République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

UNIVERSITÉ CHADLI BENDJEDID - EL TARF

جامعة الشاذلي بن جديد-الطارف

FACULTÉ DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE
DÉPARTEMENT DE PHYSIQUE

MÉMOIRE DE MASTER

DOMAINE : SCIENCE DE LA MATIÈRE

FILIÈRE : Physique

OPTION : Physique des Matériaux

Thème

Etude de la micro-structuration de l'alliage $Fe_{60}Ni_{40}$

Présenté par :
BOUAZZA Sabrina

Dirigé par :
KHADRAOUI Ahlam

Jury de soutenance :

KHELIFATI Fatma Zahra	Président	MCA	Université - El Tarf
KHADRAOUI Ahlam	Rapporteur	MCB	Université -El Tarf
HOUAIDJI Naoual	Examinateur	MCB	Université -El Tarf

Année Universitaire : 2025/2026

REMERCIEMENTS

*Mes remerciements vont tout premièrement à dieu « **ALLAH** » le tout puissant pour la volonté, la santé et la patience, qu'il madonnée durant toutes ces années d'études.*

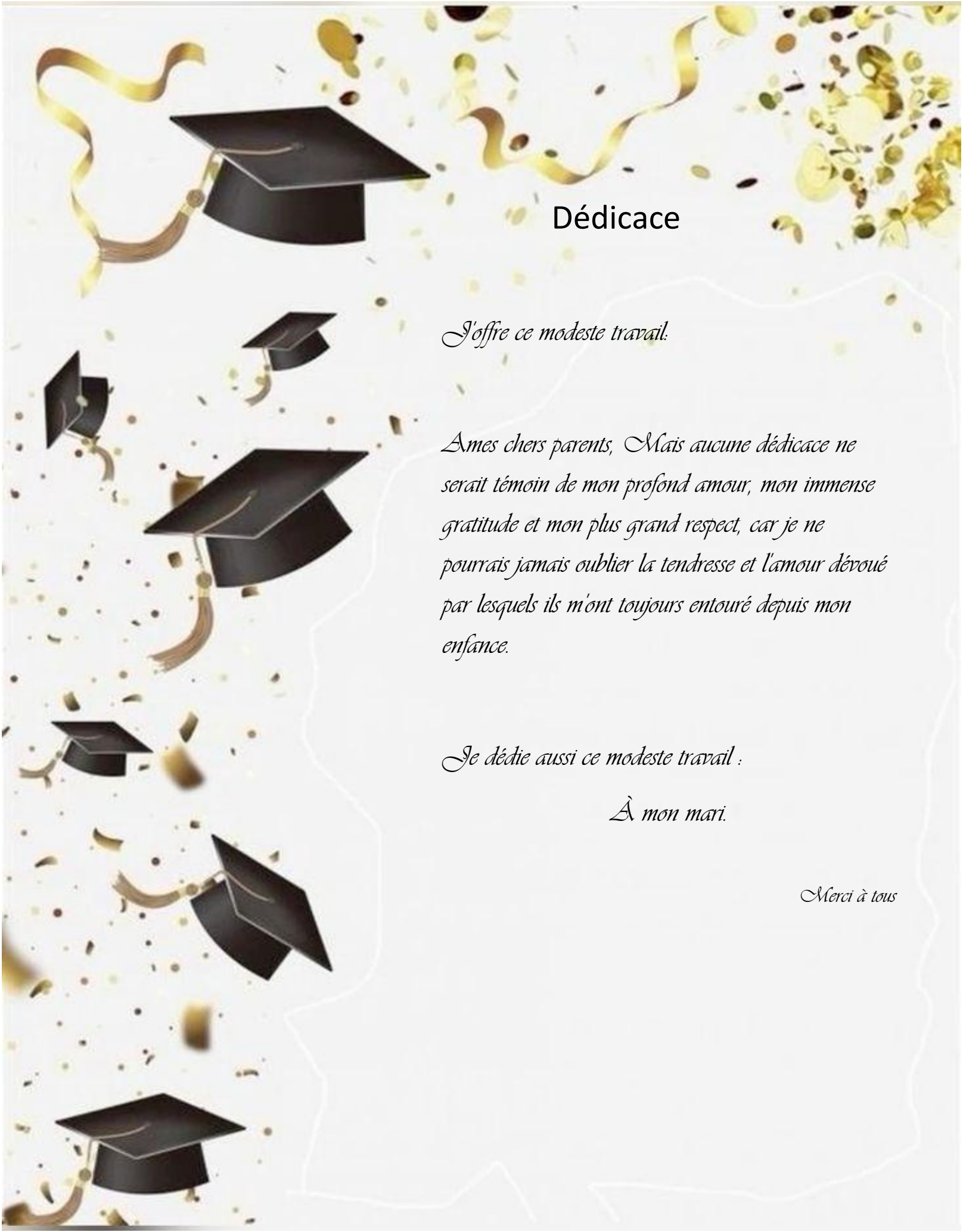
*Ce travail a été réalisé au Laboratoire de Physicochimie des Matéria ux **(LPCM)** de la faculté des Sciences et de la Technologie de l'Université Chadli Bendjedid El-Tarf et plus spécialement dans l'équipe 2 de recherche structure et magnétisme des poudres. sous la direction de Madame **KHADRAOUI Ahlam**, Docteur de l'Université Chadli Bendjedid El Tarf. Je tiens à lui exprimer toute ma gratitude pour la qualité de son encadrement, ses précieux conseils et ses encouragements*

*Je remercie, **KHELIFATI Fatma Zahra**, Docteur de l'Université Chadli Bendjedid El Tarf, de m'avoir fait l'honneur de présider le jury de ce travail.*

*Je remercie également Madame **HOUAIDJI Naoual**, Docteur de l'Université Chadli Bendjedid El Tarf, d'avoir accepté d'examiner ce modeste travail.*

*Je tiens à le remercier Madame **TEBIB Wassila**, Professeure de l'Université Chadli Bendjedid El Tarf, pour avoir accepté d'effectuer ce travail au sein du Laboratoire LPCM et d'avoir réalisé le broyage mécanique de mes échantillons, pour ses précieux conseils.*

Merci à tous!



Dédicace

J'offre ce modeste travail:

Ames chers parents, Mais aucune dédicace ne serait témoin de mon profond amour, mon immense gratitude et mon plus grand respect, car je ne pourrais jamais oublier la tendresse et l'amour dévoué par lesquels ils m'ont toujours entouré depuis mon enfance.

Je dédie aussi ce modeste travail :

À mon mari.

Merci à tous

الملخص

قمنا بإنتاج مساحيق نانويةالتركيب من سبيكة $Fe_{60}Ni_{40}$ باستخدام مطحنة كوكبية من نوع Retsch PM400 لفترات طحن مدتها 0 و5 و10 ساعات. دُرست الخصائص البنيوية (تكوين المحلول الصلب، وحجم الحبيبات، ومعامل الشبكة البلورية) باستخدام حيود الأشعة السينية (XRD) بواسطة مطياف حيود Brucker D8 وبرنامج تحسين البنية (MAUD) القائم على طريقة ريتفيلد. تُظهر النتائج تكوّن كلا المحلولين الصلبين بعد 5 ساعات من الطحن. يقل حجم الحبيبات مع زيادة مدة الطحن، بينما يزداد معامل الشبكة البلورية مع زيادة مدة الطحن. سيتم ربط جميع النتائج ومناقشتها.

الكلمات المفتاحية: سبيكة FeNi؛ مواد نانوية؛ طحن ميكانيكي؛ حيود الأشعة السينية؛ ريتفيلد؛ MAUD

Résumé

Nous avons élaboré des poudres nanostructurées Fe_{60} Ni_{40} à l'aide un broyeur planétaire type Retsch PM400, pour des temps de broyage allant de 0, 5 et 10 h. L'étude des propriétés structurales (formation de la solution solide, taille des grains et paramètre de maille) a été faite à l'aide de diffraction des Rayons X (DRX) dans un diffractométre type Brucker D8 en utilisant un programme d'affinement structural (MAUD) basé sur la méthode de Rietveld. Les résultats montrent la formation des deux solutions solides à partir de 5h de broyage. La taille des grains diminue lorsque le temps de broyage augmente. Le paramètre de maille augmente lorsque le temps de broyage augmente. L'ensemble des résultats sera corrélé et discuté.

Mots clés : l'alliage Fe Ni ; nanomatériaux, broyage mécanique, DRX, Rietveld, MAUD

Abstract

Nanostructured $Fe_{60}Ni_{40}$ powders were synthesized using a Retsch PM400 planetary ball mill for milling durations of 0, 5 and 10 h. The structural properties, including solid-solution formation, crystallite size, and lattice parameter, were investigated by X-ray diffraction (XRD) using a Bruker D8 diffractometer. Structural refinement was performed with the MAUD software based on the Rietveld method. The results reveal the formation of two solid solutions after 5 h of milling. The crystallite size decreases with increasing milling time, whereas the lattice parameter increases as the milling duration increases. All results will be correlated and discussed.

Keywords : Fe–Ni alloy; nanomaterials; mechanical milling; XRD; Rietveld refinement; MAUD.

Sommaire

Liste des Figures……...…1

Liste des Tableaux……3

Liste des Symboles…….....4

INTRODUCTION GENERALE..... 5

CHAPITRE I : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I. Généralités sur les nanomatériaux……...7

I.1. Définition des nanomatériaux 7

I.2. Les Familles de nanomatériaux 7

I.2.1. Les nano-objets……..……..……7

I.2.2. Les matériaux nanostructurés……..…….....8

I.2.3. Structure des nanomatériaux……9

I.2.4 Classification des nanomatériaux…….....10

I.2.5. Les différentes approches de synthèse……..10

I.2.6 Propriétés des nanomatériaux .....…….12

I.1.6.1 Propriétés structurales .....…….....12

I.1.6.2 Propriétés mécaniques.....12

I.1.6.3 Propriétés magnétiques.....13

II. Etude du système alliage métallique fer-nickel (Fe-Ni)……. 13

II.1. Propriétés physico-chimiques du fer et du nickel……13

II.1.2. Nickel (Ni)……..14

II.1.2.1. Les phases du nickel……14

II.1.3. Le Fer (Fe)……..15

II.1.3.1. Les phases du fer.....…….....15

II.2. Diagramme de phase du Fer-Nickel……..……...15

II.3. Applications industrielles des alliages Fe-Ni.……16

II.3.1. Horlogerie.....17

II.3.2. Domaine de l'automobile……..17

II.3.2.1. Capteurs et pièces……...17

II.3.2.3. Alliages magnétiques pour pièces d'injecteurs…….....18
II.3.2.4. Mesure de température…….....19
III. Conclusion…….....……19

CHAPITRE II : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

II.1. BROYAGE MECANIQUE HAUTE ENERGIE 20
II.1.1. Définition d'un broyage…….....20
II.1.2 Principe du broyage .....…….....…20
II.1.3. Paramètres de control du broyage.....…….....21
II.1.4. Les différents types de broyeurs…….....21
II.2. ÉLABORATION DES POUDRES DE FER-NICKEL…….....24
II.2.1. Matériels et matériaux utilisés…….....24
II.2.1.1. Les poudres utilisées…….....24
II.2.1.2. La balance électronique.....24
II.2.1.3. La boite à gants.....25
II.2.2. Mode opératoire…….....25
II.3. CARACTERISATION PAR DIFFRACTION DE RAYONS X…….....25
II.3.1. Principe de diffraction de rayons X.....26
II.3.2. Affinement des diffractrogrammes de rayons X …….....28
II.3.2. Méthode de Rietveld ……..…….....28
II.3.1. Les facteurs de suivi de la qualité d'affinement ...…….....29
II.3.2. Paramètres affinés……..……..…….....30
II.3.2.1. Calcul de la taille moyenne de grain et du taux de microcontraintes….....30
II.3.2.2. Coefficient de Poisson et module de Young…….....31
II.4. Conclusion……..…….31

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS

III.1. Étude des propriétés structurales…….....33
III.1.1. Etude des diffractogrammes de rayons x……...33
III.1.2. Diffractogramme de rayons X des poudres broyées pendant 0 h.....34
III.1.3. Diffractogramme de rayons X des poudres broyées pendant 5 h.....36

III.1.4. Diffractogramme de rayons X des poudres broyées pendant 10 h.....38

III.1.5. Effet du temps de broyage sur les paramètres cristallins.....39

III.2. Étude des propriétés microstructurales.....43

III.2.1. Tailles des grains.....43

III.2.2. Taux de microcontraintes.....44

III.2.3. Proportions de phase.....48

III.2.4. Probabilité de présence d'antiphases.....49

III.3. Étude des propriétés mécaniques.....51

III.3.1. Coefficient de Poisson et module de Young.....51

III.4. Conclusion.....51

CONCLUSION GENERALE.....52

BIBLIOGRAPHIE

Figure	Titre	Page
Figure I.1	Les familles des nanomatériaux selon ISO	**8**
Figure I.2	Variation, à l'échelle nanométrique, de la proportion des atomes en surface avec la taille des particules	**9**
Figure I.3	Les différentes classes de nanomatériaux en fonction de leur dimensionnalité	**10**
Figure I.4	Les deux approches d'élaboration des nanomatériaux manufacturés	**11**
Figure I.5	Représentation schématique d'une nanostructure 3D, où les grainscristallisés (ennoir) sont liés par des joints de grains (en blanc)	**12**
Figure I.6	Structure du nickel.	**14**
Figure I.7	Structure du fer α	**15**
Figure I.8	Diagramme de phases fer-nickel	**16**
Figure I.9	a) moteur électrique de montre du type LAVET, b) pièces de montres et de contact, ressorts	**17**
Figure I.10	Alliages réfractaires pour joints	**18**
Figure I.11	Alliages pour transmission à variation continue	**18**
Figure I.12	Mise en scène des mesures de dépassement de T seuil	**19**
Figure II.1	Mécanisme de déformation par broyage mécanique à billes	**21**
Figure.II.2	Broyeur attriteur	**22**
Figure.II.3	Broyeur vibratoire -SPEX 8000-	**23**
Figure.II.4	Broyeur à billes planétaire : construction du broyeur et mouvement des billes et des particules de poudre.	**23**
Figure.II.5	Les poudres de fer et de Nickel ((a): la poudre de Fe, (b): la poudre de Ni	**24**
Figure.II.6	Balance électronique Adventurer Pro AV812C.	**24**
Figure.II.7	La boite à gants de marque PLAS-LABS	**25**
Figure.II.8	Broyeur planétaire Retsch PM 400.	**26**
Figure.II.9	Diffractomètre Bruker-D8-Advance et la définition des angles dans le montage de Bragg-Brentano	**26**
Figure.II.10	Principe de diffraction d'un faisceau de rayon X par les plans cristallins de distance interréticulaire d_{hkl}.	**27**
Figure.III.1	Évolution des diffractogrammes de rayons X du mélange $Fe_{60}Ni_{40}$ en fonction du temps de broyage.	**33**

Figure.III.2	Affinement Rietveld du spectre de diffraction des rayons X de la poudre avant broyage (sig=1.028)	**35**
Figure.III.3	Affinement Rietveld du spectre de diffraction des rayons X de la poudre broyé pendant 5 h (sig=1.002)	**37**
Figure.III.4	Affinement Rietveld du spectre de diffraction des rayons X de la poudre broyé pendant 10 h (sig=1.025)	**39**
Figure.III.5	L'évolution du paramètre de maille « a » des phases α-Fe(Ni) et γ-Ni(Fe) en fonction du temps de broyage.	**41**
Figure.III.6	L'évolution de la taille des grains <L> des phases **(a)** α-Fe(Ni) et **(b)** γ-Ni(Fe) en fonction du temps de broyage.	**43**
Figure.III.7	Évolution du taux de microcontraintes, $<\sigma^2>^{1/2}$, des structures Fe et Ni en fonction du temps de broyage.	**46**
Figure.III.8	L'évolution de la proportion des phases en fonction du temps de broyage	**49**
Figure.III.9	Variation des probabilités de présence d'antiphases en fonction du temps de broyage.	**50**
Figure.III.10	Évolution du coefficient de Poisson des phases α-Fe(Ni) et γ-Ni(Fe) en fonction du temps de broyage.	**51**

Tableau	**Titre**	**Page**
Tableau I.1	Les propriétés physiques et chimiques du fer et du nickel.	**14**
Tableau II.1	Les caractéristiques physiques de certains broyeurs	**22**

K : Constant de Hall-Petch.

d_g : Diamètre moyen des grains.

θ : Angle diffraction.

λ : Longueur d'onde des rayons X.

h, k et l : Indices de Miller.

θ_{hkl} : Angle entre le rayon incident et la surface de l'échantillon.

n : L'ordre de diffraction.

θ': L'angle d'émergence.

Y i : L'intensité mesurée au point i.

Y ci : L'intensité calculée pour le point i.

W i : Coefficient dépendant du taux de comptage (W i = 1/Y ci lors de l'affinement).

Y bi : Intensité du fond continu à la position de $\theta\ i$.

S : Facteur d'échelle.

J_k : Facteur de multiplicité de la raie.

L_{pk} : Facteur de Lorentz.

O_k : Facteur de correction.

$F_{\phi K}$: Module du facteur de structure.

ϕ_i : Fonction d'approche du profil des pics.

a : Paramètre de maille.

d : Distance interrréticulaire.

<L> : Taille moyenne des cristallites.

K : Constant (K = 0.9).

B : Largeur à mi-hauteur de pic de diffraction.

Σ : Déformation relative (δd/d).

βf : Contribution de la déformation.

$(\sigma^2)^{1/2}$: Taux de microcontraintes.

R_w, R_{wnb} : Facteur de profil pondéré et non pondéré.

R_b , R_{exp} : Facteurs de profil et résidu attendu.

Introduction générale

Les alliages fer–nickel (Fe-Ni) représentent une famille de matériaux métalliques largement étudiée en raison de leurs propriétés mécaniques, magnétiques et thermiques remarquables, ainsi que de leur polyvalence industrielle. Leur capacité à combiner rigidité**,** résistance à la corrosion et stabilité dimensionnelle en fait des candidats privilégiés pour des applications structurales, magnétiques et électromécaniques.

La réduction de taille et la nanostructuration des matériaux jouent un rôle clé dans l'amélioration des propriétés mécaniques, thermiques et magnétiques. Les matériaux nanostructurés, dont les grains mesurent moins de 100 nm, présentent une proportion importante d'atomes aux surfaces, aux interfaces et aux joints de grains, ce qui modifie considérablement les comportements mécaniques et physiques par rapport aux matériaux polycristallins conventionnels. Ces propriétés exceptionnelles ouvrent des perspectives dans des secteurs variés, allant de l'aérospatiale à la production d'énergie, en passant par l'électronique et la catalyse.

Plusieurs techniques permettent d'élaborer des nanomatériaux, telles que la condensation gazeuse, les procédés chimiques, le sol-gel, la solidification rapide et le broyage mécanique haute énergie (High-Energy Ball Milling, HEBM) (Saidi et Djaidja, 2020). Parmi celles-ci, le broyage mécanique haute énergie est particulièrement intéressant car il permet : d'induire des déformations plastiques sévères, de réduire la taille des cristallites, de générer des microcontraintes et des défauts cristallins et de favoriser la diffusion atomique entre les éléments constitutifs. Ces mécanismes modifient directement la microstructure, les fractions de phase et la stabilité cristalline, et par conséquent les propriétés mécaniques et fonctionnelles de l'alliage.

