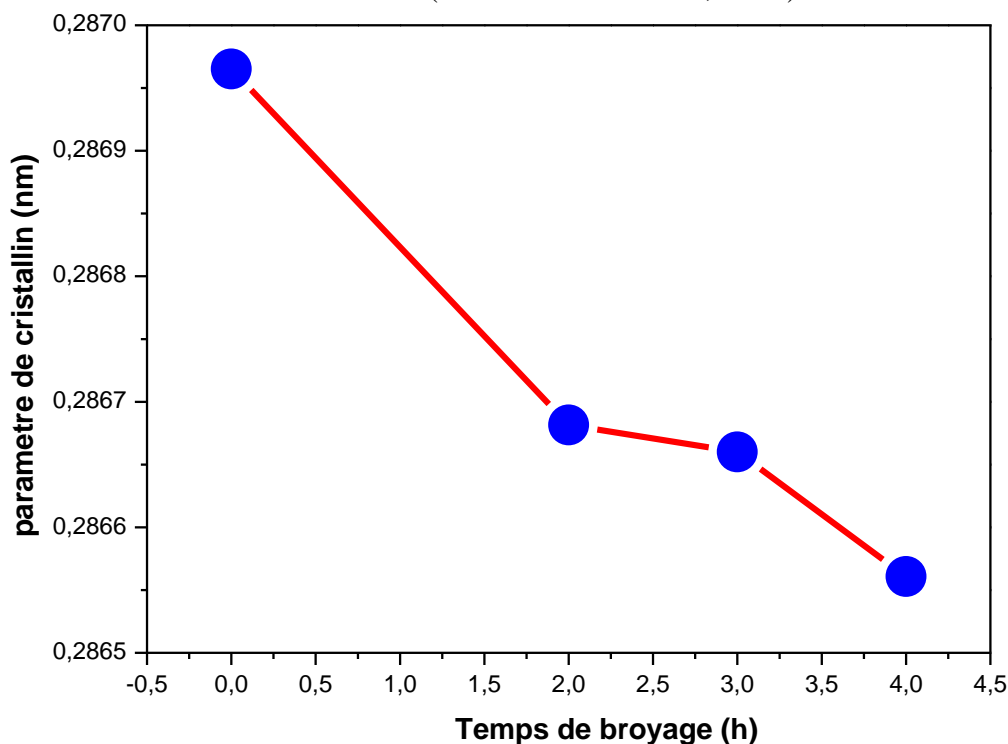


Figure III. 3 : Evolution du paramètre de cristallin en fonction du temps de broyage.

III.1.2 Etude microstructurales

La figure III. 4, montre la variation de la taille moyenne des grains, $\langle D(\text{nm}) \rangle$, en fonction du temps de broyage, la diminution de la taille des grains $\langle D(\text{nm}) \rangle$ (diminue de 42,47nm de 0h jusqu'à 31,50 nm après 4 heures de broyage) en fonction de broyage est due à un choc de haut énergie ou l'impact broyage à grande énergie est intensifié suite à un choc billes - billes et billes- parois à l'intérieur des jarres.

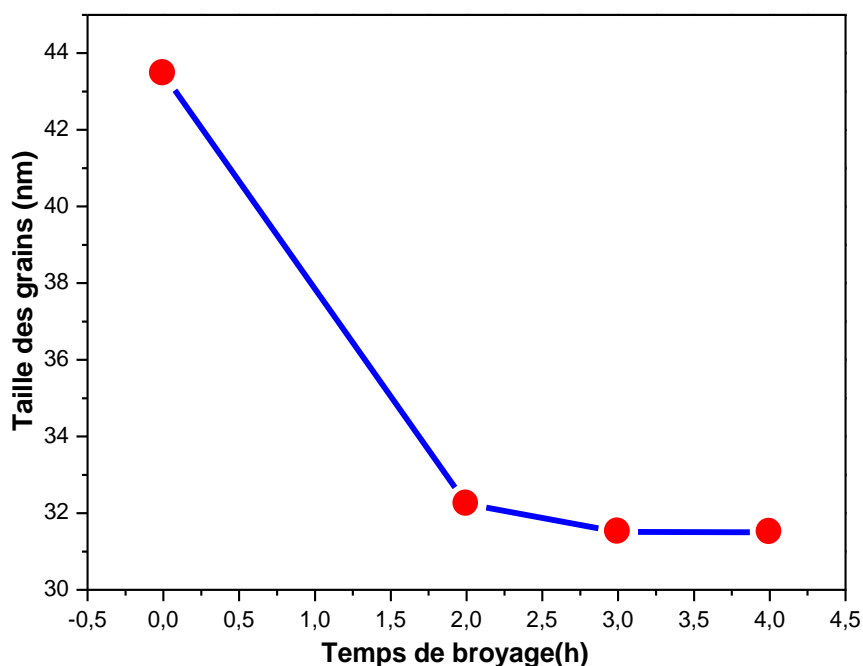


Figure III. 4 : Evolution de la taille des grains en fonction du temps de broyage.

