

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

CONTRIBUTION Á L'ÉTUDE DES PROPRIÉTÉS

MAGNÉTIQUES DE BORURE DE FER

Présenté par :

M. Kabouche Abdelkader

Dirigé par :

Prof. TEBIB Wassila

Jury de soutenance :

Dr. REDOUANI Locif	Président	M.C.A.	Université - El Tarf
Pr. TEBIB Wassila	Rapporteur	Prof.	Université -El Tarf
M ^{me} BOUKEFFA Saida	Co-Rapporteur	Doct.	Université -El Tarf
Dr. LAMROUS Douniazed	Examinatrice	M.C.B.	Université -El Tarf

Année Universitaire : 2021/2022

Remerciements

*Louange à ALLAH le tout puissant pour m'avoir donné la volonté, la santé et la persévérance de mener à terme ce travail de mémoire qui a été réalisé au laboratoire de Physico-chimie des matériaux (L.P.C.M.) de la Faculté des Sciences et de la Technologie de l'Université Chadli Bendjedid Eltarf sous la direction du Professeure **Tebib Wassila** que je tiens à remercier de m'avoir accueilli au sein de son équipe de recherche et confier le sujet de cette étude et de l'avoir dirigé. Je lui exprime toute ma reconnaissance pour la confiance qu'elle m'a accordée, ses conseils, son soutien et encouragements tout au long de ce travail. Merci à elle pour sa disponibilité et le temps qu'elle a investi pour mener à bien ce travail.*

*Je remercie aussi Madame **Boukeffa Saida**, Doctorante en physique au L.P.C.M. et Co-encadrant de ce travail pour la formation sur logiciel et sur machine son assistance continue et sa patience toute au long des discussions intéressantes que nous avons abordés. Je la remercie infiniment pour son aide fructueuse.*

*Mes profonds remerciements vont à Monsieur **Redouani Locif**, Maitre de Conférence-A- de l'Université Chadli Bendjedid Eltarf, pour l'honneur qu'il me fait en acceptant de présider le jury.*


*J'adresse aussi mes remerciements à Madame **Lamrous Douniazed**, Maitre de Conférence-B- de l'Université Chadli Bendjedid Eltarf, pour avoir accepté d'examiner ce modeste travail.*

Finalement, ma reconnaissance va à mon épouse et mes enfants qui m'ont toujours encouragés et soutenus moralement durant mes études de master.

M. Kabouche Abdelkader


Dédicace


Je voudrais dédier ce modeste travail,


 *À ma très chère Femme.*


 *À mon fils Mohamed-Chouaib.*

 *À mes adorables filles : Lina et Ghozlane.*

 *À mes très chers parents.*

 *À mes chers frères et sœurs.*

 *À mes chers Amis.*

 *Et à tous ceux qui me sont chers qui
nous ont aidés de loin et de près.*

Abdelkader

Sommaire

LISTE DES FIGURES	01
LISTE DES SYMBOLES	03
INTRODCUTION GENERALE	04
CONTEXTUALISATION	06
I. Introduction	06
II. Mise en contexte métallurgique	06
III. Elément de la problématique	06
IV. Solutions commerciales	06
CHAPITRE 1 : ÉTAT DE L'ART	07
I. Propriétés de poudres étudiées	07
I.1. Propriétés structurales et microstructurales	08
I.1.1. Structure des phases α-Fe et $Fe_{1,8}B_{0,2}$	09
I.2. Propriétés mécaniques	09
I.3. Origine de la déformation structurale	10
I.3.1. Effet de taille et du champ de microcontraintes	11
II. La théorie électromagnétique	12
II.1. Concepts de base de l'électromagnétisme	13
II.1.1. Parois et domaine	13
II.1.2. Structure des domaines magnétiques dans la matière	14
II.1.3. Epaisseur d'une paroi de Bloch	14
II.1.4. Grandeurs et formulation magnétiques	15
II.1.5. Méthode des éléments finis	17
II.1.6. Phénoménologie du magnétisme dans la matière	18
II.1.6.1. Le ferromagnétisme	18
II.2. Généralité sur les courbes d'hystérésis	18
II.2.1. Effet des domaines magnétiques sur la courbe d'hystérésis	21
II.2.2. Dépendance en fréquence de la courbe d'hystérésis	22
II.2.3. Influence de l'amplitude du champ d'induction magnétique sur les pertes ...	23
II.2.4. Perméabilité magnétique	24

III. Propriétés magnétiques des borures dans la littérature.....	26
IV. Applications possibles.....	28
V. Conclusion.....	30