Le présent travail de mémoire s'inscrit dans ce contexte et vise à étudier l'évolution microstructurale et mécanique de l'alliage $Fe_{60}Ni_{40}$ en fonction du temps de broyage mécanique. L'objectif principal est de corréler les transformations structurelles induites par le broyage avec les propriétés mécaniques locales, telles que la rigidité, le coefficient de Poisson et le module d'élasticité de Young, tout en identifiant les mécanismes responsables de la redistribution atomique et de l'évolution des fractions de phase.

Pour atteindre ces objectifs, les techniques de diffraction des rayons X (DRX) ont été utilisées pour suivre l'évolution des phases α et γ, les paramètres de maille, la taille des cristallites, les microcontraintes et les probabilités d'antiphase. Les analyses Rietveld ont

permis d'extraire des informations quantitatives sur les fractions de phase et les propriétés mécaniques, tandis que des logiciels spécialisés tels que MAUD et Origin ont été utilisés pour simuler et analyser le coefficient de Poisson, le module d'élasticité et d'autres propriétés mécaniques dépendant de la microstructure.

Les résultats de ce mémoire se structure autour de trois axes principaux :

1. Caractérisation structurale et microdtructurale : suivi des transformations de phase, de la taille des cristallites et des microcontraintes au cours du broyage.
2. Analyse mécanique : étude des propriétés élastiques et du coefficient de Poisson des phases α et γ, et corrélation avec la microstructure.
3. Discussion et applications potentielles : interprétation des résultats en termes de mécanismes physiques, et exploration des applications industrielles possibles, notamment pour des composants nécessitant une résistance mécanique élevée et une stabilité dimensionnelle.

Ainsi, ce travail ne se limite pas à comprendre l'impact du broyage mécanique sur la microstructure et les propriétés mécaniques de l'alliage $Fe_{60}Ni_{40}$, mais ouvre également des perspectives pour la conception et l'optimisation d'alliages Fe-Ni nanostructurés à hautes performances, adaptés à des applications industrielles variées.

Chapitre I :

Synthèse Bibliographique

Ce chapitre est structuré en deux parties essentielles : dans la première partie, nous présenterons quelques notions sur les nanomatériaux, leurs classifications et les différentes approches utilisées pour leur production. Nous consacrerons la deuxième partie de ce chapitre à l'identification du système Fe-Ni.

I. Généralités sur les nanomatériaux

Les nanotechnologies constituent un champ de recherche et de développement multidisciplinaire qui repose sur la connaissance et la maîtrise de l'infiniment petit. Elles regroupent, plus précisément, l'ensemble des techniques qui permettent de fabriquer, de manipuler et de caractériser la matière à l'échelle nanométrique. Les nanotechnologies sont la formalisation des concepts et des procédés issus des nanosciences, c'est-à-dire des sciences qui visent à étudier et à comprendre les propriétés de la matière à l'échelle de l'atome et de la molécule. (Ricaud M. et Witschger O. ,2020).

I.1. Définition des nanomatériaux

Les nanomatériaux ont fait l'objet d'études intensives ces dernières années en raison de leurs applications potentielles et qui couvre plusieurs domaines de recherche, tels que le magnétisme, l'électronique, l'optique, etc. Un nanomatériau est composé de nano-objets, dont la taille est comprise entre 1 et 100 nanomètres, qui présentent des propriétés spécifiques de l'échelle nanométrique. Le préfixe nano vient du grec (Nanos) qui signifie nain (très petit). Un nanomètre équivaut à un milliardième de mètre ($1nm=10^{-9}$ m = 0.000000001m) (Ratner et al, 2003).

Les nanomatériaux se définissent par le fait qu'ils sont constitués d'un assemblage de particules nanométriques, ils possédant des propriétés particulières, grâce à une fraction très élevée d'atomes libres situés aux limites de leurs grains, et aussi à leurs taille et structures nanométriques, qui sont inférieures à 100 nm.

I.2. Les familles de nanomatériaux

Il existe deux grandes familles de nanomatériaux, Figure (I.1), qui sont : les nano-objets et les matériaux nanostructurés (Ricaud M, 2012) :

I.2.1. Les nano-objets

Qui sont des matériaux dont une, deux ou trois dimensions externes se situent à l'échelle nanométrique. Parmi les nano-objets, trois catégories sont discernées (Gaffet, E et al., 1992) :

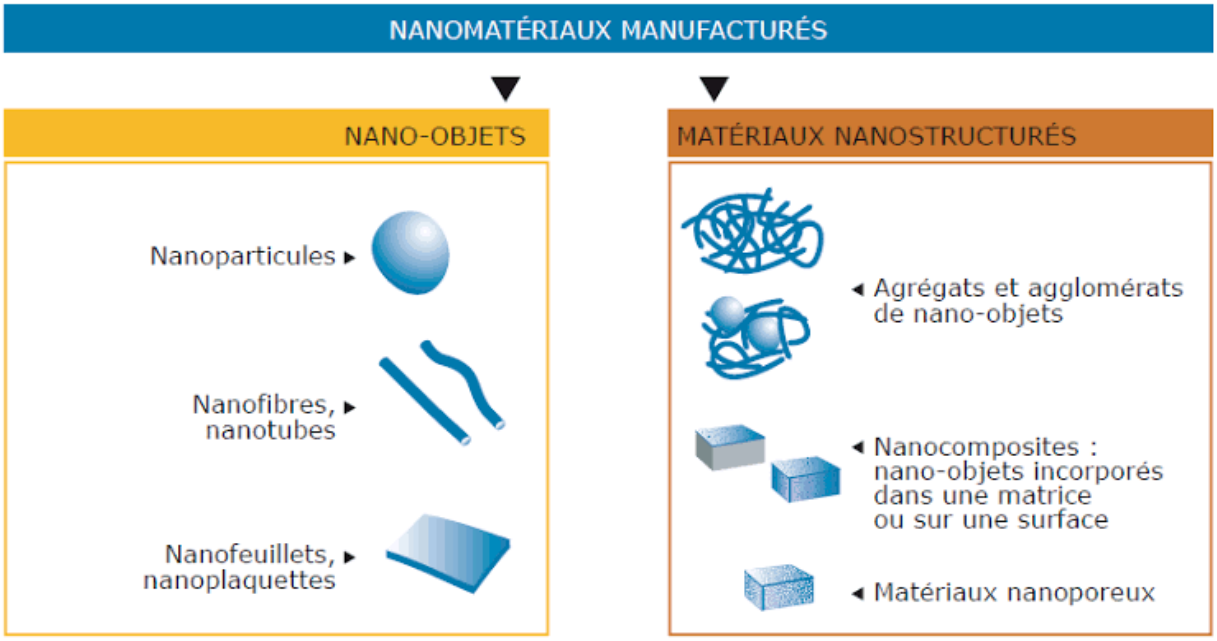


Figure (I.1) : *Les familles des nanomatériaux* (Ricaud et Devel, 2014).

- **Les nanoparticules**, qui désignent les nano-objets dont les trois dimensions externes se situent à l'échelle nanométrique : nanoparticules de latex, d'oxyde de zinc, de fer et de cérium, d'alumine, etc.…

- **Les nanofibres, nanotubes, nanofilaments, nanotiges ou nanobâtonnets**, sont présentés des nano-éléments dont deux dimensions qui sont à l'échelle nanométrique, tandis que la troisième dimension est nettement plus grande (longueur s'étendant de 500 à 10 000 nm) comme les nanotubes de carbone, les nanofibres de polyester.

- **Les nano-feuillets**, nano-plats ou nano-plaquettes, qui définissent des nano-objets dont une dimension externe se situe à l'échelle nanométrique et dont les deux autres dimensions sont significativement plus grandes.

I.2.2. Les matériaux nanostructurés

Les matériaux nanostructures sont des matériaux qui possèdent des structures internes ou des surfaces à l'échelle nanométrique. Il est possible de distinguer plusieurs familles des nanostructures parmi les quelles (Reynier, 2012):

- **Les agrégats et agglomérats de nano-objets :** les nano-objets peuvent exister en tant que particules primaires (individuelles), ou comme agrégats ou agglomérats dont la taille dépasse nettement 100 nm (Daniel B, 2015).
- **Les nanocomposites** qui sont composés pour tout ou partie de nano-objets qui leurs confèrent des propriétés améliorées ou spécifiques de la dimension nanométrique. Les nano-objets sont incorporés dans une matrice ou sur une surface afin d'apporter une nouvelle fonctionnalité ou modifier certaines propriétés mécaniques, magnétique, thermiques, etc.
- **Les matériaux nanoporeux**, ces matériaux possèdent des pores de taille nanométrique. Les aérogels de silice sont des matériaux nanoporeux qui présent d'excellentes propriétés d'isolation thermique.

I.2.3. Structure des nanomatériaux

La structure des nanomatériaux est très différente des matériaux conventionnels ce qui leur confère des propriétés uniques. En effet, le rapport surface sur volume est très important. La surface développée par un nanomatériau correspondant à l'aire totale en contact avec le milieu extérieur, elle est de la taille de trois terrains de football pour cent grammes de poudres nanométrique. Cette propriété donne lieu à des phénomènes surfaciques tels que la catalyse, l'absorption, et toutes les réactivités chimiques (Mercier, 2021).

Les atomes situés sur cette surface présentent des liaisons chimiques pendantes et des contraintes mécaniques différentes de celles du volume. Dans une particule de taille égale à 1µm, seuls 0,2 % des atomes sont en surface. En revanche, pour des particules de 5 nm, ce sont 50 % de leurs atomes qui sont surfaciques, et pour une taille de 1 nm, 80 %. C'est ce qui fait que les propriétés du matériau nanométrique s'en ressentissent sévèrement, Figure (I.2) (Mercier, 2021).

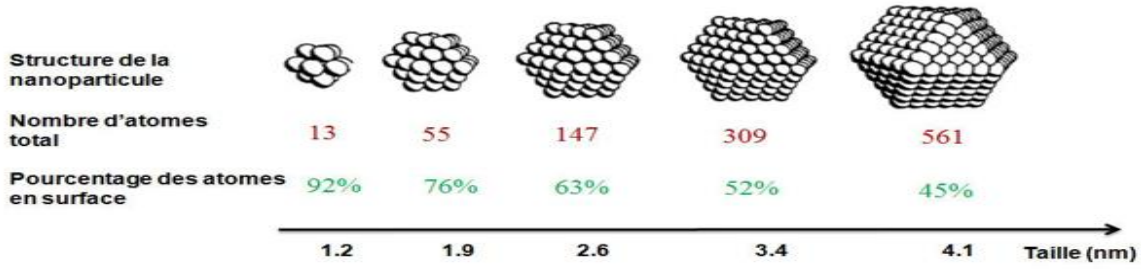


Figure (I.2) : *Variation, à l'échelle nanométrique, de la proportion des atomes en surface avec la taille des particules*(Mercier, 2021).

I.2.4. Classification des nanomatériaux

Les nanomatériauxpeuventêtreclassifiésselonleur dimension. Il convient de distinguer 4 grandes classes de nanomatériaux, Figure (I.3) (Gleiter, 2000).

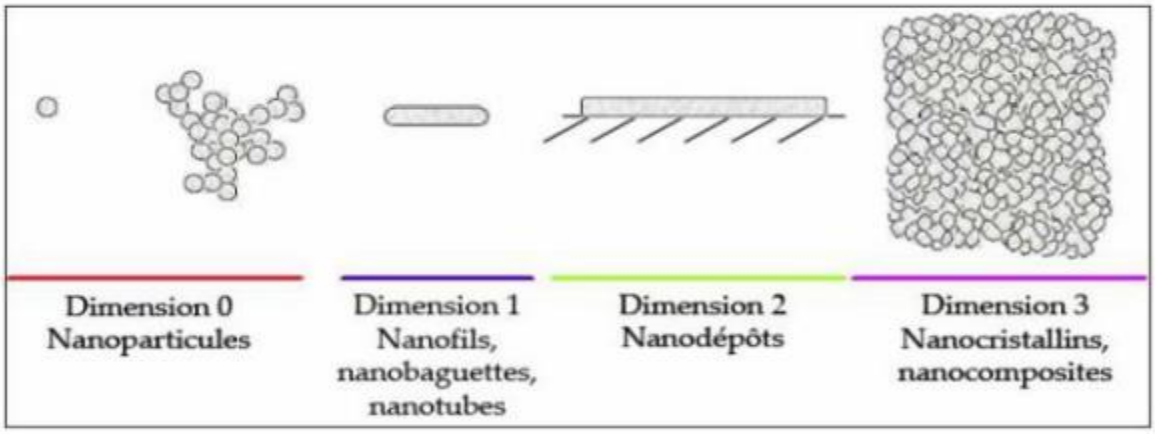


Figure (I.3) : *Les différentes classes de nanomatériauxenfonction de leur dimensionnalité selon* Siegel (1991).

- **Dimension 0 : Clusters d'atomes :** matériaux sous forme dispersée, aléatoire ou organisée, comme dans les cristaux colloïdaux pour l'optique ou les fluides magnétiques.
- **Dimension 1 : Les fibres ultrafines, les nanotubes** : le diamètre de ces objets et de quelques dizaines de nanomètres pour une longueur atteignant désormais quelques millimètres.
- **Dimension 2 : Films minces et multicouches** :Ce sont des matériaux contenant une monocouche polycristalline d'épaisseur de l'ordre de nanomètre. Ils sont généralement utilisés sous forme de nano-dépôts afin d'améliorer quelques propriétés des matériaux comme les propriétés mécaniques, thermiques, chimiques etc (Enteghar, 2016).
- **Dimension 3 : Les nanomatériaux massifs** : ils sont sous forme compacte comme dans le cas des alliages métalliques ou semi-métalliques nanostructurés.

I.2.5. Les différentes approches de synthèse

Les nanomatériaux manufacturés peuvent être synthétisés selon deux approches différentes, Figure (I.4). Il convient ainsi de différencier la méthode dite ascendante (en anglais bottom-up) de la méthode dite descendante (en anglais top-down). L'approche ascendante vient

des laboratoires de recherche et des nanosciences. Elle consiste à construire les nanomatériaux atome par atome, molécule par molécule ou agrégat par agrégat.

L'assemblage ou le positionnement des atomes, des molécules ou des agrégats s'effectue defaçon précise, contrôlée et exponentielle permettant ainsi l'élaboration de matériaux fonctionnels dont la structure est complètement maîtrisée. Par contre, l'approche descendante est issue de la microélectronique. Elle consiste à réduire et plus précisément à miniaturiser les systèmes actuels (généralement des matériaux microstruturés) en optimisant les technologies industrielles existantes. Les dispositifs ou les structures sont ainsi graduellement sous-dimensionnés ou fractionnés jusqu'à atteindre des dimensions nanométriques. Les deux approches tendent à converger en termes de gamme de tailles des objets.

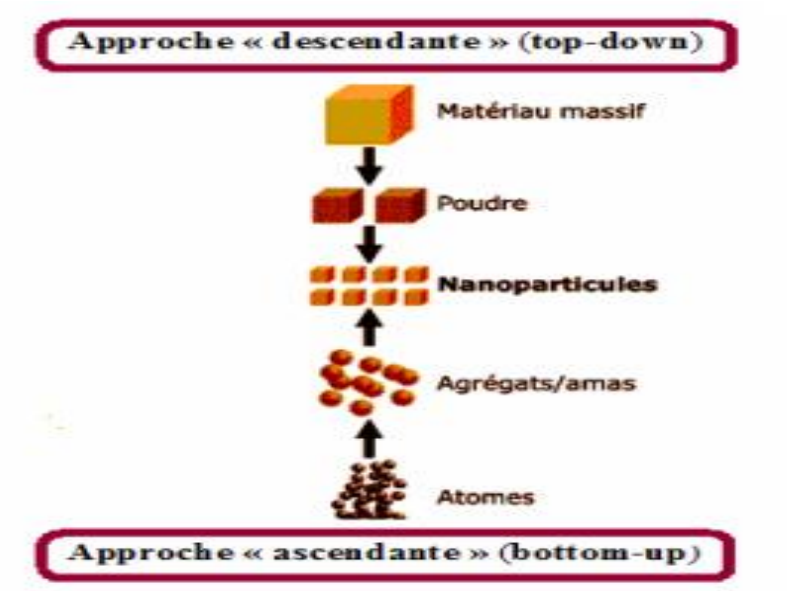


Figure I.4. *Les deux approches d'élaboration des nanomatériaux manufacturés* (Ovchinnikov, 2006).

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

I.2.6. Les propriétés des nanomatériaux

I.2.6.1. Propriétés structurales

La structure atomique des nanomatériaux a étéétudiée par plusieursméthodes de caractérisationtelles que la diffraction de rayons X, la microscopieélectronique à transmission haute résolution, la spectrométrie Mössbauer et la diffraction de neutrons. La structure des cristauxnanométriqueestformée d'un ensemble des grains cristalliséséparés par des joints des grains, Figure (I.5).

La réduction de la taille des cristallites conduit à une augmentation importante de la fraction volumique des joints de grains. Par exemple pour des tailles des grains de 50 nm et 20 nm, la fraction volumique des joints du grain peutatteindre des valeurs de l'ordre de 6% et 14% respectivement (Tjong, S et al., 2004).

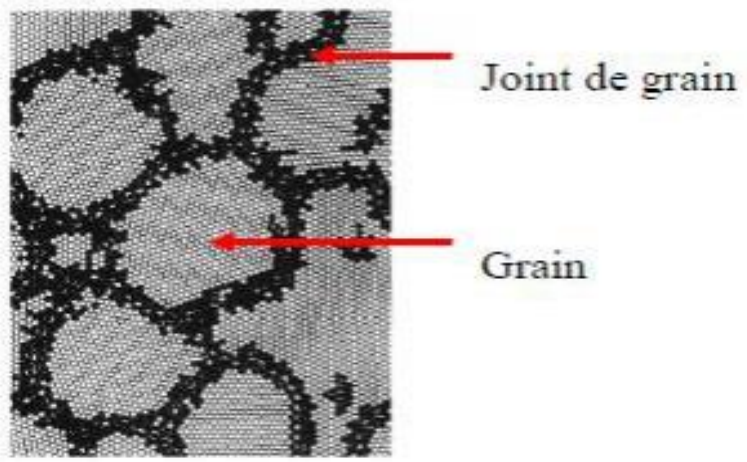


Figure (I.5) : *Représentationschématiqued'une nanostructure 3D, où les grains cristallisés (en Noir) sontliés par des joints de grains (en blanc)* (Darozczi L et al., 1993).

I.2.6.2. Propriétés mécaniques

La dureté d'un matériau correspond à sacapacité de résister à des pressions pour un métal, plus il est constitué de grains très fins, plus est dur, ceci est expliqué par la difficulté de génération et de movement des dislocation ils'avèreaussi que les céramiques nanostructures sont beaucoup plus malleable que les céramiquesclassiques, à qui l'on rapproche souvent d'être

trèsfragilescassantes ; eneffet, lorsqu'une fracture se formedansun bloquesolide de céramique, les atomesproches se déplacent et se réarrangeant pour la combler. Plus les grains sont fins, plus le mécanisme d reparation s'opèrefacilement et rapidement (Enteghar Samir, 2016).