III.2. propriétés magnétiques

III.2.1. Cycles d'hystérésis

En l'absence de champs, les moments magnétiques associés aux domaines ferromagnétiques du matériau sont orientés au hasard et leur somme vectorielle est nulle, macroscopiquement le matériau ne présente aucune aimantation magnétique ($H=0$). Lorsque la valeur de champs magnétique H commence à croître, les domaines ferromagnétiques se réorientent progressivement et il y a apparition d'une aimantation M dans le matériau. Quand le champ H augmente, cette aimantation atteint une valeur maximale.

Quand les domaines ferromagnétiques sont tous orientés dans la direction du champ magnétique excitateur, cette valeur maximale M_s est appelée aimantation à saturation. Toute augmentation ultérieure de la valeur de H n'entraîne aucune modification de l'état de l'aimantation maximale, la courbe ainsi obtenue est appelée courbe première aimantation. Quand le champ excitateur H décroît et atteint une valeur nulle, la réorganisation des domaines ferromagnétiques n'est pas instantanée. Pour une valeur ($H=0$), le matériau possède une aimantation M_r non nulle appelée aimantation rémanente, lorsque le sens du champs H est inversé et que sa valeur absolue augmente, il faut atteindre une valeur critique ($H=-H_C$) pour que macroscopiquement le matériau ne présente aucune aimantation, cette valeur H_C est appelée le champ coercitif.

Lorsque la valeur de H continue à croître ou atteindre de nouveau l'aimantation à saturation du matériau au cours de la demi alternance suivante du champ magnétique

excitateur, les mêmes étapes se produisent pour l'état instantané de l'aimantation du matériau, on décrit ainsi une boucle complète fermée sur elle-même est appelée boucle d'hystérésis. Remarquons que la surface de cette boucle représente physiquement l'énergie dépensée pour déplacer les parois des domaines ferromagnétiques et réorienter les moments magnétiques du matériau au cours d'un cycle complet du champ excitateur.

La connaissance d'un tel cycle est importante puisqu'il indique les caractéristiques essentielles d'un matériau ferromagnétique:

- L'aimantation à saturation M_s .
- L'aimantation rémanente M_r .
- Le champ coercitif H_c (c'est la valeur du champ nécessaire pour annuler l'aimantation rémanente).

Les changements des propriétés magnétiques des matériaux nanocristallins proviennent souvent de la microstructure et sont attribués à la fraction importante des atomes situés dans les grains et les joints de grains.

L'évolution de l'aimantation des échantillons en fonction du champ magnétique appliqué (H), prises à 300 K, des poudres après différents temps de broyage sont montrées sur la figure III.5

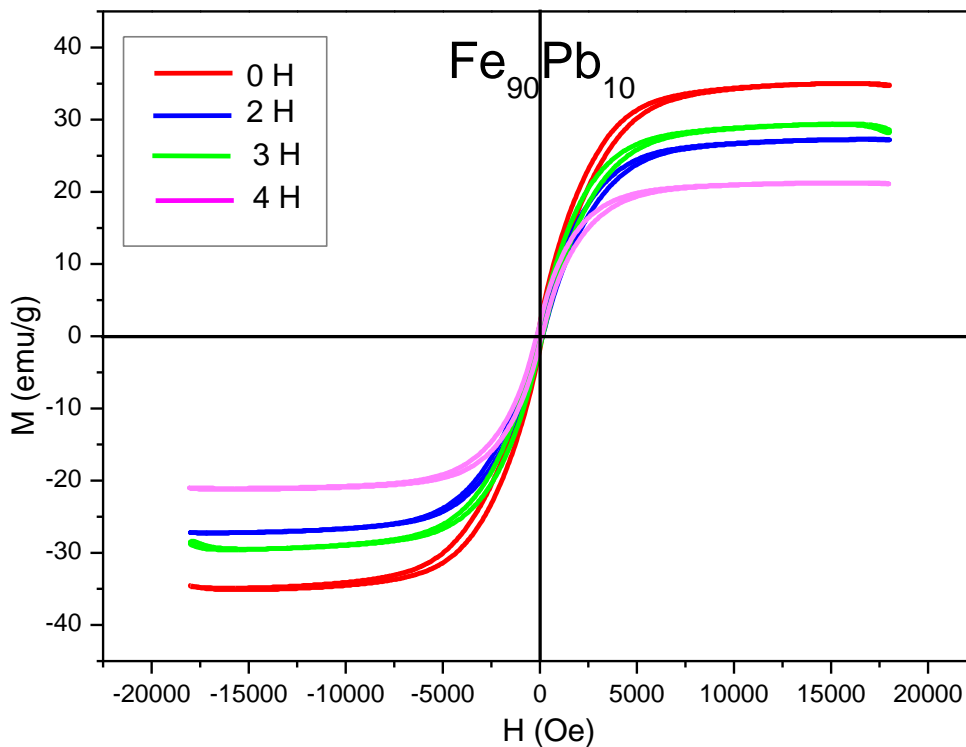


Figure III. 5. Courbes d'aimantation en champ parallèle (H) mesurée au VSM (Cycles d'hystérésis) des poudres $Fe_{90}Pb_{10}$.

III.2.2. Champ coercitif

Pour être un bon matériau magnétique doux un alliage doit avoir un champ coercitif aussi petit que possible. Pour obtenir les valeurs du champ coercitif, les cycles d'hystérésis, montrés dans la figure III.6 ont été enregistrés pour les échantillons sélectionnés.