CHAPITRE 2 : MÉTHODES **31**

I. Elaboration des échantillons	31
I.1. Poudres d'apport	32
II. Technique de caractérisation.....	33
II.1. Mesures magnétiques	34
II. 1.1. But de la manipulation.....	34
II.1.2. Phénoménologie.....	35
II.1.3. Appareillage utilisé.....	35
II.1.4. Principe de fonctionnement.....	37
II.1.5. Montage expérimental	38
II.1.6. Conditions de mesure.....	39
III. Paramètres mesurés.....	40
IV. Paramètres calculés.....	41
IV.1. Constante d'anisotropie	41
IV.2. La perméabilité initiale	42
V. Conclusion.....	43

CHAPITRE 3 : RÉSULTATS ET DISCUSSIONS **44**

I. Cycles d'hystérésis.....	44
II. Paramètres mesurés in situ.....	47
II.1. Le champs Coercitif.....	47
II.1.1 Effet de la taille des cristallites sur la coercivité.....	48
II.1.2. Effet du Champ de microcontraintes sur la coercivité.....	50
II.1.3. Effet de la densité de dislocations sur la coercivité.....	51
II.2. Les aimantations.....	52
II.2.1. L'aimantation à saturation.....	52
II.2.2. L'aimantation rémanente.....	54
II.2.3. L'aimantation rémanente réduite	56
II.3. Le champ de nucléation	57

II.4. L'énergie de perte d'hystérésis	59
II.5. La perméabilité magnétique.....	62
III. Paramètres calculés.....	63
III.1. L'anisotropie magnétique.	63
III.2. La perméabilité initiale.....	64
IV. Conclusion.....	65
CONCLUSION GÉNÉRALE	66
PRODUCTION SCIENTIFIQUE	67
PERSPECTIVES	69
BIBLIOGRAPHIE	70
WEBOGRAPHIE	77

Liste des Figures

Figure	Titre	Page
Figure (1.1)	Évolution des diffractogrammes de rayons X du mélange $Fe_{80}B_{20}$ (mass. %) en fonction du temps de broyage : $Fe_{1.8}B_{0.2}$ ★ α -Fe ●	09
Figure (1.2)	Schéma de déformation de bandes de glissements.	10
Figure (1.3)	Variation du taux de microcontraintes selon le type de structure en fonction du temps de broyage.	12
Figure (1.4)	Division d'un échantillon en domaines magnétiques.	13
Figure (1.5)	Effet d'une inclusion sur la structure locale des domaines magnétiques.	14
Figure (1.6)	Cas d'une paroi à 180° séparant deux domaines dont les polarisations sont antiparallèles dans un matériau à structure cubique simple.	15
Figure (1.7)	Variation à travers une paroi de Bloch, de l'angle θ à des moments magnétiques par rapport à une direction d'aimantation facile	15
Figure (1.8)	Organisation des moments d'un matériau ferromagnétique sous l'influence d'un champ magnétique.	18
Figure (1.9)	Courbe de première aimantation(OA) et le cycle d'hystérésis (ABCDEF) d'un matériau ferromagnétique.	19
Figure (1.10)	Orientation des moments magnétiques entre deux domaines de Weiss à travers une paroi de Bloch.	21
Figure (1.11)	Cycle d'hystérésis statique à : (a) 0.1 Hz, (b) 50 Hz.	23
Figure (1.12)	Cycle d'hystérésis à : (a) 50 Hz et (b) 1500 Hz.	24
Figure (1.13)	Évolution des pertes fer spécifiques en fonction de B : (a) 50 Hz et 500 Hz (b) 1000 Hz et 1500 Hz	24
Figure (1.14)	Comparaison simplifiée des perméabilités : de matériau Ferromagnétique (μ_f) et du vide (μ_0).	25
Figure (1.15)	Perméabilité magnétique relative d'un matériau de type ferromagnétique ($\mu_r \gg 1$).	25
Figure (1.16)	Exemple d'actionneurs électromagnétiques basés sur la déformation d'un matériau.	30
Figure (2.1)	Approche d'élaboration par voie descendante « Top down ».	32
Figure (2.2)	(a) Broyeur planétaire Retsch PM400. (b) Présentation schématique du mouvement du plateau et des jarres.	32
Figure (2.3)	Schéma de principe du broyeur Retsch PM400 (a) Disposition globale du disque planétaire ;(b) Coupe horizontale d'une jarre.	33
Figure (2.4)	Schéma du magnétomètre à échantillon vibrant Microsense EZ7. (a)Tige ; (b) Système de refroidissement; (c) électro-aimant ; (d) Appareils vibrants ; (e) Alimentation des puissances magnétisantes et Interface.	36