I.2.6.3. Propriétés magnétiques

L'application des nanomatériauxdans le domaine du magnétisme à permis de développer de nouvellesgammes à champ coercitif et à champ à saturation variable, non réalisables avec les matériauxclassiques. La diminution de la taille de grain a un effet important sur le comportementmagnétique des matériaux (Makino. A.1991), (Herzerg ,1997)

II. Etude du système alliage métallique fer-nickel (Fe-Ni)

Les alliages Fe-Ni ont été utilisés depuis des siècles et leur efficience technologique est grandissante. Ils font l'objet de nombreuses études tant fondamentales qu'appliquées en raison de leurs propriétés physiques singulières, selon leur composition, des propriétés magnétiques très diverses peuvent être observées comme le super paramagnétique de composé $Fe_{70}Ni_{30}$ (Weisman, J. et al., 1980).

Ainsi les alliages Fe-Ni de composition proches de $Fe_{65}Ni_{35}$ (Yang D. B et al., 1997), ont une dilatation thermique nulle dans un large domaine de température autour de la température ambiante, cette propriété a été découverte par Ch.E Guillaume en 1887 est connue sous le nom de L'INVAR).

Les propriétés remarquables de l'alliage Fe-Ni offrent plusieurs domaines d'application dans l'industrie (Kingsley J. J. et al., 1990) (cuves méthaniers, grille de téléviseurs, les parois intérieurs des bacs des réservoirs de gaz, dans les matériaux pour le transport des hydrocarbures, des matériaux de blindages des chars, navires de guerre, pièces de machines pour les turbines et les réacteurs pour les avions, …).

II.1. Propriétés physico-chimiques du fer et du nickel

Les principales propriétés physiques et chimiques du fer et du nickel sont représentées dans le tableau (I.1).

Tableau (I.1) : *Les propriétés physiques et chimiques du fer et du nickel.*

Propriétés	Fe	Ni
Numérosatomique	26	28
Structure électronique	[Ar] $3d^6$ $4s^2$	[Ar]$3d^8$ $4s^2$
Paramètre de maille (nm)	0.2866	0.3523
Rayon atomique (A°)	1.27	1.25
Point de fusion (°C, K)	1535.1808	1453.1726
Température d'ébullition(°C)	2750	2732
Température du Curie (°C, K)	(cc α-Fe) 770.1043	350.623
Etatmagnétique	Ferromagnétique	Ferromagnétique
Moment atomique μ B/atome	2.2	0.6

II.1.2. Nickel (Ni)

Le nickel est un métal polyvalent et résistant à la corrosion, largement utilisé dans des secteurs tels que l'aérospatiale, l'énergie et la fabrication, en raison de ses excellentes propriétés mécaniques et de sa capacité à former des alliages durables (Chin Trento,1994-2026).

II.1.2.1. Les phases du nickel

Le nickel, de structure cubique à faces centrées (CFC), Figure (I. 6), favorise la formation d'une solution solide austénitique (cubique à faces centrées), le nickel est dit gamma-gène. Le Fe et le Ni appartiennent au groupe des éléments de transition 3d, par conséquent ces éléments purs et leurs alliages présentent également des propriétés de ce groupe, qui se caractérise par l'incomplète couche électronique 3d et la complète couche électronique 4s.

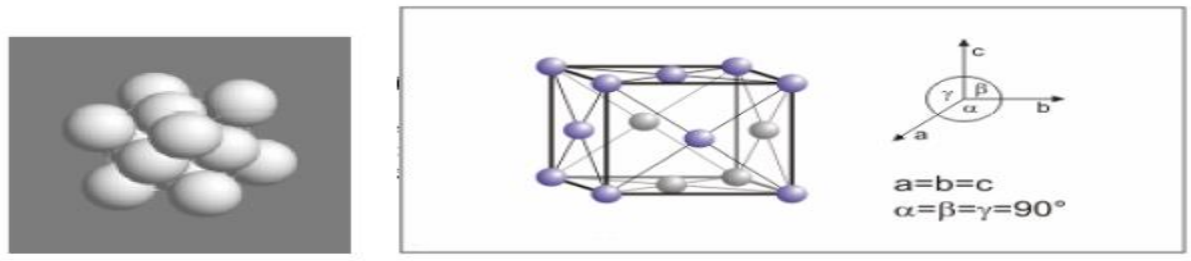


Figure (I.6) : *Structure du nickel.* (Boudinar N, 2011)

II.1.3. Le Fer (Fe)

Le fer est un métal curieux : il s'oxyde très facilement et n'est pas plus dur que le cuivre, il est donc relativement peu utilisé à l'état pur, mais pourtant il reste le plus important de tous les métaux. 90% de tout le métal raffiné aujourd'hui est du fer.

C'est le deuxième métal le plus abondant dans la croûte terrestre, après l'aluminium, et c'est de loin le plus produit : plus que tous les autres métaux réunis. En effet, les minéraux, qui sont principalement des oxydes, peuvent être fondus en fer à haute température dans des hauts fourneaux avec du coke (un résidu du carbone).(Ferros Planes,2020)

II.1.3.1. Les phases du fer

- α (pour T < 1223 K): cubique centree (Im 3 m), a = 2,8665 Å à 293 K.
- γ (entre 1223 K et 1634 K): cubique à face centree (Fm3 m), a = 3,6660 Å à 1440 K.
- δ (pour T > 1634 K): cubiquecentree (Im 3 m) a = 2,9378 Å à 1753 K.

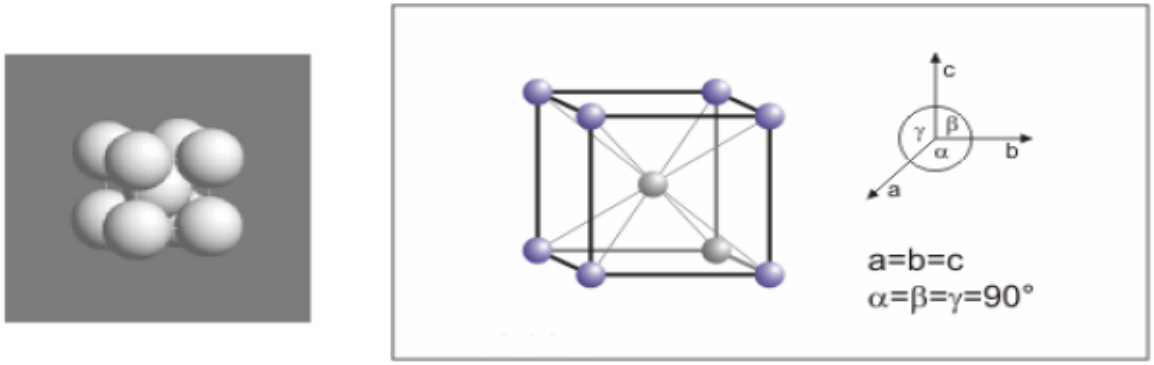


Figure (I.7) : *Structure du fer α.* (Boudinar N, 2011)

II.2. Diagramme de phase du Fer-Nickel

Le diagramme de phase Fe-Ni, Figure (I.8), décrit les phases stables formées à différentes compositions et températures dans un alliage contenant du nickel (Ni) et de fer (Fe). Il s'agit d'un diagramme binaire, couvrant toute la gamme de compositions de 0 % à 100 % en atome ou en masse.

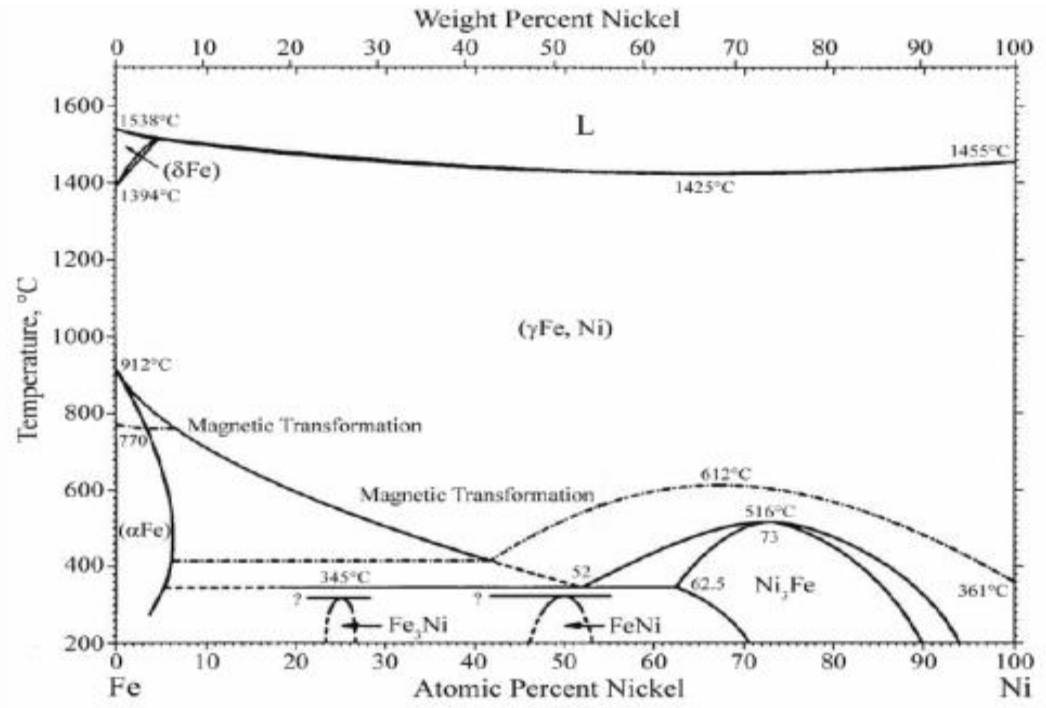


Figure (I.8) : *Diagramme de phases fer-nickel (Binary alloys Phase Diagrams,1996).*

Le fer et le nickel sont deux éléments proches dans la classification périodique. Leurs atomes présentent certaines similitudes (rayons atomiques voisins, structures électroniques semblables...) qui expliquent en partie le diagramme de phase très simple des Fe-Ni.

Le diagramme de phase fer-nickel (Fe-Ni) est crucial pour comprendre la structure des météorites et des aciers spéciaux. Il montre deux phases solides principales : la kamacite (α, cubique centrée, pauvre en Ni) et la taenite (γ, cubique à faces centrées, riche en Ni). L'analyse révèle une large zone de mélange ($\alpha+\gamma$) à basse température, influençant la formation de structures comme les figures de Widmanstätten.

Excepté dans la zone riche en fer (0 à 30 % de Ni) où les alliages Fe-Ni subissent une transformation, ces alliages cristallisent en phase cubique à faces centrées dans tout le domaine de température et restent ainsi monophasés à l'état solide. Ces deux caractéristiques confèrent aux alliages Fe-Ni une grande facilité de laminage à froid jusqu'à de très faibles épaisseurs (de l'ordre de 5 à 10 µm) et d'intéressantes possibilités de traitements thermiques à toutes

températures sans subir de changements de phase toujours néfastes pour les propriétés magnétiques (Georges couderchon,1994).

II.3. Applications industrielles des alliages Fe-Ni

On peut distinguer trois grandes applications des alliages Fe-Ni :

- Les alliages pour l'électrotechnique miniaturisée, utilisés sous formes des fils, des bandes d'épaisseurs de 0.1 à 2 mm, des grilles…etc ;
- Les alliages à très hautes perméabilités, généralement des bandes de faibles épaisseurs et sous forme de circuits bien traités ;

Les alliages à cycles d'hystérésis spéciaux, que l'on retrouve principalement dans le domaine de l'électronique, tel que les dispositifs de sécurité.

II.3.1. Horlogerie

Les alliages Fe-Ni sont présents dans le monde prestigieux et innovant de l'horlogerie, Figure (I.9). Le mouvement des aiguilles de montres classiques analogiques est assuré par un moteur électrique pas à pas de type LAVET. Ce moteur comporte un rotor bipolaire constitué d'un aimant permanent, un stator découpé dans une bande d'alliage magnétique doux et un noyau bobiné en alliage magnétique doux éventuellement différent de celui dont est constitué le stator (Hadaoui, A.,2010).

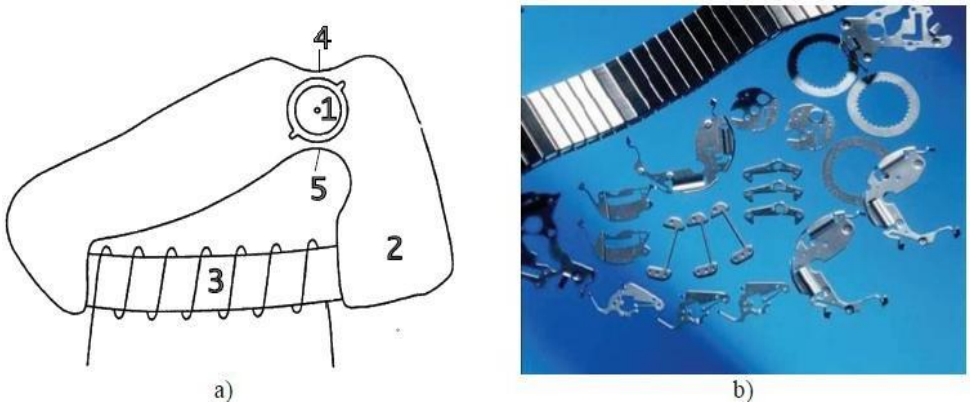


Figure (I.9) : *a) moteur électrique de montre du type LAVET, b) pièces de montres et de contact, ressorts* (Oualid Messal,2013).

II.3.2. Domaine de l'automobile

II.3.2.1. Capteurs et pièces : dans le domaine de l'automobile, les constructeurs intègrent une part croissante de capteurs et d'actionneurs. Dans le domaine particulier de la direction assistée

électrique, l'alliage Fe–50%Ni est utilisé dans un capteur de couple, il permet d'avoir une mesure précise du positionnement des roues. Des alliages réfractaires qui tiennent à la fois mécaniquement, à l'oxydation, et également aux hautes températures sont utilisés pour les joints de culasses, Figure (I.10).



Figure (I.10) : *Alliages réfractaires pour joints (Oualid Messal,2013).*

II.3.2.2. Courroie de transmission variable

Pour camions ou automobiles qui ne disposent pas de boite de vitesse à pignons mais d'une boite de vitesse "continûment variable", Figure (I.11). Les pignons sont remplacés par des cônes et une bande vient transmettre les couples en passant d'un cône un autre. Les alliages utilisés à cet effet sont des alliages Maraging (aciers spéciaux FeNiMbCo), ils tiennent des limites élastiques jusqu'à 2000 MPa avec des tenues à la « fatigue » très importantes. Cette technologie est très pointue et le niveau d'exigence est très élevé (Hadaoui, A.,2010).



Figure (I.11):*Alliages pour transmission à variation continue (Oualid Messal,2013).*

II.3.2.3. Alliages magnétiques pour pièces d'injecteurs

L'injection automobile est en particulier faite par des piézoélectriques qui font un couplage

électrique mécanique. Des bases en Fe–36%Ni(Invar) sont associées à ces injecteurs piézo céramiques pour faire en sorte que l'injecteur ne bouge pas, quelle que soit la température du compartiment moteur (Hadaoui, A.,2010).

II.3.2.4. Mesure de température

Dispositifs de mesure de température et de marquage de dépassement de température, sans contact Les méthodes interrogatives pour la mesure de température sans contact peuvent être utilisées en se basant sur l'analyse du spectre harmonique du signal en sortie. La chaîne de mesure, Figure (I.12), se scinde en deux parties indépendantes : étiquette magnétique en FeNi (partie passive) et système d'interrogation à distance (partie active) (Hadaoui, A.,2010).

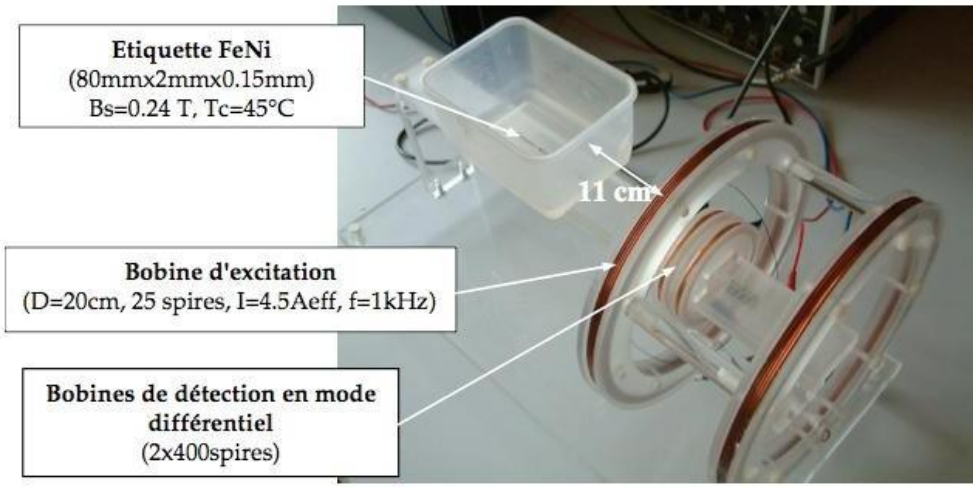


Figure (I.12) : *Mise en scène des mesures de dépassement de T seuil. (Oualid Messal,2013).*

III. Conclusion

Ce chapitre était consacré d'une part à la définition des nanomatériaux, à leur classification, à leur composition et à leurs propriétés, ainsi qu'à leurs procédés de fabrication. D'autre part, ce chapitre a été consacrée à la présentation de l'alliage FeNi, leurs formes allotropiques et leurs applications.

Chapitre II :

Techniques expérimentales

Dans ce chapitre nous allons, dans un premier temps, présenté la technique du broyage mécanique, sa définition, sa modélisation, son principe et ses paramètres. Par la suite nous présenterons une brève revue sur la diffraction des rayons X comme technique de caractérisation. A la fin, nous décrirons brièvement la théorie Rietveld sur laquelle se base notre simulation.

II.1. Broyage mécanique haute énergie

II.1. 1.Définition du broyage

Cette technique a été développée accidentellement en 1968 par John Benjamin (Rzyman et al, 1998) pour produire des dispersions fines et homogènes d'oxyde (Al_2O_3, Y_2O_3, ThO_2) dans des alliages de nickel dans le but de renforcer leurs propriétés mécaniques. A partir desannées quatre vingt, cette technologie a été utilisée pour fabriquer des alliages amorphes (Kauffman et al, 1974), des solutions solides sursaturées composées d'éléments et dematériaux non miscibles nanostructurés (Noebe et al, 1993). Les métaux ont été co-broyésdans un broyeur fortement énergétique, produisant une poudre fine selon un mécanismealterné de fractures et de soudures froides (Gilman et al., 1983). À la fin du vingtième siècle, la synthèse mécanique est devenue une technologie reconnue pour la préparation d'alliagesmétalliques, céramiques et de composites dans plusieurs sphères scientifiques (Ivanov et al.,1987).