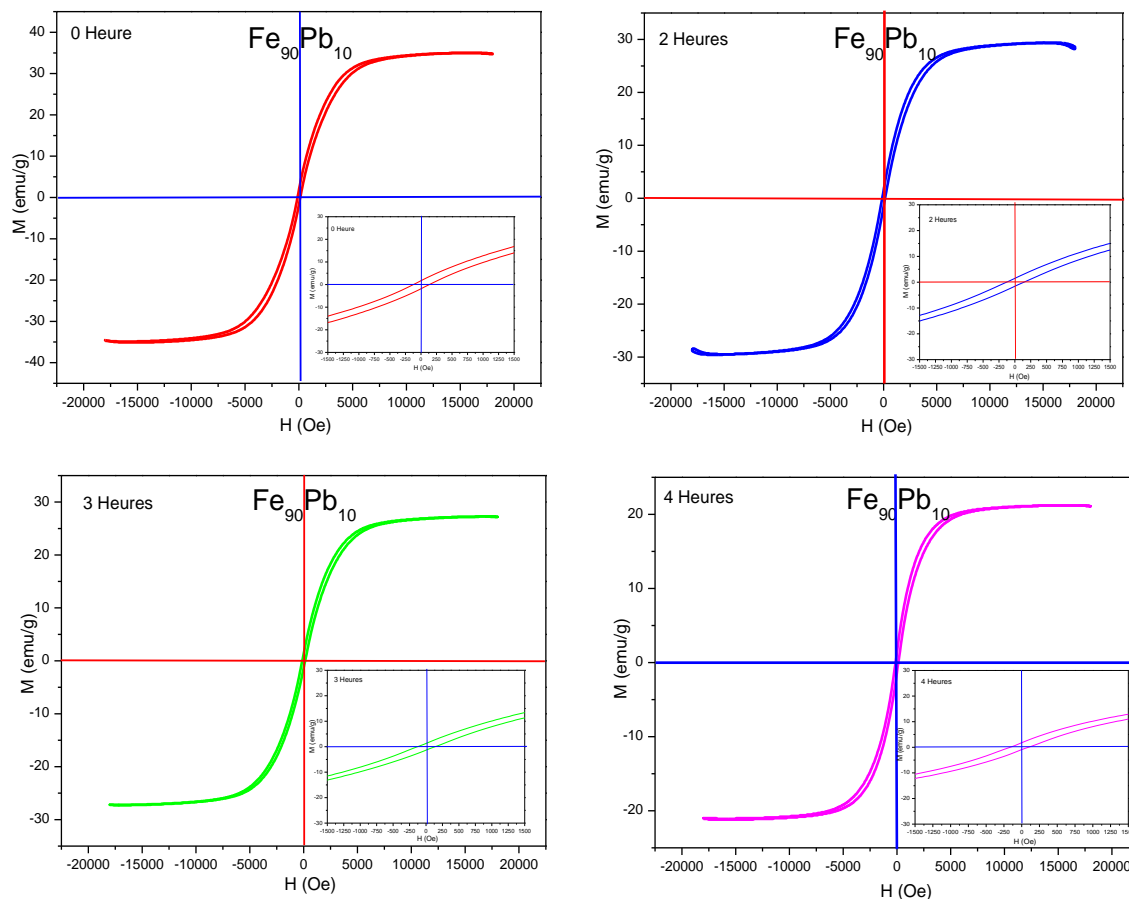


Figure III. 6 Courbes d'hystérésis enregistrées pour les échantillons broyés 0 ,2 ,3 et 4 heures, respectivement. Dans le détail est montrée la zone à bas champ, utilisé pour la détermination du champ coercitif.

Une étude sur chaque courbe indique que tous les échantillons sont ferromagnétiques et possèdent de très faibles champs coercitifs. Par conséquent, ces alliages sont des matériaux magnétiques doux, comme il est montré dans la figure III.6.

III.2.3. Evolution du champ coercitif en fonction du temps de broyage

La variation du champ coercitif en fonction du temps de broyage est représentée sur la figure III.7. On observe une diminution rapide jusqu'à 2 heures de broyage, suivie d'une augmentation avec 3 heures de broyage et enfin une diminution jusqu'à atteindre une faible valeur de l'ordre de 118,18 emu/g après 4 heures de broyage.

La diminution, peut être une conséquence de raffinement de la taille des grains qui réduit l'anisotropie magnétocristalline. En effet, pour les matériaux magnétiques nanocristallins doux, il a été constaté que quand la taille des grains est réduite, l'anisotropie magnétique effective est moyennée au niveau des amas des grains et le champ coercitif H_c diminue avec la puissance six de la taille des grains ($H_c \propto D^6$) (Sourmail, 2005).

Par ailleurs, l'augmentation de H_c peut être liée à l'effet de la déformation plastique et par conséquent, à l'introduction de contraintes internes dues aux différents types de défauts cristallins (lacunes, interstices, dislocations, joints de grains, etc.) qui altèrent le mouvement des parois des domaines magnétiques.

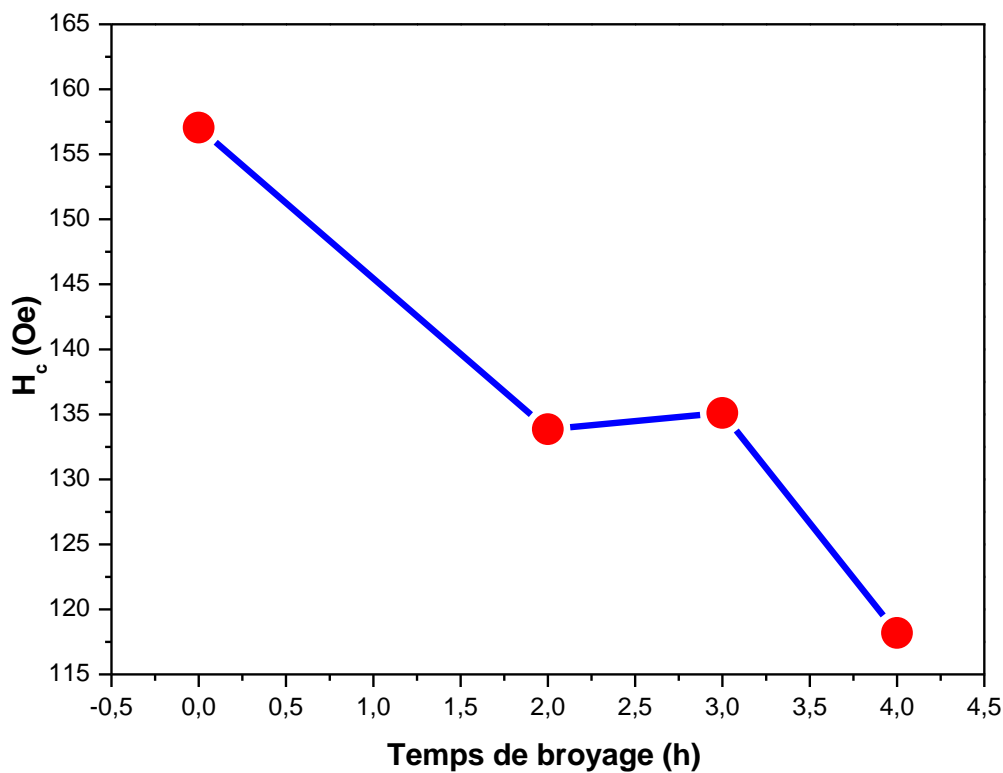


Figure III. 7 : Variation de H_c en fonction du temps de broyage.

III.2.4. Evolution de l'aimantation rémanente en fonction du temps de broyage

Le matériau ferromagnétique lorsqu'il est magnétisé dans un sens, il garde cette aimantation quand le champ magnétique est nul ($H=0$). Quand le champ excitateur H appliqué sur le matériau décroît est atteint une valeur nulle, la réorganisation des domaines ferromagnétiques n'est pas instantanée et pour la valeur de $H=0$, le matériau possède une aimantation appelée rémanente, c'est-à-dire une aimantation rémanente qui

représente la résistance du matériau à la désaimantation. La variation de M_r en fonction du temps de broyage de notre matériau est présentée sur la figure III.8.

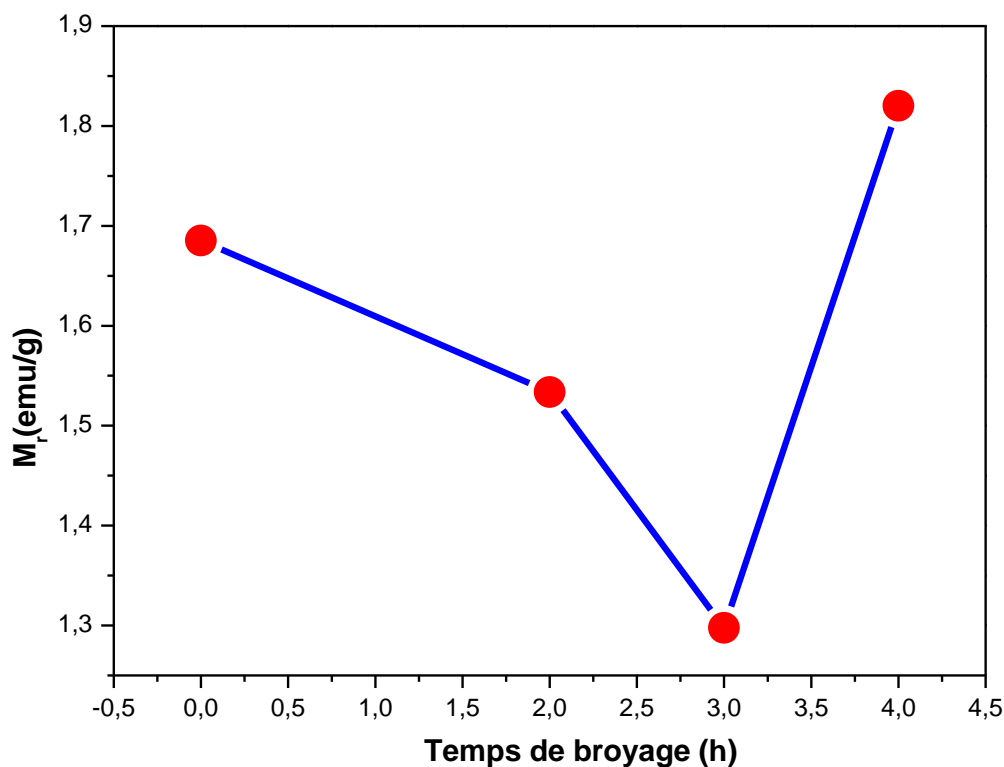


Figure III. 8 : Variations de l'aimantation rémanente, M_r , pour $Fe_{90}Pb_{10}$ en fonction de la durée du broyage.