Aujourd'hui, le broyage mécanique à haute énergie est une technique largement utilisée pour produire des alliages amorphes ou nanocristallins, parfois des alliages constitués d'éléments non miscibles dans des conditions d'équilibre. Deux termes sont utilisés dans la littérature anglo-saxonne pour désigner les procédés de broyage à haute énergie: on dit mécanosynthése ("mechanical alloying"), quand les poudres initiales ont une composition différente de celle (s) à l'arrivée et de "mechanical grinding", consiste à confiner des poudres (des métaux purs, intermétalliques, alliages) de composition stœchiométrique pour obtenir des matériaux nanostructurès pas forcément homogènes (Gaffet et Bernard, 2002).

II.1.2. Principe

La mécanosynthése est définie comme le procédé de synthèse par cobroyage à haute énergie de poudres à l'aide de jarres et de billes de broyage en matériaux très durs, généralement secs. Au fur et à mesure que les billes se déplacent à des vitesses élevées aléatoires, elles entrent en collision à l'intérieur de la jarre et claquent contre ces parois. De ce fait, elles écrasent les particules de poudre qui absorbent une énergie très élevée liée à leur volume, provoquant d'importantes déformations. Ces déformations deviennent importantes et conduisent à la rupture puis à la fusion des particules. Comme le montre la figure (II.1), cet événement séquentiel déformation plastique-fracture-soudage permet la formation de structures en couches de plus en plus fines et un mélange de tailles de domaines cohérents allant du micromètre au nanomètre (Benjamin et Volin, 1974).

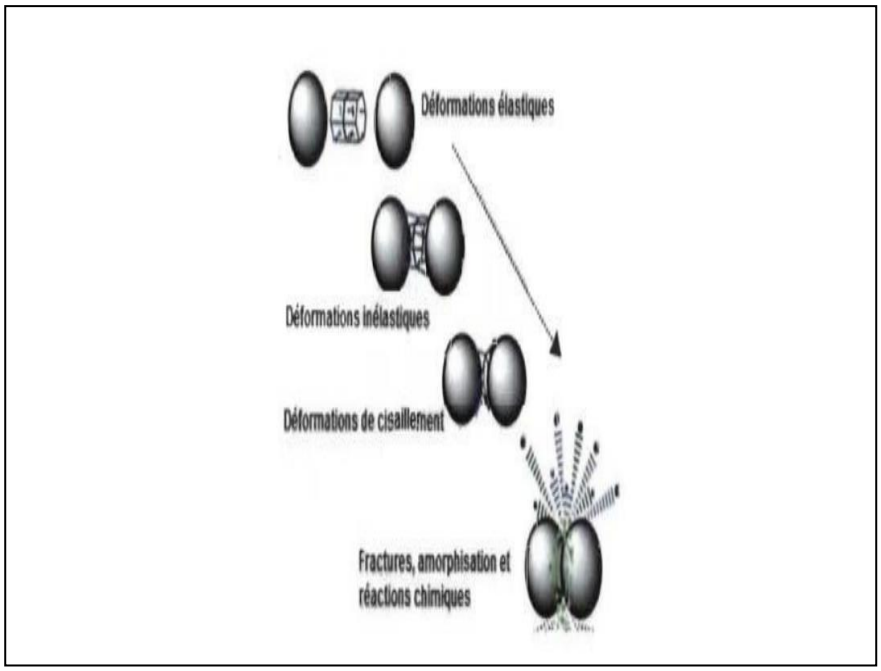


Figure (II.1) : *Mécanisme de déformation par broyage mécanique à billes (Tousignant, 2014).*

II.1.3. Paramètres de control du broyage

Les structures et propriétés des poudres obtenues après broyage mécanique à haute énergie dépendent fortement de plusieurs paramètres techniques (Suryanarayana, 2001). Parmi ces paramètres nous résumons les suivants:

- L'énergie du broyeur
- La nature des billes et des jarres
- Le rapport masse bille/masse poudre
- Le Temps de broyage
- L'atmosphère de broyage
- La température de broyage
- La contamination

II.1.4. Les différents types de broyeurs

Le type de broyeur détermine le mouvement et donc la manière dont la pression est appliquée sur la poudre. En conséquence, nous distinguons différents types de broyeurs tel que, l'attriteur, le vibratoire et le planétaire. Les deux premières peuvent correspondre à des appareillages de taille industrielle et permettent de traiter des quantités de poudre entre 100 et 1000 kg, mais le contrôle des différents paramètres expérimentaux est limité (Mechay, 2014). Les trois types de broyeur de laboratoire les plus courants sont présentés dans le tableau (II.1) avec les caractéristiques physiques de certains broyeurs.

Tableau II.1. Les caractéristiques physiques de certains broyeurs (Chen et al., 1993).

	Attriteur	**Planétaire**	**Vibrant**
Nombre des billes	<1000	5-12	4-12
Diamètre des billes (mm)	2-10	10-20	10
Mouvement des billes	Roulement	Roulement+choc	Choc
Vitesse des billes (m/s)	0-0.8	2.5-4	<3.9
Energie cinétique 10^2- J/bille	<1	1-40	<12
Fréquence de choc (Hz)	/	100	200
Puissance (W/g. bille)	<0.001	0.01-0.8	<0.24
Température moyenne du broyeur (°C)	150	50-120	60

II.1.4.1. Broyeur attriteur

Il est constitué d'un caisson vertical, d'un axe agitateur sur lequel sont fixés des barres perpendiculairement, Figure (II.2). Le broyeur agit uniquement par frottements des billes sur la poudre Suryanarayana, (2001). Les broyeurs attriteurs sont utilisés pour la synthèse d'une grande quantité de poudre de 0.5 à 40 Kg. Ce type de broyeur est utilisé pour le broyage à basse énergie.



Figure (II.2). *Broyeur attriteur.*

II.1.4.2. Broyeur vibratoire

Le principe du broyeur vibrant est basé sur un mouvement de vibration à haute fréquence (20 Hz) d'un cylindre contenant la poudre à broyer et des billes. Le broyeur vibrant le plus couramment utilisé est le SPEX 8000, pouvant contenir de 2 à 40 billes et traiter une quantité de poudre de l'ordre de 10 g, Figure (II.3). Le broyage se fait uniquement par chocs (Fecht et al., 1992).



Figure (II.3) : *Broyeur vibratoire -SPEX 8000-*

II.1.4.3. Broyeur à billes (planétaire)

Son principe réside dans la mise en rotation d'un plateau sur lequel on dispose des jarres tournants elles-mêmes dans le sens opposé, Figure (II.4). La combinaison de ces mouvements crée un effet de frottement des billes qui restent collées contre la paroi avant d'être renvoyées violemment par la force centrifuge contre la paroi. Les poudres sont soumises à des effets de friction et de choc. Selon les cas, une réaction entre les poudres à broyer et le matériau constituant les jarres peut être observée. Pour éviter cela, il est préférable d'utiliser des jarres et des billes de même nature que les que les matériaux à broyer (Suryanarayana, 2001).

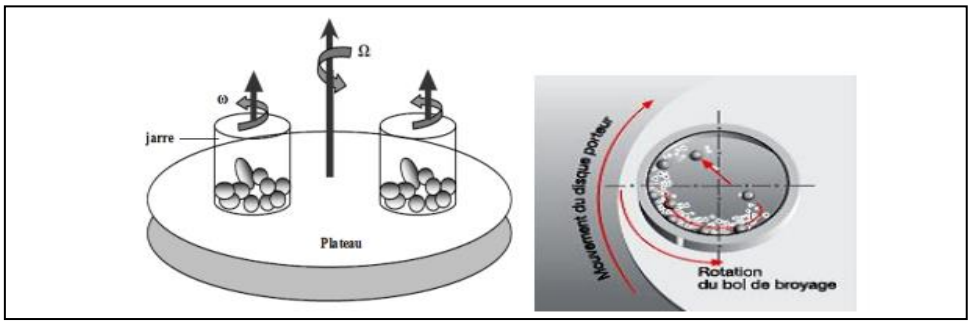


Figure II.4. *Broyeur à billes planétaire : construction du broyeur et mouvement des billes et des particules de poudre.*

II. 2. ÉLABORATION DES POUDRES DE FER-NICKEL

II.2.1. Matériels et matériaux utilisés :

II.2.1.1. Les poudres utilisées

Nous avons utilisé des poudres élémentaires de fer et de Nickel pour l'élaboration les échantillons, Figure (II.5). Les poudres de Fe et Ni ont une pureté supérieure à 99% (selon leurs cartes signalétiques).



Figure (II.5) : *Les poudres de fer et de Nickel ((a): la poudre de Fe, (b): la poudre de Ni*

II.2.1.2. La balance électronique

La balance utilisée pour peser les poudres de fer et nickel est de marque Adventurer Pro AV812C, de capacité maximale de 810 g avec une précision de 0.01g, Figure (II.6), ce type de balance possède une bonne combinaison de caractéristiques pour répondre aux besoins de pesage de presque toutes les applications de laboratoire.



Figure (II.6) : *Balance électronique Adventurer Pro AV812C.*

II.2.1.3. La boite à gants

Pour éviter ou minimiser la contamination en oxygène, les poudres, avant et après broyage, ont été manipulées et récupérées dans une boite à gant de marque PLAS-LABS sous atmosphère d'azote N_2, Figure (II.7).



Figure (II.7) : *La boite à gants de marque PLAS-LABS.*

II.2.2. Mode opératoire

La préparation des poudres a été effectuée au niveau du laboratoire de Physico-Chimie des matériaux (LPCM) de l'Université de Chadli Bendjedid El-Tarf.

Pour la préparation de nos échantillons, on pèse à l'aide d'une balance électronique une masse de 3 g de poudre de Fe et 2 g de poudre de Ni que nous mélangeons, et ce pour tous les échantillons. Ainsi, on constitue l'alliage $Fe_{60}Ni_{40}$.

Le mélange de poudre $Fe_{60}Cr_{40}$ a été élaboré par broyage mécanique haute énergie dans un broyeur planétaire type *Retsch PM 400,* Figure (II.8). Ce broyeur est constitué de quatre jarres en acier trempé contenant 11 billes en acier trempé fixées sur un plateau et tournent en sens inverse. Le broyage a été fait à température ambiante avec un rapport massique bille/poudre de 15/1 et une vitesse de rotation des jarres de 400 trs/min. Le mélange de poudre a été broyé pour des temps de broyage égal à 5 et 10 h avec un temps d'arrêt de 15 min après chaque 30 min pour limiter l'augmentation excessive de la température à l'intérieur des jarres.

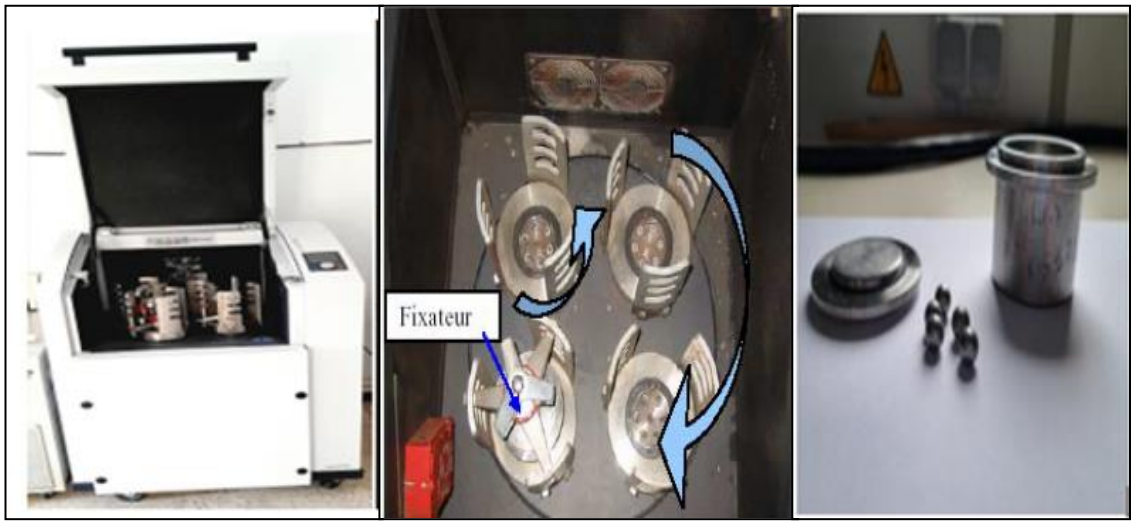


Figure (II.8). *Broyeur planétaire Retsch PM 400.*

II.3. CARACTERISATION PAR DIFFRACTION DE RAYONS X

La caractérisation par diffraction de rayons X permet d'étudier l'influence du temps de broyage sur les propriétés structurales et microstructurales des alliages nanostructurés élaborés. En plus l'analyse du profil des raies de diffraction permet de déterminer la taille moyenne des cristallites ainsi que les distorsions de réseau (ou microdéformations). Les mesures de DRX ont été réalisées au laboratoire de physicochimie des matériaux à l'aide d'un diffractomètre de type Bruker-D8-Advance, Figure (II. 9), dans la géométrie Bragg-Brentano (θ-θ). L'acquisition des données du diffractogramme se fait entre$10° < 2\theta < 120°$ avec un pas angulaire de $2\theta = 0.02°$ en utilisant le rayonnement Cu-K_α de longueur d'onde $\lambda_{cu} = 0.15406$ nm.

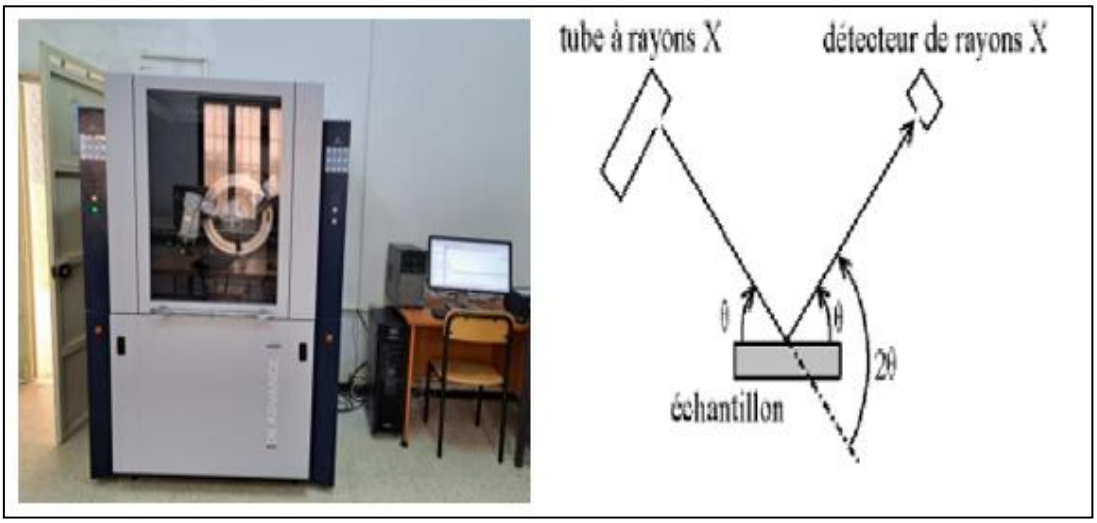


Figure (II.9)*. Diffractomètre Bruker-D8-Advance et la définition des angles dans le montage de Bragg-Brentano*

II.3.1. Principe de diffraction de rayons X

La diffraction des rayons X est une technique non destructive permettant de caractériser des matériaux monocristallins et polycristallins sous forme de poudres, massifs ou en couches minces. Cette technique 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, Figure (II. 10).

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

$$2d_{hkl}\,sin\theta = n\lambda \qquad \textbf{(II.1)}$$

Avec **n** : Ordre de diffraction, **θ** : Position angulaire (angle de Bragg), **λ** : Longueur d'onde du faisceau, **d** : Distance interarticulaire entre les plans de la famille hkl, **h**, **k** et **l** sont les indices de Miller.

En pratique, l'enregistrement à réaliser est alors la courbe de l'intensité des rayons X diffractés en fonction de l'angle de diffusion 2θ. Cette courbe (ou diffractogramme) est formée de pics correspondant aux plans (hkl). La qualité du diffractogramme dépend, en plus de réglage de l'appareil (diffractomètre), du choix de leur paramètres opératoires d'acquisition tel que : la gamme de balayage en 2θ, le pas de balayage Δ (2θ) et le temps de comptage par pas.

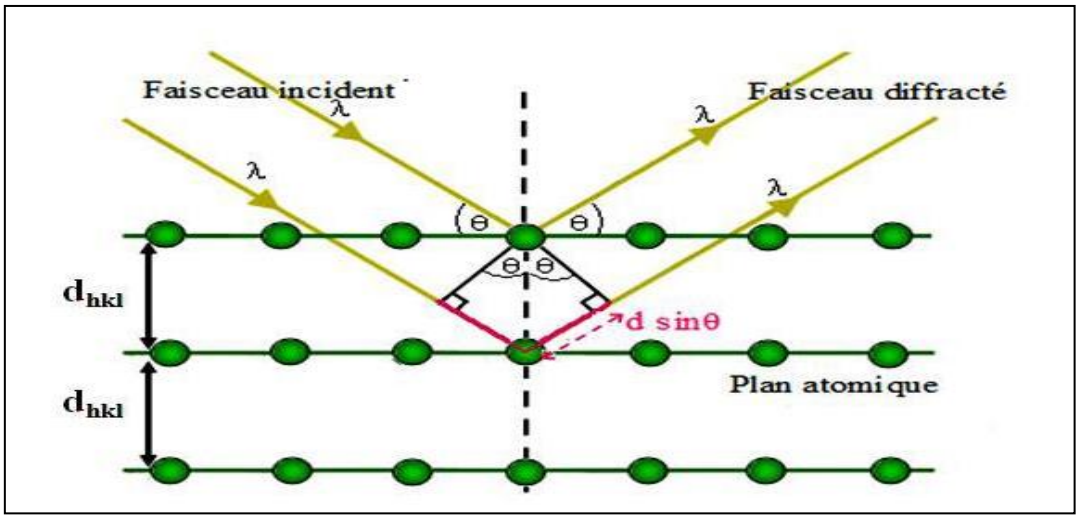


Figure (II.10). *Principe de diffraction d'un faisceau de rayon X par les plans*

cristallins de distance interréticulaire d_{hkl}.

II.3.2. Affinement des diffractrogrammes de rayons X

Les propriétés structurales et microstructurales des poudres broyées ont été caractérisées par la diffraction des rayons X. En plus de l'identification des phases en présence, l'analyse du profil des raies de diffraction permet de déterminer la taille et la forme des grains ainsi que les distorsions du réseau (ou taux de microdéformations).

II.3.2.1. Méthode de Rietveld

La méthode de Rietveld est une méthode d'analyse en diffractomètre de rayons X sur poudre. Elle fût développée en 1969 par le cristallographe néerlandais Hugo Rietvelt. Cette méthode consiste à simuler un diffractogramme à partir d'un modèle cristallogramme simulé soit le plus proche possible du diffractogramme mesuré. Selon les propriétés auxquelles on s'intéresse et le nombre de paramètre à affiner, le logiciel peut être plus ou moins complexe.

Le logiciel utilisé pour la simulation est le programme MAUD (Material Analysis Using Diffraction) (Lutterotti, 2000), MAUD représente l'analyse matérielle en utilisant la diffraction. C'est un programme général de diffraction/analyse de réflectivité principalement basé sur la méthode de Rietveld (Rietveld.,1967).