Il est observé deux stades :

- Stade (0h-3h): On remarque une diminution de l'aimantation rémanente, c'est-à-dire, quand il y a une saturation, un effet inverse se manifeste, c'est-à-dire une diminution de l'aimantation rémanente en fonction du temps de broyage. Cette diminution de l'aimantation rémanente M_r en fonction de l'augmentation du temps de broyage (0h-3h) attribue et engendre des contraintes internes due aux différents défauts cristallins comme les lacunes, les interstices, les dislocations et l'augmentation des nombres et d'épaisseur des joints de grains qui altèrent le mouvement des parois des domaines magnétiques.
- Stade (3h-4h): L'augmentation de l'aimantation rémanente pour le temps de broyage (3h-4h) est probablement due à l'introduction et la dissolution des atomes de plomb dans les atomes de fer ce qui a provoqué un accroissement de la pression dans la poudre de Fe-Pb.

III.2.5. Evolution de l'aimantation à saturation en fonction du temps de broyage

Dans un matériau ferromagnétique, l'orientation des moments magnétiques atomiques peut se produire spontanément, même en l'absence d'un champ magnétique extérieur, à condition que la température du matériau soit inférieure à la température critique appelée température ferromagnétique de Curie, la région du matériau où les moments magnétiques ont la même orientation est appelée domaines magnétiques ou domaines de Weiss, lorsqu'on passe du domaine magnétique au domaine voisin, les moments magnétiques changent progressivement d'orientation sur une courte distance, cette interface où se produit cette transition est appelée une paroi de Bloch.

Dans un matériau qui n'est soumis à aucun champ magnétique excitateur, la somme vectorielle des moments magnétiques associés aux domaines de Weiss est nulle, c'est-à-dire que le matériau ne manifeste macroscopiquement aucune aimantation.

Si le matériau est soumis à un champ magnétique excitateur H , les domaines dont l'orientation magnétique est voisine de celle du champ excitateur H , s'agrandissent au détriment des domaines moins bien orientés qui disparaissent progressivement quand l'intensité du champ excitateur augmente.

Il existe une valeur supérieure du champ excitateur appelée champ à saturation pour laquelle le monocristal ou le grain sera alors constitué d'un seul domaine de Weiss dont l'aimantation M aura la même orientation que celle du champ excitateur H , l'aimantation correspondante est l'aimantation à saturation M_s .

L'évolution de l'aimantation à saturation en fonction du temps de broyage (Figure III.9) présente une diminution (entre 0h-2h et 3h-4h) qui peut être due à l'augmentation de la densité des joints de grains et à la dissolution importante du Pb dans le réseau cristallin du Fe.

Aussi, la diminution de l'aimantation à saturation peut être due à l'inhomogénéité. Il a été rapporté que le broyage de certains matériaux peut introduire des déformations plastiques et des densités de dislocations élevées (Yadav *et al.*, 2012).

De plus, lorsque le Pb est broyé avec le Fe, la variation de la configuration atomique des plus proches voisins mène à la réduction du moment magnétique par atome et donc, à la réduction de l'aimantation à saturation. L'affinement microstructural entraîne une

diminution de l'anisotropie magnéto cristalline ce qui favorise une rotation facile du vecteur magnétique.

Par ailleurs, le fait que H_s augmente entre 2 et 3 heures de broyage pourrait être lié à une accumulation de défauts et à une contamination.