La méthode de Rietveld consiste à affiner et non à déterminer la structure des matériaux étudiés. L'essentiel de la méthode réside dans la minimisation, par la méthode des moindres carrés, de l'amplitude de la différence entre les valeurs observées et les valeurs calculées des intensités et des positions des réflexions des différents plans réticulaires une fois le groupe d'espace connu ainsi que la position des différents atomes dans la maille élémentaire. La minimisation des moindres carrés est renouvelée jusqu'à l'obtention du meilleur affinement du diagramme de diffraction expérimental considéré dans son ensemble.

La procédure d'affinement qui minimise la fonction est décrite dans l'équation suivante :

$$M = \sum_i W_i (Y_i - Y_{ci})^2 \qquad \textbf{(II.2)}$$

Où :

Y_i : est l'intensité mesurée au point i,

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

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

La sommation porte sur tous les points de diagramme les intensités calculées sont déterminé par l'équation :

$$Y_{ci} = Y_{bi} + \sum_{\emptyset=1}^{\text{phase}} S\, \emptyset \sum^{k}_{K=k1} J_{\phi k}\, .L_{P\phi K}.O_{\phi K}\mathrm{M}|F_{\phi K}|\Omega_{I\phi k} \qquad \textbf{(II.3)}$$

Où :

Y_{bi} : intensité du fond continu à la position de θ_i,

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

J_k : facteur de multiplicité de la raie,

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

O_k : facteur de correction décrivant l'orientation préférentielle,

M : fonction empirique de la correction du micro absorption,

$F_{\phi K}$: module du facteur de structure,

$\boldsymbol{\phi}_i$: fonction d'approche du profil des pics (Lorentziens ou Gaussiens).

II.3.2.2. Les facteurs de suivi de la qualité d'affinement

Ce sont deux facteurs importants qui dépendent des intensités calculées et mesurée à savoir le facteur de profil R_p et de profil pondéré R_{wp} :

$$R_p = \frac{\sum (y_i - y_{ci})}{y_i} \qquad \textbf{(II.4)}$$

$$Rwp = \left[\frac{\sum (y_i - y_{ci})^2}{\sum w_i y_i^2}\right]^{1/2} \qquad \textbf{(II.5)}$$

Le facteur G_{oF} (Goodness of Fit) est considéré comme le meilleur indicateur de l'avancement et de la qualité de l'affinement, car son numérateur contient le résidu qui est minimisé. La valeur théorique minimale de R_{wp} est donnée par le facteur attendu en l'absence d'erreurs systématiques $R_{exp} = R_{wp} / G_{oF}$ (Gravereau, 2012), selon la relation suivante :

$$G_{OF} = \left[\frac{\sum_N \omega_i [y_{iobs} - y_{icale}]^2}{N - P + C}\right]^{1/2} \qquad \textbf{(II.6)}$$

Avec N le nombre de points de la partie du diagramme affinée, P le nombre de paramètres ajustés et C le nombre des contraintes appliquées.

III.3.2.3. Paramètres affinés

Dans les diffractogramme de rayons X, chaque pic correspond à un angle de diffraction, et correspond donc à une distance inter-plane d dans l'espace réciproque. Ces plans parallèles sont indexés par trois coordonnées (h, k, l) dans l'espace défini par les axes cristallographiques.

Pour les symétries cubiques, par exemple, nous pouvons ainsi calculer le paramètre de maille par :

$$a = d\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \qquad \textbf{(II.7)}$$

Avec :

a: paramètre de maille,

$\mathbf{d_{hkl}}$: Distance inter réticulaire,

h, k, l: Les indices de Miller.

II.3.2.3.1. Calcul de la taille moyenne de grain et du taux de microcontraintes

Selon la formule de Scherrer, la taille moyenne des grains peut être calculée d'une façon simple à partir de :

$$< L > = \frac{k\,\lambda}{\beta cos\theta} \qquad \textbf{(II.8)}$$

Où :

<L> : Taille moyenne des cristallites ;

λ : Longeur d'onde des rayons X ;

θ : Angle de diffraction ;

k : Constant (K = 0.9) et

β : Largeur à mi-hauteur de pic de diffraction.

Cette formule est facile à appliquer, mais on ne tient pas compte de contraintes internes des matériaux, et donc de l'évolution de la largeur intégrale en fonction de l'angle de diffraction. Cette formule suffit donc pour un matériau complètement relaxé (Rietveld, 1969). L'élargissement β, qui est dû à la présence de micro-contraintes peut être défini dans l'espace réel par cette équation (Scherrer, 1918) :

$$\beta_f = 4\sigma \tan\theta \quad \textbf{(II.9)}$$

Avec σ : la déformation relative (δd/d) de la maille cristalline,

d : est la distance interréticulaire,

β_f : la contribution de la déformation considérer est définie par une déformation moyenne $(\sigma^2)^{1/2}$,

L'élargissement β_f est donné par la relation (Scherrer, 1918) :

$$\beta_f = 2\sqrt{2\pi}\,(\sigma^2)^{1/2} \tan\theta \quad \textbf{(II.10)}$$

II.3.2.3.2. Coefficient de Poisson et module de Young :

Le coefficient de Poisson, désigné par la lettre grecque ν, caractérise la contraction de la matière perpendiculairement à la direction de l'effort appliqué. Il fait partie des constantes élastiques d'un matériau. Théoriquement, pour un matériau parfaitement isotrope, il est égal à 0,25 et en pratique, il est généralement très proche de cette valeur. Ce coefficient est toujours inférieur ou égal à 0,5. S'il est égal à 0,5, cela signifie que le matériau est parfaitement incompressible. Dans le cas d'un matériau isotrope, le coefficient de Poisson permet de relier directement le module de cisaillement G au module de Young E, selon la relation suivante :

$$E = \frac{\nu}{L - L_0} \quad \textbf{(II.11)}$$

Avec:

Les longueurs et largeurs : L_0 et l_0 initiales et L et l'après allongement.

E : module de Young

ν: coefficient de Poisson

II.4. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons introduit quelques concepts liés au broyage mécanique hauténergie, sa modélisation, son principe et ses paramètres. Nous avons également présenté lesaspects physiques et méthodologiques de cette technique de broyage. À la fin du chapitre, nousavons réalisé une étude approfondie sur la diffraction des rayons X, utilisée comme principaletechnique de caractérisation structurale, associée à la théorie de Rietveld. Cette approche nouspermettra d'affiner les diffractogrammes de rayons X afin de mieux

comprendre l'évolution de lastructure, de la microstructure, ainsi que le mécanisme de formation de nos échantillons. De plus, nous avons envisagé le calcul de plusieurs propriétés physiques, que nous discuterons dans le chapitre suivant.

Chapitre III :

Résultats et Discussions

Ce chapitre est consacré à l'interprétation des résultats des caractérisations structurales et microstructurales obtenus par la technique de diffraction de rayons X (DRX) de la poudre $Fe_{60}Ni_{40}$ à différents temps de broyage (0, 5 et 10h) en utilisant le programme MAUD qui est basé sur la méthode de Rietveld.

III.1. Étude des propriétés structurales

Les paramètres structuraux et microstructuraux ont été affinés à partir des données des rayons X utilisant, le programme Maud, un procédé qui est basé sur la méthode de Rietveld combiné avec l'analyse de Fourier. Cette méthode consiste à simuler un diffractogramme à partir d'un modèle cristallographique du matériau, puis à ajuster les paramètres de ce modèle afin que le diffractogramme simulé soit le plus proche possible du diffractogramme expérimental.

III.1.1. Etude des diffractogrammes de rayons x

La diffraction des rayons X (DRX) a été utilisée afin de suivre l'évolution structurale de l'alliage $Fe_{60}Ni_{40}$ (en % massique) en fonction du temps de broyage mécanique. La superposition des diffractogrammes obtenus après 0 h, 5 h et 10 h de broyage est présentée sur la figure (III.1).

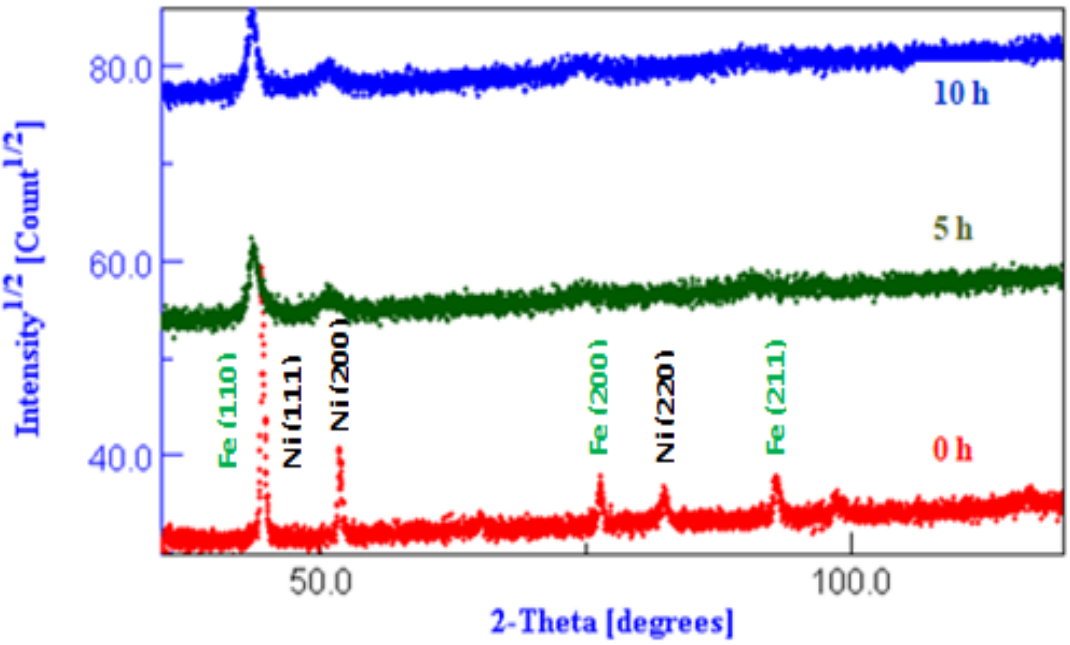


Figure (III.1) : Évolution des diffractogrammes de rayons X du mélange $Fe_{60}Ni_{40}$ en fonction du temps de broyage.

L'analyse des diagrammes de diffraction révèle des modifications significatives de la structure cristalline des poudres au cours du broyage. Avec l'augmentation du temps de broyage, les pics de diffraction deviennent progressivement plus larges, moins intenses et subissent un léger déplacement angulaire. Ces transformations traduisent l'évolution

microstructurale du matériau sous l'effet des déformations mécaniques sévères générées lors du broyage haute énergie.

L'élargissement des raies de diffraction est principalement lié à l'affinement des cristallites et à l'accumulation des microdéformations dans le réseau cristallin. Selon la relation de Scherrer, l'augmentation de la largeur à mi-hauteur des pics correspond à une réduction de la taille des domaines cohérents de diffraction. En parallèle, les chocs répétés entre les particules de poudre et les billes de broyage favorisent la création de nombreux défauts cristallins, tels que les dislocations, les lacunes et les défauts d'empilement.

La diminution de l'intensité des pics peut être attribuée à la désorganisation progressive du réseau cristallin induite par l'augmentation de la densité des défauts structuraux. Ces derniers perturbent l'ordre atomique à longue distance et entraînent une diffusion plus importante des rayons X. Le léger déplacement des pics observé au cours du broyage indique également une variation des distances interréticulaires d_{hkl}, conformément à la loi de Bragg. Cette variation peut résulter de contraintes résiduelles, d'une modification du paramètre de maille ou encore de la formation progressive d'une solution solide Fe-Ni.

Le diffractogramme de la poudre initiale non broyée (0 h) présente des pics fins et bien définis correspondant aux phases cristallines des éléments purs : le fer α de structure cubique centrée (cc) et le nickel de structure cubique à faces centrées (cfc). Après 5 h de broyage, les pics deviennent plus larges et moins intenses, indiquant le début de l'affinement microstructural et l'introduction de contraintes internes. Après 10 h de broyage, ces phénomènes s'accentuent davantage, traduisant une forte déformation du matériau ainsi qu'une réduction importante de la taille des cristallites. L'ensemble de ces observations confirme que le broyage mécanique haute énergie conduit progressivement à l'obtention d'une structure fortement déformée et nanocristalline.

III.1.2. Diffractogramme de rayons X des poudres broyées pendant 0 h

La figure (III.2) présente le résultat de l'affinement de Rietveld du diffractogramme de rayons X correspondant au mélange de poudres $Fe_{60}Ni_{40}$ (en % massique) à l'état initial, c'est-à-dire avant broyage mécanique. L'affinement a été réalisé en tenant compte des différentes contributions structurales afin d'obtenir le meilleur accord possible entre le profil

expérimental et le profil calculé. La figure montre également la décomposition du diagramme en sous-spectres associés aux différentes phases présentes dans l'échantillon.

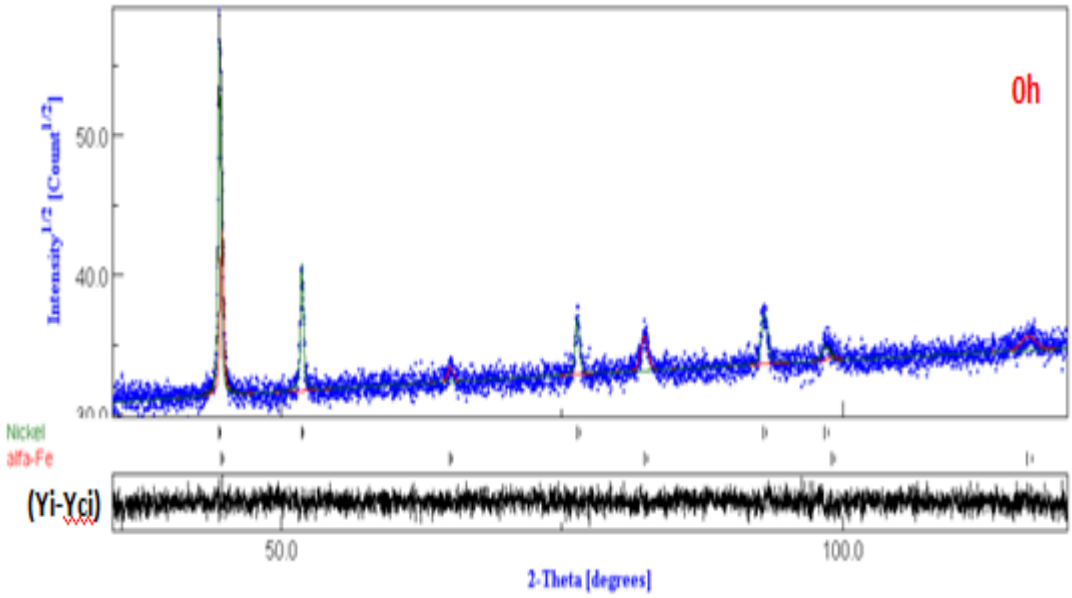


***Figure (III.2)** : Affinement Rietveld du spectre de diffraction des rayons X de la poudre avant broyage (sig=1.028)*

L'analyse du spectre expérimental indique que le meilleur ajustement est obtenu en considérant la présence de deux phases cristallines distinctes : la phase α-Fe de structure cubique centrée (cc) et la phase Ni de structure cubique à faces centrées (cfc). La phase α-Fe cristallise dans le groupe d'espace Im-3m avec un paramètre de maille a=0,28678 nm, tandis que la phase Ni appartient au groupe d'espace Fm-3m avec un paramètre cristallin a=0,3572 nm. Les valeurs obtenues sont en bon accord avec les données cristallographiques rapportées dans la littérature pour le fer et le nickel purs, ce qui confirme la bonne qualité structurale des poudres de départ.

L'ajustement Rietveld permet également de reproduire avec précision la position, l'intensité et la largeur des pics de diffraction observés expérimentalement. La faible différence entre le profil calculé et le profil expérimental traduit la fiabilité du modèle structural adopté ainsi que la pureté relative des phases présentes avant broyage. L'absence de pics supplémentaires significatifs indique qu'aucune phase secondaire ou composée intermétallique n'est détectable dans l'échantillon initial.

Par ailleurs, les pics de diffraction observés pour les deux phases apparaissent fins et bien définis, traduisant un degré élevé de cristallinité ainsi qu'une faible concentration de défauts structuraux dans les poudres non broyées. Cette observation est cohérente avec l'état initial des poudres commerciales avant toute sollicitation mécanique. Les largeurs réduites des raies de diffraction suggèrent également que les cristallites possèdent une taille relativement importante et que les microcontraintes internes restent faibles.

L'utilisation de la méthode de Rietveld constitue une étape essentielle dans l'analyse structurale des matériaux élaborés par broyage mécanique, puisqu'elle permet de déterminer avec précision les paramètres cristallins, la fraction des phases présentes ainsi que l'évolution des caractéristiques microstructurales au cours du traitement mécanique. Ainsi, les résultats obtenus pour l'échantillon non broyé serviront de référence pour suivre les transformations structurales induites par l'augmentation du temps de broyage.

III.1.3. Diffractogramme de rayons X des poudres broyées pendant 5 h

La figure (III.3) présente le résultat de l'affinement de Rietveld du diffractogramme de rayons X du mélange de poudres $Fe_{60}Ni_{40}$ (en % massique) après 5 h de broyage mécanique. L'analyse a été effectuée à l'aide du modèle Popa, permettant de prendre en compte l'élargissement anisotrope des pics de diffraction lié aux effets combinés de la réduction de la taille des cristallites et de l'accumulation des microcontraintes dans le matériau.

Le meilleur ajustement du profil expérimental est obtenu en considérant la présence de deux solutions solides : une phase γ-Ni(Fe) de structure cubique à faces centrées (cfc) avec un paramètre de maille a= 0,3589 nm, et une phase α-Fe(Ni) de structure cubique centrée (cc) caractérisée par un paramètre cristallin a= 0,2908 nm. La formation simultanée de ces deux phases traduit le début de l'interdiffusion atomique entre le fer et le nickel sous l'effet du broyage mécanique haute énergie.

L'apparition de ces solutions solides résulte des conditions extrêmes générées pendant le broyage, notamment les collisions répétées entre les billes, les particules de poudre et les parois de la jarre. Ces impacts produisent des déformations plastiques sévères qui favorisent la fragmentation des particules, l'augmentation de la surface de contact entre les éléments et l'activation des mécanismes de diffusion atomique à l'état solide. Ainsi, les atomes de Fe et

de Ni diffusent progressivement dans leurs réseaux cristallins respectifs, conduisant à la formation de phases métastables homogènes.

L'analyse des diffractogrammes montre également un élargissement important des pics de diffraction de Bragg accompagné d'une diminution progressive de leur intensité. Ces modifications microstructurales sont caractéristiques des matériaux élaborés par broyage mécanique. L'élargissement des raies est principalement associé à la réduction de la taille des cristallites jusqu'à l'échelle nanométrique ainsi qu'à l'accumulation de microdéformations dans le réseau cristallin. En parallèle, la diminution de l'intensité des pics reflète une augmentation de la densité des défauts structuraux tels que les dislocations, les lacunes et les défauts d'empilement.

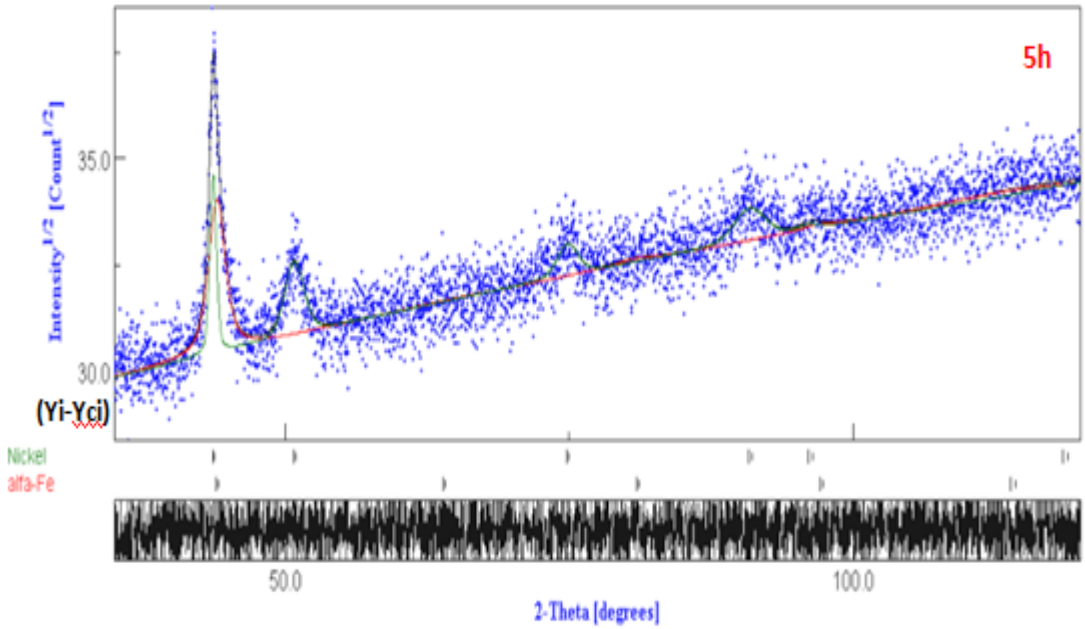


***Figure (III.3)** : Affinement Rietveld du spectre de diffraction des rayons X de la poudre broyé pendant 5 h (sig=1.002)*

Les contraintes mécaniques générées au cours du broyage induisent une forte distorsion du réseau cristallin, provoquant une désorganisation partielle de l'ordre atomique à longue distance. Cette évolution structurale se traduit également par des variations des distances interréticulaires et des paramètres de maille, observées à travers les légers déplacements des pics de diffraction. Ces phénomènes témoignent de l'état fortement déformé du matériau après broyage.

Les diffractogrammes des poudres $Fe_{60}Ni_{40}$ broyées pendant 5 h montrent une évolution plus avancée de la transformation structurale. En particulier, la disparition progressive de certains pics caractéristiques du fer, notamment les réflexions (200) et (211), indique une dissolution importante des atomes de Fe dans la matrice du nickel. Ce phénomène conduit à la formation d'une solution solide γ-Ni(Fe) de structure cfc, communément appelée taénite. Parallèlement, l'incorporation des atomes de nickel dans le réseau du fer α entraîne la formation d'une phase α-Fe(Ni) de structure cubique centrée, identifiée comme la kamacite.

La coexistence de ces deux solutions solides montre que le broyage mécanique favorise une homogénéisation progressive du mélange et accélère les mécanismes d'alliage à l'état solide. L'énergie mécanique transférée au système permet de dépasser les limitations classiques de diffusion observées dans les procédés thermiques conventionnels, favorisant ainsi la formation de phases métastables ou nanostructurées.

Les résultats obtenus sont en bon accord avec les travaux rapportés dans la littérature, notamment ceux de S.D. Kaloshkin et collaborateurs (S.D. Kaloshkin, 2001), ainsi que ceux de Myriam Azabou et al. (Myriam Azabou, 2025), qui ont montré que le broyage mécanique du système Fe-Ni conduit progressivement à la formation de solutions solides nanocristallines accompagnées d'une forte densité de défauts cristallins et d'un affinement important de la microstructure.

III.1.4. Diffractogramme de rayons X des poudres broyées pendant 10 h

La figure (III.4) présente l'affinement Rietveld du diffractogramme de rayons X du mélange $Fe_{60}Ni_{40}$ (en % massique) après 10 h de broyage mécanique, réalisé à l'aide du logiciel MAUD. Le meilleur ajustement du profil expérimental est obtenu en considérant les mêmes composantes phasiques que celles identifiées pour les temps de broyage précédents, à savoir la phase γ-Ni(Fe) de structure cubique à faces centrées (cfc) et la phase α-Fe(Ni) de structure cubique centrée (cc).

L'observation du diagramme de diffraction met en évidence une évolution importante de la microstructure du matériau après 10 h de broyage. Les pics de diffraction apparaissent fortement élargis et leur intensité diminue considérablement, traduisant une réduction marquée de la taille des cristallites ainsi qu'une augmentation importante des microcontraintes

internes. Cette évolution est caractéristique des poudres soumises à un broyage mécanique prolongé, où les collisions répétées entre les billes et les particules induisent des déformations plastiques sévères, une forte densité de dislocations et une accumulation progressive des défauts cristallins.

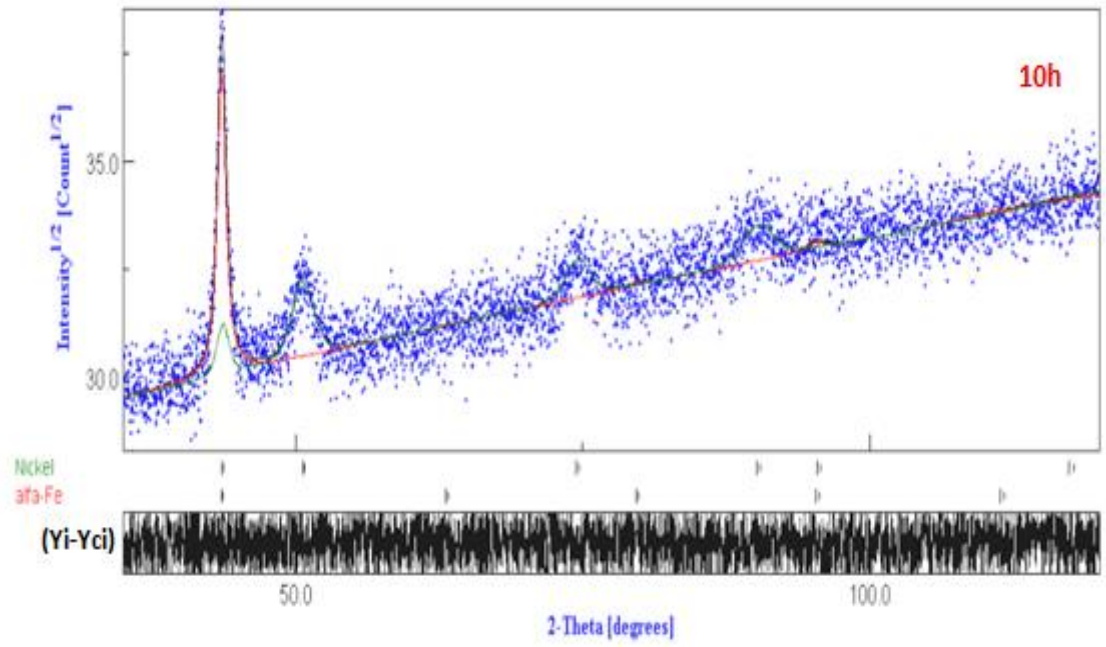


***Figure (III.4)** : Affinement Rietveld du spectre de diffraction des rayons X de la poudre broyé pendant 10 h (sig=1.025).*

Par ailleurs, le diffractogramme présente une ligne de fond inclinée ou « en pente », particulièrement visible aux faibles angles de diffraction. Ce comportement peut être attribué à plusieurs phénomènes physiques et instrumentaux. L'une des causes principales est la fluorescence du fer sous irradiation X, notamment lorsque la source utilisée est de type Cu-K_α. En effet, l'énergie du rayonnement incident peut exciter les atomes de fer, provoquant l'émission d'un rayonnement fluorescent parasite qui augmente le bruit de fond du diagramme. Cette fluorescence contribue à l'élévation progressive de la ligne de base et peut réduire le contraste des pics de diffraction.

En outre, l'augmentation du fond diffus peut également être liée à la présence d'une fraction désordonnée ou faiblement cristallisée générée par le broyage mécanique intensif. La création d'un grand nombre de défauts structuraux, associée à la réduction nanométrique des cristallites, favorise une diffusion diffuse des rayons X et entraîne une perte de l'ordre

cristallin à longue distance. Dans certains cas, cette contribution diffuse peut indiquer le début d'une transition vers un état partiellement amorphe. Des effets expérimentaux tels que la rugosité de l'échantillon, une préparation imparfaite de la poudre ou encore la diffusion incohérente des rayons X peuvent également participer à l'augmentation du bruit de fond.

L'analyse comparative des intensités relatives des pics montre également une évolution significative des deux phases présentes. Il est observé que le pic le plus intense de la phase γ-Ni(Fe) diminue progressivement en intensité, tandis que celui associé à la phase α-Fe(Ni) devient plus prononcé après 10 h de broyage. Cette évolution peut être interprétée comme une modification progressive de la proportion relative des phases ainsi qu'une redistribution des atomes de Fe et de Ni au sein des réseaux cristallins.

La réduction de l'intensité des pics de la phase γ-Ni(Fe) suggère une déstabilisation partielle de la structure cfc sous l'effet des contraintes mécaniques accumulées durant le broyage. En parallèle, l'augmentation de l'intensité relative des réflexions associées à la phase α-Fe(Ni) peut indiquer une stabilisation progressive de la phase cubique centrée. Cette transformation peut être favorisée par les fortes déformations plastiques introduites dans le matériau, lesquelles modifient l'énergie libre des phases et influencent les mécanismes de diffusion atomique.

Le broyage mécanique prolongé favorise également l'apparition d'une texture cristallographique préférentielle ainsi qu'une réorganisation locale des atomes dans certaines directions cristallines, ce qui peut modifier les intensités relatives des réflexions de Bragg. En effet, l'intensité d'un pic de diffraction dépend non seulement de la fraction volumique de la phase correspondante, mais également de l'orientation préférentielle des cristallites, de la densité des défauts et de l'état de contrainte interne du matériau.

Ainsi, les résultats obtenus après 10 h de broyage montrent que le système Fe-Ni subit une évolution microstructurale complexe caractérisée par un affinement important des cristallites, une forte densité de défauts, une augmentation des microcontraintes et une modification progressive de l'équilibre entre les phases γ-Ni(Fe) et α-Fe(Ni). Ces transformations confirment l'efficacité du broyage mécanique haute énergie dans l'élaboration de matériaux nanostructurés et fortement déformés.

III.1.5. Effet du temps de broyage sur les paramètres cristallins

L'ajustement des profils de diffraction à l'aide du logiciel MAUD a permis de déterminer avec précision l'évolution des paramètres cristallins des différentes phases 00présentes dans l'alliage Fe-Ni au cours du broyage mécanique. Les valeurs obtenues ont ensuite été exploitées et traitées avec le logiciel OriginPro 8 afin de suivre l'évolution du paramètre de maille aaa en fonction du temps de broyage. La variation des paramètres de maille des solutions solides α-Fe(Ni) et γ-Ni(Fe) pour l'alliage $Fe_{60}Ni_{40}$ est présentée sur la figure (III.5).

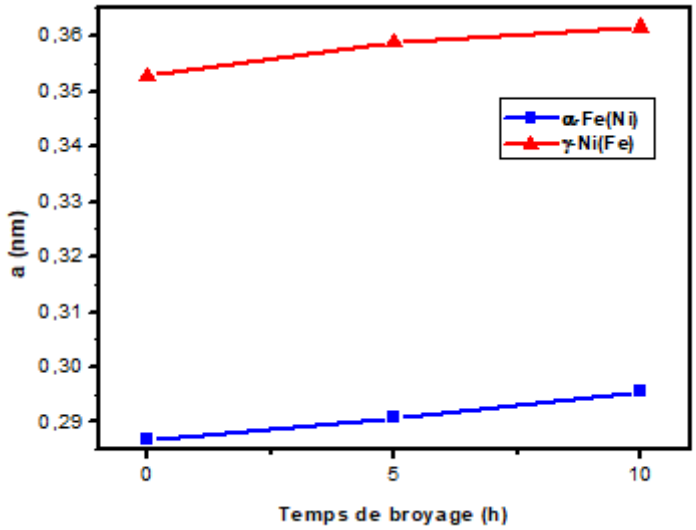


Figure (III.5) : *L'évolution du paramètre de maille « a » des phases α-Fe(Ni) et* γ-Ni(Fe) *en fonction du temps de broyage.*

L'analyse des résultats montre que le paramètre de maille de la phase γ-Ni(Fe), de structure cubique à faces centrées (cfc), augmente progressivement avec l'augmentation du temps de broyage. En effet, sa valeur passe de a=0,35274 nm pour le nickel pur à l'état initial (0 h) jusqu'à a=0,36151 nm après 10 h de broyage mécanique. Cette augmentation quasi monotone traduit une modification importante de l'environnement atomique au sein de la structure cristalline sous l'effet des déformations mécaniques sévères imposées au matériau.

L'expansion du paramètre de maille observée au cours du broyage peut être expliquée par plusieurs mécanismes physiques agissant simultanément. Tout d'abord, le broyage mécanique haute énergie favorise l'interdiffusion atomique entre les éléments Fe et Ni, conduisant progressivement à la formation d'une solution solide γ-Ni(Fe). L'introduction des atomes de fer dans le réseau cristallin du nickel modifie les distances interatomiques et

entraîne ainsi une dilatation du réseau. Ce comportement est cohérent avec les travaux de (Suryanarayana, 2001), qui a montré que le broyage mécanique peut induire la formation de solutions solides métastables accompagnées d'une modification des paramètres cristallins.

Par ailleurs, l'augmentation du paramètre de maille peut également être liée à l'état fortement désordonné de l'alliage après broyage, comme l'ont rapporté (Oleszak et al., 1994) et ses collaborateurs. En effet, les collisions répétées entre les billes et les particules de poudre génèrent une grande densité de défauts cristallins tels que les dislocations, les lacunes, les joints de grains et les défauts d'empilement. L'accumulation de ces défauts provoque une distorsion locale du réseau cristallin et une augmentation des contraintes internes, ce qui contribue à l'expansion des distances interréticulaires.

Les sévères déformations plastiques imposées durant le broyage jouent également un rôle déterminant dans cette évolution. Sous l'effet des impacts mécaniques continus, les particules subissent des cycles répétés de fracture et de soudure à froid, conduisant à une forte accumulation d'énergie de déformation dans le matériau. Cette énergie stockée favorise une distorsion du réseau cristallin et modifie les positions d'équilibre des atomes, entraînant ainsi une augmentation du paramètre de maille.

De plus, la réduction progressive de la taille des cristallites jusqu'à l'échelle nanométrique peut influencer les paramètres structuraux. Dans les matériaux nanocristallins, la proportion importante d'atomes situés au niveau des joints de grains et des interfaces entraîne souvent une relaxation structurale et une modification des distances interatomiques moyennes. Ce phénomène peut également participer à l'augmentation observée du paramètre de maille de la phase γ-Ni(Fe).

L'évolution du paramètre cristallin constitue donc un indicateur important des transformations microstructurales induites par le broyage mécanique. Elle met en évidence l'intensification des phénomènes de diffusion atomique, l'augmentation du désordre structural et l'accumulation des contraintes internes dans le système Fe-Ni. Ces résultats confirment que le broyage mécanique haute énergie ne provoque pas uniquement un affinement des cristallites, mais modifie également profondément la structure atomique et l'état cristallin des phases formées.

III.2. Étude des propriétés microstructurales

III.2.1. Tailles des grains

Les figures (III.6a-b) illustrent l'évolution de la taille moyenne des cristallites, notée ⟨L⟩, en fonction du temps de broyage mécanique pour les différentes phases présentes dans l'alliage Fe-Ni. Les valeurs ont été déterminées à partir de l'analyse des profils de diffraction des rayons X par la méthode de Rietveld, en tenant compte de l'élargissement des pics lié à la réduction de la taille des domaines cohérents de diffraction.

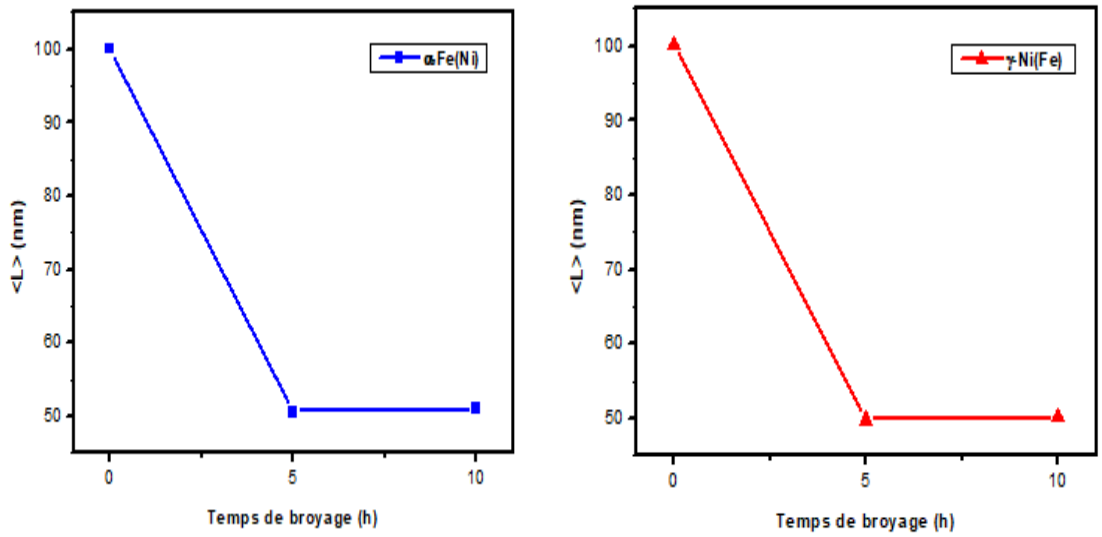


Figure (III.6) : *L'évolution de la taille des grains <L> des phases* ***(a)*** *α-Fe(Ni) et* ***(b)*** *γ-Ni(Fe) en fonction du temps de broyage.*

Les résultats obtenus montrent que la taille moyenne des cristallites de la phase α-Fe(Ni) diminue fortement au cours des premières heures de broyage. En effet, elle passe d'environ 100 nm à près de 50 nm entre 0 h et 5 h de broyage. Cette diminution importante traduit une fragmentation rapide des grains sous l'effet des collisions répétées entre les billes de broyage et les particules de poudre. Les impacts mécaniques successifs génèrent des déformations plastiques sévères qui provoquent la subdivision progressive des grains initiaux en domaines cristallins de plus petite taille.

La réduction de la taille des cristallites constitue l'une des caractéristiques fondamentales du broyage mécanique haute énergie. Sous l'effet des contraintes mécaniques, une grande densité de dislocations est introduite dans le matériau. L'accumulation et l'interaction de ces dislocations conduisent progressivement à la formation de sous-joints puis à la subdivision des grains en cristallites nanométriques. Ce mécanisme s'accompagne d'une

augmentation importante de la surface spécifique ainsi que de l'énergie stockée dans le matériau.