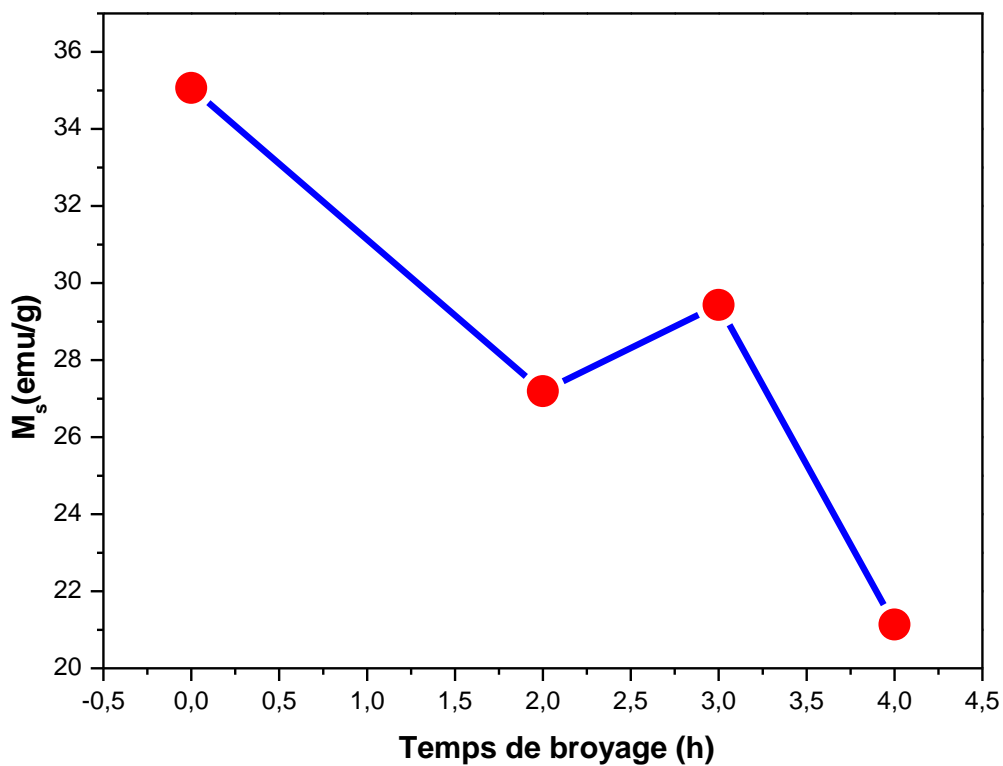


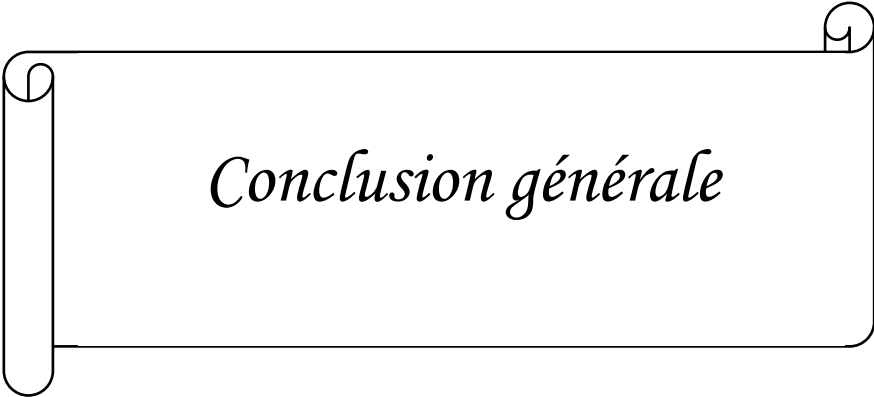
Figure III. 9 : Variations de l'aimantation à saturation, M_s , pour $Fe_{90}Pb_{10}$ en fonction de la durée du broyage.

III.3. Conclusion

L'élaboration des poudres nanostructures $\text{Fe}_{90}\text{Pb}_{10}$ a été réalisée avec succès, à l'aide du vario-broyeur planétaire P4, pour différents temps de broyage allant de 2 à 4h. Les poudres obtenues ont été caractérisées par la diffraction des rayons X (DRX) et le magnétomètre à échantillon vibrant (VSM).

L'étude des propriétés structurales a été effectuée en utilisant la diffraction des rayons X (DRX). À partir des spectres DRX, nous avons suivi la formation de l'alliage $\text{Fe}_{90}\text{Pb}_{10}$, l'évolution de la taille des grains (diminue et atteint une valeur minimale de 31,50 nm) et du paramètre de cristallin (diminution jusqu'à une valeur de 0,28656 nm après 4 h de broyage) en fonction de la durée de broyage.

La caractérisation par magnétomètre à échantillon vibrant (VSM) a été utilisée pour étudier les propriétés magnétiques de ces poudres où il a été montré des cycles d'hystérésis obtenus à température ambiante pour différents temps de broyage (2h, 3h, 4h), ainsi il a été montré que l'introduction des atomes de Plomb dans la matrice de Fer en fonction du temps de broyage ont un effet significatif sur les propriétés magnétiques (champ coercitif H_c , aimantation rémanente M_r et l'aimantation à saturation M_s).



Conclusion générale

Conclusion et Perspectives

Ce travail s'inscrit dans le cadre général de l'étude structurale, microstructurale et magnétique de nanomatériaux magnétiques à base de Fer plus particulièrement l'alliage Fe-Pb. En effet, nous avons élaboré l'alliage Fe₉₀Pb₁₀, sous forme de poudres nanostructurées à l'aide du broyeur planétaire « Pulverisette7 » de marque Retsch PM 400 existant au Laboratoire de Physico-chimie des Matériaux (LPCM) de la Faculté des Sciences et de la Technologie, Université Chadli Bendjedid – El Tarf. Les différentes propriétés structurales, microstructurales et magnétiques des poudres élaborées ont été étudiées en fonction du temps de broyage en utilisant différentes techniques expérimentales (DRX et VSM).

La caractérisation par diffraction des rayons X (DRX) a montré que la solution solide Fe(Pb) à se former de 2 h de broyage. Le paramètre cristallin diminue au cours du broyage pour atteindre une valeur de 0.2865 nm après 4 h de broyage. D'autre part, la taille des grains diminue pour atteindre une valeur minimale de 31,50 nm après 4 h de broyage.

L'étude des propriétés magnétiques (déduites à partir des cycles d'hystérésis obtenus à température ambiante pour différents temps de broyage) fait apparaître que le champ coercitif H_c diminue de 133,855 emu/g après 2 h de broyage suivie d'une petite augmentation de 135,1 emu/g jusqu'à 3 h de broyage et enfin une diminution jusqu'à atteindre une faible valeur de l'ordre de 118,18 emu/g après 4 heures de broyage.

De plus, l'évolution de l'aimantation rémanente présente deux stades, une diminution au début de broyage mécanique (0h-3h) suivie d'une augmentation entre (3h-4h).

La diminution de la magnétisation rémanente M_r en fonction de l'augmentation de la durée de broyage (0h-3h) attribue et génère des contraintes internes dues aux différents défauts cristallins. Dans le cas de l'augmentation de l'aimantation rémanente pour le temps de broyage (3h-4h) est probablement due à l'introduction et la dissolution des atomes de

Pb dans les atomes de Fe ce qui a provoqué un accroissement de la pression dans la poudre de Fe-Pb.

Autre constatation, c'est l'évolution de l'aimantation saturation, cette aimantation de saturation se diminue entre 0h et 2h de broyage conduite d'une augmentation pendant 2 h et 3 h de broyage enfin avec aussi une diminution de 3 h et 4 h de broyage.

La diminution rapide de M_s durant le stade initiale et finale peut être liée à la diminution de l'anisotropie de forme à cause de la diminution de la distribution de forme des particules au cours de broyage. Toute fois, il est présumé que la diminution de l'anisotropie apparente suite à l'affinement de la taille des grains ne peut se produire effectivement avec l'existence de phases non magnétiques le long des joints de grains. Cet affinement empêche le couplage d'échange entre les grains.

Dans une seconde étape, la diminution de la taille moyenne des grains, associée à une éventuelle modification de leur forme, de lamellaire à sphéroïdale, induit une perte d'anisotropie, donc une augmentation de M_s .

Dans la perspective de d'améliorer ce travail, il souhaitable de faire de cycles d'hystérésis à haute et à basse température et aussi l'étude des propriétés hyperfine à l'aide de la spectroscopie Mössbauer.



Références bibliographiques

Références

A

- AFSSET (Agence Française de Sécurité Sanitaire de l'Environnement et du Travail), « les nanomatériaux », France, 2006.
- Abdellaoui .M, Thèse de doctorat de l'Université de Paris-VI 1994.
- Aikin B. J. M. and T. H. Courtney, Metall. Mater. Trans., 24A (1993) 2465.
- Abdellaoui M., and E. Gaffet, Acta Metall. Mater., 43 (1995) 1087.

B

- Benjamin J.S, Metall. Trans. 1 (1970), 2943.
- Burgio N., A. Iassona, M. Magini, S. Martelli and F. Padella, Nuovo Cimento, 13 (1991) 459.
- BEN ALI Meriem, thèse de doctorat de l'université Mohammed V de Rabat, (2016).
- Boukherroub N., thèse de doctorat de l'université M'Hamed Bougara-Boumerdes, (2015).
- Boukhezar S., thèse de Magister de l'Université Badji Mokhtar –Annaba, (2008).
- Boudinar N. thèse de Doctorat , Élaboration et études structurales et microstructurales des poudres nanostructurées à base de fer,(2011).
- Bernard F. thèse de Doctorat de l'Université du Maine et Docteur/PhD de L'Université de Yaoundé I, (2009)
- Béranger, G., F.Duffaut, J.moret, J.F.Tiers, »les alliages de fer et de nickel », édition Lavoisier TEC & DOC, 1996.
- Brouri T. Élaboration et étude des propriétés électriques des couches minces et des nanofils de ZnO. Autre. Université Paris-Est, 2011. Français.

C

- Chen Y., R. Le Hazif and G. Martin, Sol. Stat. Pheno., 23 (1992) 271.
- Chebli A. thèse de Doctorat de l'UNIVERSITÉ BADJI MOKHTAR ANNABA, (2016).

D

- De Los Santos H.J. Principles and applications of nanomems Physics (Microsystems) Application. 2005.
- Delshad Chermahinia M., S.Sharafi,H. Shokrollahi, Zandrahimi, J. Alloys. Compd (2008), doi/10.1016/j.jallcom 2008.10.163.
- Delogu F., M. Monagheddu, G. Mulas, L. Schiffini and G. Cocco, J. Non Crys. Solids, 232 (1998) 383.
- Degauque.J .Magnétisme et matériaux magnétiques : introduction HAL Id: jpa-00251506 (1992).

E

- Elkedim O., R. Hamzaoui,Mechanical alloying and magnetic properties of Fe-Ni alloys, Journal of alloys and compounds, Volume 573, 5 October 2013, Pages 157-162.
- Eckert J, L. Schultz and K. Urban, Z. Metallkde., Vol. 81 (1990) 862.
- Eckert J, Mater. Sci. Forum, Vol. 88-90 (1992) 679.