La diminution rapide observée durant les premières heures de broyage indique que cette étape correspond à une phase active d'affinement microstructural. Durant cette période, les phénomènes de fracture dominent largement les mécanismes de soudure à froid, ce qui favorise la réduction continue de la taille des grains. L'énergie mécanique transférée au système est alors principalement consommée dans la création de nouveaux défauts cristallins et de nouvelles interfaces de grains.

Entre 5 h et 10 h de broyage, une légère augmentation de la taille moyenne des cristallites est observée, passant d'environ 50 nm à 51 nm. Bien que cette variation reste faible, elle peut être attribuée à des phénomènes de soudage localisé ou de microforgeage induits par les impacts mécaniques répétés. En effet, lors du broyage prolongé, les particules très fines possèdent une forte énergie de surface et tendent parfois à s'agglomérer sous l'effet des pressions élevées générées pendant les collisions. Ce phénomène peut conduire à une coalescence partielle de certaines cristallites et ainsi limiter l'affinement structural.

Cette légère stabilisation de la taille des cristallites peut également traduire l'établissement d'un équilibre dynamique entre les mécanismes de fragmentation et ceux de soudure à froid. À mesure que le broyage progresse, l'écrouissage du matériau devient plus important et la capacité de fragmentation supplémentaire diminue progressivement. Le système tend alors vers un état quasi stationnaire où la taille des cristallites évolue très lentement.

Par ailleurs, l'évolution de la taille des cristallites est étroitement liée à l'augmentation des microcontraintes internes et de la densité des défauts cristallins introduits pendant le broyage. La combinaison de ces effets conduit à l'obtention d'une microstructure fortement déformée et nanocristalline, caractéristique des matériaux élaborés par broyage mécanique haute énergie.

Ainsi, les résultats obtenus confirment que le broyage mécanique constitue une méthode efficace pour produire des alliages Fe-Ni nanostructurés. La réduction importante de la taille des cristallites observée au cours du broyage est susceptible d'influencer fortement les

propriétés physiques du matériau, notamment ses propriétés mécaniques et magnétiques, en raison de l'augmentation de la densité des interfaces et des défauts structuraux.

III.2.2. Taux de microcontraintes

. Le champ de microcontraintes correspond à l'ensemble des déformations élastiques locales présentes à l'intérieur du réseau cristallin. Ces microdéformations proviennent généralement de la distribution hétérogène des contraintes de compression et de traction générées dans le matériau lors des traitements mécaniques. Elles sont souvent associées à la présence d'une forte densité de défauts cristallins tels que les dislocations, les lacunes, les fautes d'empilement et les joints de grains. Les variations locales de composition chimique, les phénomènes de diffusion atomique, ainsi que les contraintes thermiques ou les différences de dilatation entre phases peuvent également contribuer à l'apparition de ces microcontraintes.

Dans les matériaux élaborés par broyage mécanique haute énergie, les microcontraintes constituent un paramètre important pour caractériser l'état de déformation interne du matériau. En effet, les collisions répétées entre les billes, les particules de poudre et les parois de la jarre produisent des déformations plastiques sévères qui entraînent une distorsion progressive du réseau cristallin. Cette distorsion se traduit directement par un élargissement des pics de diffraction des rayons X et par une augmentation des taux de microcontraintes.

L'évolution des microcontraintes de l'alliage $Fe_{60}Ni_{40}$ en fonction du temps de broyage est présentée sur la figure (III.7). Les résultats montrent un comportement différent pour les deux solutions solides formées au cours du broyage mécanique.

Dans le cas de la solution solide riche en nickel γ-Ni(Fe), une augmentation progressive et importante du taux de microcontrainte est observée avec l'augmentation du temps de broyage. La valeur atteint environ 0,91 % après 10 h de broyage, traduisant un état fortement déformé de la structure cristalline. Cette augmentation peut être expliquée par l'accumulation continue des défauts structuraux introduits durant le broyage mécanique, notamment les dislocations et les défauts d'empilement. La phase γ de structure cubique à faces centrées (cfc) possède un grand nombre de systèmes de glissement, ce qui favorise les

déformations plastiques importantes et l'accumulation des contraintes internes sous l'effet des impacts mécaniques répétés.

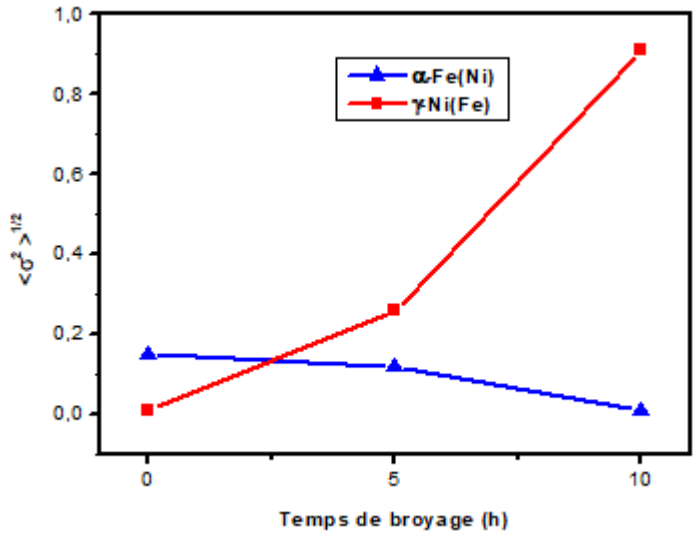


Figure (III.7) *: Évolution du taux de microcontraintes, $<\sigma^2>^{1/2}$, des structures α-Fe(Ni) et* γ-Ni(Fe) *en fonction du temps de broyage.*

L'augmentation des microcontraintes dans la phase γ-Ni(Fe) peut également être liée aux mécanismes de soudure à froid qui deviennent plus importants au cours du broyage prolongé. En effet, les particules fortement déformées ont tendance à s'agglomérer sous l'effet des pressions élevées générées pendant les collisions. Ce phénomène provoque une accumulation supplémentaire d'énergie de déformation dans le matériau et favorise la création de champs de contraintes internes plus importants.

Par ailleurs, la diffusion progressive des atomes de Fe dans la matrice du nickel entraîne une distorsion locale du réseau cristallin en raison des différences de rayon atomique et des perturbations de l'environnement atomique. Cette substitution atomique contribue également à l'augmentation des microdéformations observées dans la phase γ-Ni(Fe).

En revanche, la solution solide riche en fer α-Fe(Ni) présente une légère diminution du taux de microcontrainte suivie d'une quasi-stabilisation au cours du broyage. Ce comportement peut être attribué à une relaxation partielle des contraintes internes dans cette phase. La structure cubique centrée (cc) de la phase α possède généralement une capacité différente d'accommodation des déformations par rapport à la structure cfc, ce qui peut limiter l'accumulation excessive des microcontraintes.

La stabilité relative des microcontraintes dans la phase α-Fe(Ni) peut également indiquer l'existence d'un équilibre entre les mécanismes de création et d'annihilation des défauts cristallins. Au cours du broyage prolongé, certains défauts peuvent se réorganiser ou se redistribuer à l'intérieur du réseau cristallin, entraînant une relaxation partielle des contraintes internes.

Ainsi, l'évolution des microcontraintes met en évidence la forte influence du broyage mécanique sur l'état microstructural de l'alliage Fe-Ni. L'augmentation des contraintes internes, combinée à la réduction de la taille des cristallites et à l'accumulation des défauts cristallins, confirme l'obtention d'une structure nanocristalline fortement déformée après broyage haute énergie. Ces transformations microstructurales jouent un rôle essentiel dans l'évolution des propriétés physiques et mécaniques du matériau élaboré.

Il est également pertinent de corréler l'évolution du taux de microcontraintes avec celle de la taille des cristallites observée précédemment. En effet, ces deux paramètres microstructuraux sont intimement liés et évoluent de manière interdépendante au cours du broyage mécanique. La diminution de la taille des cristallites s'accompagne généralement d'une augmentation de la densité de défauts cristallins, notamment les dislocations et les joints de grains, ce qui conduit naturellement à une élévation des microcontraintes internes.
Dans les premiers stades du broyage, la fragmentation rapide des grains entraîne une forte accumulation de contraintes élastiques localisées, car les nouveaux interfaces créés perturbent fortement l'ordre cristallin. À mesure que la taille des cristallites diminue vers le domaine nanométrique, la proportion de zones interfaciales devient de plus en plus importante, ce qui augmente la contribution des régions désordonnées au champ de déformation global. Ainsi, la réduction de la taille des cristallites favorise directement l'augmentation des microcontraintes mesurées par DRX.

Cependant, lorsque le système atteint un certain niveau de broyage prolongé, une compétition s'établit entre l'accumulation des contraintes et les phénomènes de relaxation structurale. Cette relaxation peut être liée à la réorganisation des défauts, à la recombinaison partielle des dislocations ou encore à des phénomènes locaux de soudure à froid, ce qui peut expliquer la stabilisation observée pour certaines phases comme α-Fe(Ni).

Par conséquent, l'évolution conjointe de la taille des cristallites et des microcontraintes met en évidence un mécanisme couplé typique du broyage mécanique haute énergie : plus les grains deviennent fins, plus le réseau cristallin est perturbé, jusqu'à atteindre un état fortement déformé où la structure est dominée par les interfaces et les défauts cristallins.

III.2.3. Proportions de phase

Grâce à la théorie de Rietveld, l'analyse des profils de diffraction permet d'obtenir une description à la fois qualitative et quantitative des proportions relatives des phases présentes dans le mélange de poudres $Fe_{60}Ni_{40}$ (mass. %). Cette approche est particulièrement efficace pour suivre l'évolution microstructurale des alliages élaborés par broyage mécanique, car elle tient compte de l'élargissement et du déplacement des pics de diffraction, liés aux variations de taille des cristallites et aux microcontraintes internes.

La figure (III.8) illustre l'évolution des fractions de phase dans l'alliage $Fe_{60}Ni_{40}$ en fonction du temps de broyage mécanique, telle que déterminée par l'affinement Rietveld. À l'état initial (0 h), la phase α-Fe(Ni) domine clairement le mélange, représentant environ 60 % de la fraction de phase, tandis que la phase γ-Ni(Fe) représente environ 40 %. Cette prédominance de la phase ferrique est confirmée par les diffractogrammes initiaux, où les pics correspondant à α-Fe sont nettement plus intenses que ceux de la phase γ, indiquant une structure initialement majoritairement ferritique.

Après 5 heures de broyage, les intensités des pics des deux phases deviennent presque équivalentes, reflétant un état d'équilibre relatif entre les fractions de α-Fe(Ni) et γ-Ni(Fe). Cette redistribution des phases s'explique par la diffusion atomique accélérée par les déformations plastiques sévères et les impacts mécaniques répétés. Les défauts cristallins accumulés (dislocations, lacunes et fautes d'empilement) agissent comme des « courts-circuits » pour la diffusion atomique, permettant au nickel de migrer progressivement dans la matrice ferrique et au fer de s'incorporer partiellement dans la phase γ, initiant la formation d'une solution solide γ-Ni(Fe) et une redistribution des fractions de phase.

À 10 heures de broyage, on observe une diminution marquée de la fraction de la phase γ-Ni(Fe), accompagnée d'une prédominance relative de la phase α-Fe(Ni). Ce comportement s'explique par plusieurs mécanismes conjugués. Premièrement, la phase γ-Ni(Fe) accumule

un taux élevé de microcontraintes, résultant des dislocations et des défauts générés lors du broyage mécanique. L'énergie élastique élevée associée à ces microcontraintes augmente l'énergie libre locale de la phase γ, la rendant thermodynamiquement moins stable. Par contraste, la phase α-Fe(Ni), de structure cubique centrée (BCC), présente une énergie libre plus faible et peut mieux absorber les contraintes internes, favorisant sa stabilisation.

Deuxièmement, le broyage mécanique induit la diffusion des atomes Ni et Fe entre les phases. La migration du fer vers la phase γ et la diffusion du nickel vers la phase α permettent une réorganisation atomique qui tend à minimiser l'énergie libre totale du système. Enfin, les phénomènes de soudage à froid et de coalescence des cristallites contribuent également à la stabilisation de la phase α, tandis que la phase γ, déjà fortement déformée et soumise à des microcontraintes élevées, voit sa fraction relative diminuer.

Cette évolution des fractions de phase est donc le résultat d'une interaction complexe entre déformations mécaniques, diffusion atomique et stabilité thermodynamique, où les microcontraintes jouent un rôle central en influençant la transformation partielle de la phase γ-Ni(Fe) vers α-Fe(Ni). Les observations DRX, combinées à l'analyse de la taille des cristallites et des microcontraintes, montrent que le broyage mécanique haute énergie favorise la formation d'une microstructure nanocristalline fortement déformée, avec une redistribution progressive des éléments Fe et Ni en fonction de la stabilité relative des phases et de la minimisation de l'énergie libre du système.

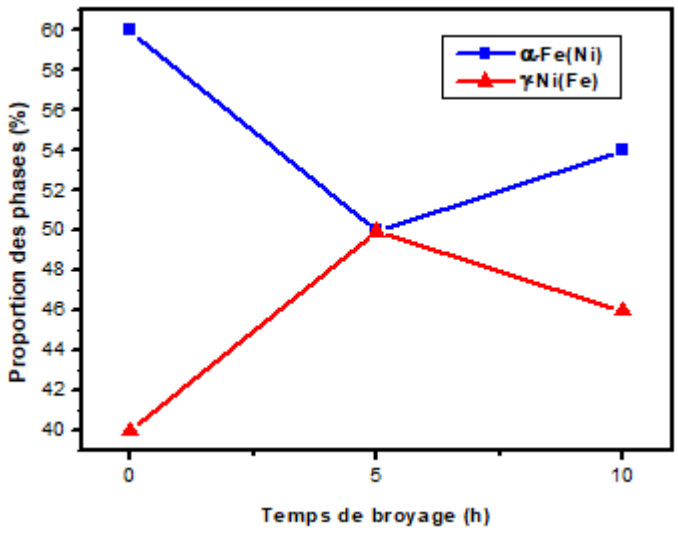


Figure III.8 **:** *L'évolution de la proportion des phases en fonction du temps de broyage.*

III.2.4. Probabilité de présence d'antiphases

La figure (III.9) présente l'évolution des probabilités de présence d'antiphase des structures α-Fe(Ni) et γ-Ni(Fe) en fonction du temps de broyage mécanique. Les antiphases correspondent à des défauts d'ordre atomique dans un réseau cristallin, où la position relative des atomes de différentes espèces dans la maille est inversée ou désordonnée par rapport à l'arrangement parfait. Ces défauts sont souvent associés à des dislocations, des lacunes ou des fautes d'empilement et représentent une mesure directe du désordre structurel dans les solutions solides ou les alliages ordonnés.

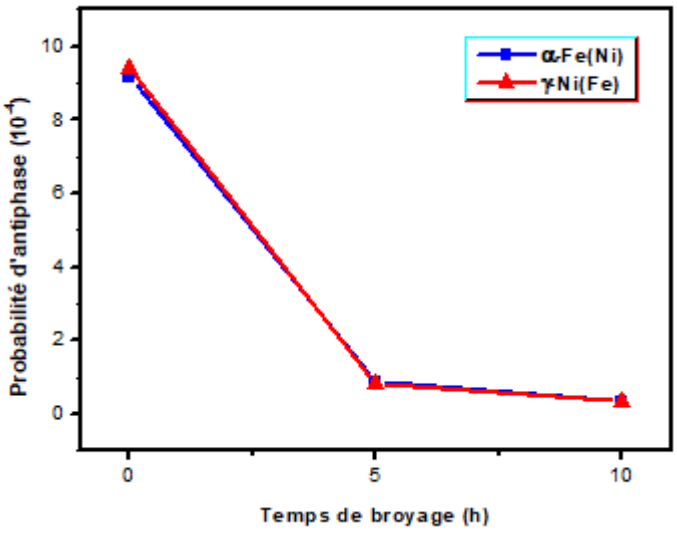


Figure (III.9) : *Variation des probabilités de présence d'antiphases en fonction du temps de broyage.*

Au début du broyage (0 h), la probabilité d'antiphase est similaire pour les deux phases, de l'ordre de $\sim 9\times10^{-4}$, ce qui indique que les deux réseaux cristallins contiennent déjà un certain niveau de désordre atomique intrinsèque. Au fur et à mesure que le broyage progresse, on observe une diminution rapide de ces probabilités, signe d'une relaxation initiale des défauts structuraux induits par les impacts et les déformations plastiques. Cette diminution suggère que les atomes peuvent se réorganiser localement pour réduire l'énergie interne du cristal, notamment grâce à la diffusion atomique facilitée par les défauts accumulés et par la fragmentation des cristallites.

Après 5 heures de broyage, la probabilité d'antiphase pour la phase α-Fe(Ni) est de 8.94×10^{-5} et celle de γ-Ni(Fe) de 8.31×10^{-5}. La légère différence entre les deux phases reflète la nature structurelle différente de BCC pour α-Fe(Ni) et FCC pour γ-Ni(Fe), la diffusion et la relaxation des défauts étant plus efficaces dans le réseau BCC plus compact. À 10 heures, ces

probabilités diminuent encore pour atteindre 3.5×10^{-5} pour α-Fe(Ni) et 3.64×10^{-5} pour γ-Ni(Fe), indiquant que les deux phases ont subi une réduction significative des défauts structuraux et que le matériau tend vers un état de moindre énergie interne.

Cette tendance à la diminution des probabilités d'antiphase est cohérente avec l'observation d'une réduction des dislocations et des désordres rapportés dans l'évolution de la microstructure et des fractions de phase. Elle reflète également le rôle clé de la diffusion atomique et de la réorganisation locale des cristallites dans le cadre du broyage mécanique haute énergie. En résumé, la mesure des probabilités d'antiphase permet de quantifier l'ampleur de la relaxation des défauts structuraux et confirme que le broyage prolongé favorise une réduction progressive du désordre atomique, contribuant à la stabilisation des phases α-Fe(Ni) et γ-Ni(Fe) dans l'alliage Fe-Ni.

III.3. Étude des propriétés mécaniques

III.3.1. Coefficient de Poisson et module de Young

À l'aide du logiciel MAUD, nous avons simulé le coefficient de Poisson des phases α-Fe(Ni) et γ-Ni(Fe) en nous appuyant sur les données obtenues par diffraction des rayons X, afin de mieux comprendre l'évolution des propriétés mécaniques de l'alliage $Fe_{60}Ni_{40}$ en fonction du temps de broyage. La figure (III.10) présente l'évolution de ce coefficient pour les deux phases.