G

- Gusev A.I., Nanomaterials, Nanostructures, and Nanotechnologies (in Russian) // Fizmatlit, Moscow (2007) pp 416.
- Gleiter H. Prog. Mater. Sci, 32 :223, 1989.
- Gaffet E., Mater. Sci. Eng., A135 (1991) 291
- Gaffet E., A.kohler .matériaux (Rouen) (2002).
- Gaffet E., F. Bernard, J.-C. Niepce, F. Charlot, C. Gras, G. Le Caër, J.-L. Uichard, P. Delcroix, A Mocellin , O. Tillement, J. Mater. Chem. 9 (1999) 314
- Ghomari F. SCIENCE DES MATERIAUX DE CONSTRUCTION, UNIVERSITE ABOUBEKR BELKAID (2009)
- Grenèche J.M., Magnetic Phases in Alloys and Nanostructured Systems, Hyperfine Interactions 144/145(2002) 151–160.

H

- Hauk, V. (Ed.). Structural and residual stress analysis by nondestructive methods: Evaluation-Application-Assessment. Elsevier. (1997).

K

- Kittel C., Introduction à la physique de l'état solide, éditeur, dunod, Paris, (1958).
- Kwon Y. S, K. B. Gerasimov, S. K. Toon, J. All. Comp. 346 (2002) 276.

L

- Liu C.T. and k.S. Kumar ., JOM, (1993) 38.
- Lu L. and M. O. Lai, Mechanical Alloying Kluwer Academic Publisher 12. (1998).
- Lu K., Nanocrystalline metals crystallized from amorphous solids:nanocrystallization, structure and properties, Mater. Sci. Eng. R 16 (1996) 161-221.

M

- Mazaleyrat F., Contribution à l'étude des propriétés des matériaux magnétiques nanostructurés. PhD thesis, février 2005.
- Magini M., Mater. Sci. Forum, 88-90 (1992) 121.
- Maurice D. and T. H. Courtney, Metall. Mater. Trans., 25A (1994) 147.

N

- Nui X. P., Ph. D. thesis-Kulenven- Belgique (1991) 34.
- Novikov, V. (2002). Concise dictionary of materials science:structure and characterization of polycrystalline materials. CRC Press.

P

- Pierre Gravereau“Introduction à la pratique de la diffraction des rayons X par les poudres”, ICMCB-CNRS, Université Bordeaux 1, 2012.

R

- Rice A., T.Volpp, E. Goring, W.M. Kuschke ,E. Arzt, NanoStructured Materials, V.8, n° 7, (1997) 855.
- Richard J.D.Tilley, « *understanding solids : the science of materials* », John Wiley & Sons LTD, 2004.

S

- Suryanarayana C., Marcel Dekker, USA (2004)

-Suryanarayana C., Nanocrystalline materials, *International Mater. Reviews*, 40 :41, 1995.

-Suryanarayanan, R., & Mitchell, A. G. (1985). Evaluation of two concepts of crystallinity using calcium gluceptate as a model compound. *International journal of pharmaceutics*, 24(1), 1-17.

-Suryanarayana C., Mechanical alloying and milling, *Progress Mater. Sci.* 46 (2001) 1-184

-Scherrer, P. (1912). Bestimmung der inneren Struktur und der Größe von Kolloidteilchen mittels Röntgenstrahlen (pp. 387-409). Springer Berlin Heidelberg.

-Sourmail T., Near FeCo equiatomic alloys: constitution, mechanical and magnetic properties, *Prog. Mater. Sci.* 50 (2005) 816–880.

T

-TRIA S., Thèse de Magister de l'Université Badji Mokhtar –Annaba, (2002).

-Tjong S. C. and H. Chen, Nanocrystalline materials and coatings, *Mater. Sci. Eng. R*, 45 (2004) 1-88.

Y

-Young, R. A., & Wiles, D. B. (1982). Profile shape functions in Rietveld refinements *Journal of Applied Crystallography*, 15(4), 430-438.

-Yadav, T.P., Yadav, R.M. and Singh, D.P. (2012) 'Mechanical milling: a top down approach for the synthesis of nanomaterials and nanocomposites', *Nanoscience and Nanotechnology*, Vol. 2, No. 3, pp.22–48.

Résumé

Le présent travail s'inscrit dans le thème générique de recherche de nouveaux matériaux, aux propriétés améliorées, qui sont susceptibles de constituer une clé importante dans la perspective d'applications innovantes.

Pour ce faire, des poudres nanométriques d'alliage binaire Fe-Pb, ont été obtenues par broyage mécanique de haute énergie à l'aide du broyeur planétaire de marque RETSCH PM400, en retenant trois (3) temps de broyage différents (2h, 3h et 4 heures).

Dans une deuxième étape, tous les échantillons ont fait l'objet de caractérisations diverses et variées en l'occurrence, une étude structurale, la diffraction des rayons X (elle a mis en évidence la formation de solution solide à partir de 2 h de broyage) et une étude magnétique, Magnétomètre à échantillon vibrant (VSM).

De nombreuses et précieuses informations en ont ensuite été déduites à savoir, les variations de la taille moyenne des cristallites, du paramètre de maille, de l'aimantation à saturation, du champ rémanent et du champ coercitif, en fonction d'un seul paramètre, le temps de broyage.

Tous ces résultats, originaux, ont fait l'objet d'interprétations préliminaires couplées qui nécessitent néanmoins d'être améliorées, au regard du très faible nombre d'articles existant dans la littérature.

Mots clés: alliage binaire Fe-Pb, Poudres nanostructureés, Diffraction X, VSM.