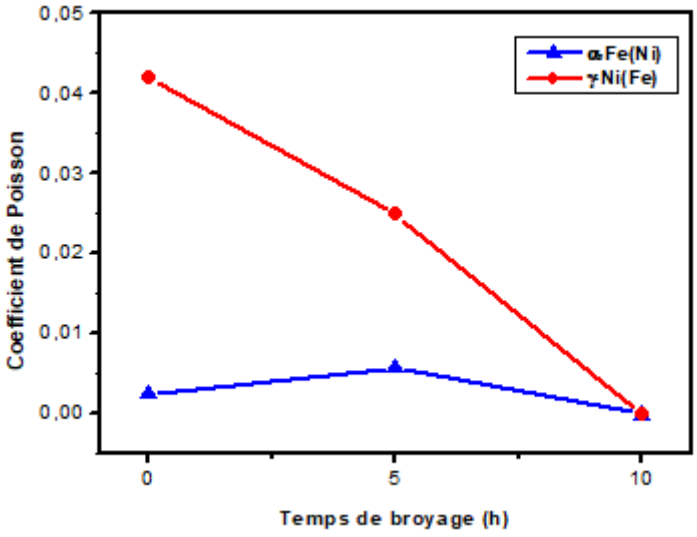


Figure (III.10) : *Évolution du coefficient de Poisson des phases α-Fe(Ni) et γ-Ni(Fe) en fonction du temps de broyage.*

Pour la phase γ-Ni(Fe), le coefficient de Poisson diminue significativement avec l'augmentation du temps de broyage, passant de 0,042 après 5 heures de broyage à une valeur très proche de zéro ($-1{,}29\times10^{-5}$) après 10 heures. Cette valeur négative extrêmement faible n'indique pas un comportement auxétique réel, mais reflète plutôt une quasi-nulle capacité de déformation latérale. Elle traduit une réduction marquée de la capacité de la phase γ à se déformer sous contrainte, ce qui correspond à une augmentation relative de sa rigidité. Ce comportement peut être directement relié à la microstructure induite par le broyage mécanique : la forte densité de défauts cristallins, la fragmentation des cristallites et l'accumulation de microcontraintes réduisent la mobilité atomique et la plasticité locale, renforçant la résistance élastique globale de la phase. En parallèle, la diminution de la taille des cristallites et l'accumulation de contraintes internes observées dans les diffractogrammes rigidifient la structure FCC, expliquant en partie cette variation du coefficient de Poisson.

La phase α-Fe(Ni) montre un comportement différent : une faible augmentation initiale du coefficient de Poisson est suivie d'une légère diminution au fur et à mesure du broyage, indiquant une stabilisation progressive de ses propriétés mécaniques. Cette tendance peut être expliquée par la nature BCC de la phase α, plus compacte et capable d'absorber efficacement les contraintes induites par le broyage. La légère diminution ultérieure reflète un équilibre entre la densification locale des cristallites et l'accumulation de microcontraintes, ce qui tend à stabiliser la rigidité de cette phase.

Les calculs effectués à partir des diffractogrammes révèlent que les valeurs moyennes du module d'élasticité de Young pour l'alliage $Fe_{60}Ni_{40}$ se situent autour de 200 GPa, ce qui le place dans la même gamme que de nombreux métaux industriels comme l'acier doux ou certaines nuances d'aluminium allié. Cette similitude suggère que cet alliage combine rigidité mécanique et résistance à la déformation, et pourrait donc convenir à des applications industrielles exigeant une forte résistance mécanique et une stabilité dimensionnelle sous contraintes.

La diminution du coefficient de Poisson de la phase γ-Ni(Fe) est étroitement corrélée à la réduction de sa fraction relative dans l'alliage observée au fur et à mesure du broyage. En effet, la perte progressive de Ni dans la phase γ-Ni(Fe) et son incorporation dans la matrice α-Fe(Ni) modifie la structure locale et la densité de défauts de la phase FCC. Cette redistribution atomique entraîne une augmentation de la rigidité du réseau FCC, car les

défauts et lacunes qui facilitaient initialement la déformation deviennent moins nombreux et sont partiellement transférés à la phase α, désormais plus ductile et capable de stabiliser les contraintes internes.

Ainsi, la diminution simultanée de la fraction de la phase γ-Ni(Fe) et de son coefficient de Poisson illustre un mécanisme de compensation thermodynamique et mécanique : la phase γ, moins stable et plus contrainte, devient plus rigide mais moins volumineuse, tandis que la phase α-Fe(Ni) accueille une partie des atomes de Ni, permettant au système de minimiser son énergie globale. Ce comportement démontre l'interdépendance entre la composition locale, la microstructure et les propriétés mécaniques, et montre que les transformations de phase induites par le broyage influencent directement la capacité de l'alliage à se déformer sous contraintes mécaniques.

III.4. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons étudié l'évolution structurale et mécanique de l'alliage $Fe_{60}Ni_{40}$ en fonction du temps de broyage mécanique haute énergie à l'aide de la diffraction des rayons X et de l'analyse Rietveld.

Les diffractogrammes DRX ont montré que le broyage induit un élargissement progressif des pics de diffraction, une diminution de leur intensité et des déplacements légers, traduisant à la fois une réduction de la taille des cristallites, l'introduction de microcontraintes et la création de défauts cristallins tels que les dislocations, lacunes et fautes d'empilement. L'affinement Rietveld a permis d'identifier les deux phases présentes, α-Fe(Ni) et γ-Ni(Fe), et de suivre l'évolution de leurs fractions de phase, paramètres de maille et probabilités d'antiphase au cours du broyage.

L'analyse des fractions de phase a révélé qu'au début du broyage, la phase α-Fe(Ni) domine, tandis que la phase γ-Ni(Fe) augmente progressivement pour atteindre un équilibre relatif autour de 5 heures. Au-delà, la fraction de γ-Ni(Fe) diminue au profit de la phase α-Fe(Ni), phénomène corrélé à une diffusion atomique accrue du Ni vers la matrice α, aux microcontraintes élevées et aux transformations thermodynamiques favorisant la stabilité de la phase BCC.

Les mesures de microcontraintes et les probabilités d'antiphase ont confirmé que le broyage induit une relaxation progressive des défauts structuraux, ainsi qu'un réarrangement atomique vers des configurations plus stables, tout en maintenant un niveau élevé de contraintes internes dans la phase γ. La diminution du coefficient de Poisson de la phase γ-Ni(Fe), quasi nulle à 10 heures, est cohérente avec l'augmentation de sa rigidité due à la réduction de sa fraction volumique et à la densification des défauts. Parallèlement, la phase α-Fe(Ni) montre une stabilisation progressive de ses propriétés mécaniques, absorbant partiellement les contraintes et le Ni diffusé.

Enfin, les modules d'élasticité de Young calculés (~200 GPa) confirment que l'alliage conserve une rigidité mécanique élevée, comparable à celle de nombreux métaux industriels, ce qui suggère un potentiel d'application pour des composants soumis à des contraintes mécaniques importantes.

En conclusion, le broyage mécanique haute énergie agit de manière synergique sur la microstructure et les propriétés mécaniques de l'alliage $Fe_{60}Ni_{40}$: il entraîne à la fois une fragmentation des cristallites, une redistribution des atomes entre les phases, une augmentation des contraintes internes et une modification des propriétés mécaniques locales. Ces résultats illustrent l'interdépendance entre composition, microstructure et comportement mécanique, et permettent de mieux comprendre les mécanismes fondamentaux qui régissent l'évolution des alliages Fe-Ni soumis à des traitements mécaniques intensifs.

Conclusion Générale

Cette étude a été réalisée au Laboratoire de Physico-Chimie des Matériaux (LPCM) de la Faculté des Sciences et de la Technologie de l'Université Chadli Bendjedid-Eltarf au sein de l'équipe 2 consacrée à l'étude des structures et magnétisme des poudres. Le présent mémoire a été consacré à l'étude structurale et mécanique de l'alliage $Fe_{60}Ni_{40}$ préparé par broyage mécanique haute énergie, dans le but de comprendre l'influence du temps de broyage sur sa microstructure, ses phases et ses propriétés mécaniques.

L'analyse par diffraction des rayons X, couplée à l'affinement Rietveld, a permis de suivre l'évolution des phases α-Fe(Ni) et γ-Ni(Fe) ainsi que leurs fractions relatives. Le broyage mécanique a entraîné une réduction significative de la taille des cristallites, l'augmentation des microcontraintes et la formation de défauts cristallins tels que dislocations, lacunes et fautes d'empilement. Ces transformations ont favorisé la diffusion atomique du Ni vers la phase α, conduisant à un réarrangement partiel des phases et à une redistribution des fractions volumétriques : la phase γ-Ni(Fe), initialement plus ductile, voit sa fraction diminuer tandis que la phase α-Fe(Ni) devient progressivement prédominante.

Les analyses des probabilités d'antiphase ont confirmé une relaxation progressive des défauts structuraux au cours du broyage, tandis que l'étude des paramètres de maille et du coefficient de Poisson a mis en évidence une augmentation de la rigidité de la phase γ-Ni(Fe) et une stabilisation mécanique de la phase α-Fe(Ni). Les modules d'élasticité de Young calculés (~200 GPa) confirment que l'alliage possède une rigidité élevée, comparable à celle des métaux industriels usuels, offrant ainsi une combinaison intéressante de résistance mécanique et de stabilité structurale.

Ces résultats montrent que le broyage mécanique haute énergie constitue un outil efficace pour contrôler la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages Fe-Ni, en permettant: la réduction de la taille des cristallites, la modification des fractions de phases, la manipulation des microcontraintes et des défauts cristallins et l'ajustement des propriétés élastiques locales.

Sur le plan applicatif, l'alliage $Fe_{60}Ni_{40}$ étudié pourrait être envisagé pour des composants structuraux soumis à des contraintes mécaniques élevées, des pièces nécessitant une stabilité dimensionnelle et résistance à la fatigue, des applications dans les aimants permanents ou les alliages à coefficient de dilatation contrôlé, compte tenu de la combinaison de phases BCC et FCC et de la distribution homogène des défauts.

En conclusion, ce travail a permis de montrer que la maîtrise du broyage mécanique constitue un levier efficace pour ajuster la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages Fe-Ni, ouvrant la voie à des applications industrielles variées où la rigidité, la stabilité et la résistance à la déformation sont des exigences clés. Les résultats obtenus posent également les bases pour des études futures, notamment sur le contrôle des propriétés magnétiques et de la ductilité à l'échelle nanométrique, par optimisation des paramètres de broyage et du traitement thermique postérieur.

Références

A

Ayachi Ahmed Abdelhakim, Thèse de doctorat, Université Constantine, Algérie, 2015.

B

Benjamin J. S. and Volin T. E., Metall. Trans., 5 1974 1929. 129. https://doi.org/10.1016/0079-6425(90)90003-R

Binary alloys Phase Diagrams, Vol.1, American Society for Metals, Metals Park, CA, (1996)

Boudinar N. Thèse de Doctorat Université Badji Mokhtar Annaba – Algérie, 2011.

C

Chuto, G., Chaumet-Riffaud, P Les nanoparticules. Medecine Nucleaire, 34(6) (2010) 370 Brinker. C. J and G. W. Scherrer «Sol-gel science: the physics and chemistry of sol-gel Processing» Academic press (1990)

D

Darozczi L., Beke D. L., Posgay G., Zhou G. F. and Bakker H., Nanostructured Materials,2, 515 (1993).

E

Enteghar S. « Élaboration d'un matériau Fe-Cr nanostructuré par mécanosynthèse : étude de la stabilité de la nanostructure » Master, Université Mouloud Mammer Tizi-Ouzou. Algérie, 2016.

Ealias, A. M., Saravanakumar, M. P. Mat. Scie. and Eng., 263 (2017) 3

F

Fecht. H. J., Nanostructured Mat., 1 (1992) 125. https://doi.org/10.1016/0965-9773(95)00027-5

G

Gaffet E., Bernard F., mechanically activated powder metallurgy processing: a versatile way towards nanomaterials synthesis, Ann. Chim. Sci. Mat., 2002, 27 (6), pp.4759. https://doi.org/10.1016/S0151-9107(02)90014-0

Gaffet, E. Les nanomateriaux Effets sur la santé de l'homme et sur l'environnement. May. (2006).

Gehrmann B., Magn. Magn J. Mater, 290–291 (2005) 1419-1422.

Gilman.P.S., Benjamin. J.S. A. Rev. Mater. Sci. 13(1983) 279. https://doi.org/10.1146/annurev.ms.13.080183.001431

Georges COUDERCHON, Alliages fer-nickel et fer-cobalt - Propriétés magnétiques. 10 juin 1994

Gravereau P. "Introduction à la pratique de la diffraction des rayons X par les poudres", ICMCB-CNRS, Université Bordeaux 1-France, 2012.

Goyal, R. K. (2018). Introduction to Nanomaterials and Nanotechnology. Nanomaterials and Nanocomposites, 1

H

Hadaoui, A., "Effets de taille et de concentration sur les propriétés thermique et rhéologiques des nanofluides", thèse de doctorat, Université d'Orléans, (2010)

Hansen, S. F., Larsen, B. H., Olsen, S. I., and Baun, A. (2007). Categorization framework to aidhazard identification of nanomaterials. Nanotoxicology, 243.

Herzerg (1997). In hand book of magnetic materials, ed. Buschow, K.H.J., vol. 10. Chap 3 p415. Elsevier Science. Amsterdam.

Hocine Mustapha, Thèse de Doctorat, Universite M'hamed Bougara- Boumerdes, Algérie, 2018. HoonLee Y., Clegg J.K., Lindoy L.F., Max Lu G.Q., ChulPark Y., Yang Kim.Acta.Cryst. E64 (2008) 67.

I

Ivanov. E., 1. Konstanchuk, Stepanov. A., Boldyrev.V. J. Less-Com. Met., vol 131 (1987) 25.

K

Kaloshkin, S.D. ; Tcherdyntsev, V.V. ; Tomilin, I.A. ; Baldokhin, Y.V. ; Shelekhov, E.V. Phase transformations in Fe–Ni system at mechanical alloying and consequent annealing of elemental powder mixtures. Phys. B Condens. Matter 2001, 299, 236–241.

Kauffman. L., Nesor. H., Metall. Trans. 5 (1974), 1623

Kingsley J. J., Patil K.C., Ceram. Trans. 12 (Ceramic Powder Science III), 189 (1990).

Koch, Nanostructured Materials, Processing, Properties and Applications, 2nded. William Andrew Publishing, Norwich, NY, USA, (2007).

Kolahalam, L. A., Kasi Viswanath, I. V., Diwakar, B. S., Govindh, B., Reddy, V., & Murthy,Y.L. N.. Proceedings (2019) 2182.

L

Lahde, A.; Gudmundsdottir, S.S.; Joutsensaari, J.; Tapper, U.; Ruusunen, J.; Ihalainen, M.; Karhunen, T.; Torvela, T.; Jokiniemi, J.; Jarvinen, K.; et al. Atmos. Environ., 70 (2013) 18.

Lutterotti L., MAUD CPD Newsletter (IUCr) 24, 2000.

M

Makino. A., Suzuki. K., Inoue. A., and Masumoto. T., Mater. Trans, JIM, 1991, 32, 551.

McHenry M.E., Villard M. A., Laughlin D. E., Prog. Mater. Sci. 44 (1999) 291-433.

Mechay A., Thèse de Doctorat, Université Paris-Nord-Paris XIII, France et L'universite de Sfax,Tunisie, 2014.

Mercier T. Matériaux nanostructurés industriels Impact de la maîtrise de la taille sur les propriétés, , Chimie, nanomatériaux, nanotechnologie., (2021) 52.

Myriam Azabou, Wael Ben Mbarek, Asma Wederni, Sumaya Almenia, Mohamed Khitouni and Joan-Josep Suñol, Mechanosynthesis of Nanocrystalline Biphasic Ni-Fe Alloy Powders by Mechanical Alloying and Their Structural and Thermal Characterization, Metals 2025, 15, 270. https://doi.org/10.3390/met15030270

Murr, L.E.; Guerrero, P.A. Atmos. Sci. Lett., 7 (2006) 93

N

Noebe .R.D., Bowman .R.R., Nathal .M.V., Int. Mat. Rev., 38 (4) (1993) 193.

Noel, E. Revue du Rhumatisme, 73 (2006). 1166

O

Oleszak D., Pekala M. and Zaleski A., “Structure and magnetic properties of nanocrystalline Fe-Ni alloys prepared by mechanical alloying”, Journal of Materials Science, Vol. 29, 1994, pp. 4493–4498.

Oleszak D., Shingu P.H., Mater. Sci. Eng. A 181–182 (1994) 1217-1221.

Oualid Messal. „“Caractérisation et modélisation du comportement thermomagnétique d“alliages FeNi pour le prototypage virtuel““. Énergie électrique. Université Claude Bernard - Lyon I, 2013.

Ovchinnikov V.V., « Mössbauer analysis of the atomic and magnetic structure of alloys », Cambridge International Science Publishing, 2006

P

Pekala M., Olezak D., E. Jartych, Zurawicz J. K., J. of Non Crystalline. Solids 250-252 (1999) 757-761.

R

Ricaud R., Witschger O., Les nanomatériaux: définitions, risques toxicologiques, caractérisation de l'exposition professionnelle et mesures de prévention, ED 6050, INRS (2012) 07.

Ricaud M.et Devel S., Nano2030 « Les nanomatériaux manufacturés à l’horizon 2030 » édition rapport Institut national de recherche et de sécurité (INRS) 2014. p 24-25.

Rietveld, H. M. Line Profiles of Neutron Powder-Diffraction Peaks for Structure Refinement. Acta Cryst. (1967), 22, 151–152. https://doi.org/10.1107/S0365110X67000234

Rietveld H. M. 1969 J. Appl. Cryst. 2 65. https://doi.org/10.1107/S0021889869006558

Rzyman.K., Moser. Z., Watson. R.E, Weinert.M., J. Phase Equilib., 19 (1998) 106

S

SAIDI Lokmane et DJAIDJA Seyid Ali Heythem, Etude des propriétés structurales et microstructurales des nanoparticules FeCoSi élaborés par broyage mécanique à haute énergie, Master, Université Mohamed Boudiaf M'sila, Algerie,2020.

Scherrer P., 1918. Nachr. Ges. Wiss. Gotinggen. 26 98-100. http://dx.doi. org/10.1590/sajs.2013/a0019

Suryanarayana C., *Mechanical Alloying and Milling*, Progress in Materials Science, Vol. 46, Issues 1–2, 2001, pp. 1–184.

Suryanarayana.C., Progr. Mater. Sci. 46 (2001) 1.https://doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00010-9

Straumal B., Protasova S. G., Mazilkin A. A., Rabkin E., Goll D., Schu¨ tz G., Baretzky B., Valiev R. Z. J. Mater Sci (2012) 47:360–367

T

Tjong, S. and H. Chen (2004). ‡ Nanocrystalline materials and coatings. ‡ Material Science and Engineering : R : Rereports 45(1) :1-88.

Tousignant M. Thèse de Doctorat Université du Québec A Trois-Rivières, Canada,2014.

W

Wang H, Wang J, Deng X, Sun H, Shi Z, Gu Z, Liu Y. and Zhao Y. J Nanosci Nanotechnol.4(8)(2004) 1019.

Weisman J., Levin L., Phys. Stat. Solidi (a) 60, 101(1980).

Wood R. A., P. D. Townsend, N. D. Skelland, D. E. Hole, J. Barton, and C. N. Afonso. J.Appl.Phys. 74 (1993) 5754.

Y

Yang D. B, Williams J., Goldstein I., Acta. 61, 2943-2956 (1997).

Yu .D. P, Sun .X. S, Lee. C. S, Bello .I, Sun.X. S, Tang Y. H, Zhou G. W, Bai Z. G, Zhang.Z,Feng, S.Q., Sol. State Com., 105 (1998) 403.