Liste des Figures

Figure	Titre	Page
Figure (2.5)	Schéma de principe de fonctionnement d'un magnétomètre à échantillon vibrant (VSM).	38
Figure (2.6)	(a) Détails des électroaimants d'un magnétomètre à échantillon vibrant (VSM), (b) Tige et porte échantillon.	39
Figure (2.7)	(a) Courbe de 1 ^{ère} Aimantation d'un matériau ferromagnétique (b) Variation de la perméabilité en fonction de l'amplitude du champ H	42
Figure (3.1)	Cycles d'hystérésis et agrandissements de la partie centrale des composés Fe ₈₀ B ₂₀ (%mass.) à 300 K et à différents temps de broyage : (a) : 1 h ; (b) : 2 h ; (c) : 3 h ; (d) : 4 h.	45
Figure (3.2)	Superposition des courbes d'hystérésis à différents temps de broyage.	47
Figure (3.3)	Variation de la coercivité, H _c , en fonction du temps de broyage.	48
Figure (3.4)	Évolution de la coercivité parallèlement avec la proportion du borure formé en fonction du temps de broyage.	49
Figure (3.5)	Évolution du champ coercitif, H _C , en fonction de la taille des cristallites, <L>.	50
Figure (3.6)	Évolution du champ coercitif en fonction du taux de microcontraintes, <σ ² > ^{1/2} .	51
Figure (3.7)	Évolution du champ coercitif, H _C , parallèlement avec la densité de dislocation, ρ, en fonction du temps de broyage.	52
Figure (3.8)	Évolution de l'aimantation à saturation en fonction du temps de broyage.	53
Figure (3.9)	Évolution de l'aimantation rémanente en fonction du temps de broyage.	55
Figure (3.10)	Évolution de l'aimantation rémanente réduite en fonction du temps de broyage.	56
Figure (3.11)	Évolution du champ de nucléation, H _n , en fonction du temps de broyage.	58
Figure (3.12)	Évolution du champ de nucléation parallèlement avec la densité de dislocation, ρ, en fonction du temps de broyage.	59
Figure (3.13)	Évolution de l'énergie de perte d'hystérésis en fonction du temps de broyage.	60
Figure (3.14)	Évolution de l'énergie de perte d'hystérésis parallèlement avec la densité de dislocation, ρ, en fonction du temps de broyage.	61
Figure (3.15)	Évolution de la perméabilité magnétique maximale μ _{max} en fonction du temps de broyage.	62
Figure (3.16)	Évolution de la constante d'anisotropie magnétique, K, en fonction du temps de broyage.	63
Figure (3.17)	Évolution de la perméabilité initiale μ _i en fonction du temps de broyage.	64

Liste des Symboles

$\langle L \rangle$: Taille moyenne des grains.
$\langle \sigma^2 \rangle^{1/2}$: Taux de microcontraintes.
δ	: Epaisseur d'une paroi de Bloch.
J	: Energie intégrale d'échange.
S	: Nombre quantique de spin valent.
W_{an}	: Energie d'anisotropie.
a	: Paramètre cristallin.
E	: Champ électrique.
B	: Induction magnétique.
H	: Champ magnétique appliqué.
J	: Densité de courant.
ρ	: Densité de charge volumique.
μ	: Perméabilité pour un milieu magnétique.
μ_0	: Perméabilité du vide.
μ_r	: Perméabilité relative.
B_r	: Champ d'induction rémanente.
Σ	: Conductivité électrique.
D	: taille des grains.
J_s	: Densité du courant imposée.
J_{in}	: Densité du courant induit.
V_d	: Vitesse d'une particule.
ϵ_0	: Permittivité de l'air.
ϵ_r	: Permittivité relative.
\hat{A}	: Amplitude de l'induction magnétique B .
f	: Fréquence du signal.
t	: Temps.
T	: Période.
χ_m	: Susceptibilité magnétique.
φ	: Flux magnétique.
H_c	: Champ coercitif.
H_n	: Champ de nucléation.
M_s	: Aimantation à saturation.
M_r	: Aimantation rémanente.
μ_{max}	: Perméabilité maximale.
E_A	: Energie d'anisotropie.
α_i	: Coefficient directeur.
K_1, K_2	: Constante d'anisotropie.
μ_i	: Perméabilité initiale.

Introduction Générale

Au cours de ces dernières années le challenge de la communauté scientifique est d'aboutir à l'innovation de nouveaux alliages ayant des propriétés intéressantes à partir de différentes techniques d'élaboration et surtout à moindre coût. Le procédé de boruration par exemple, offre des perspectives particulièrement intéressante notamment en terme de développement des propriétés (mécaniques, électriques et magnétiques) susceptibles d'en faire de nouveaux matériaux originaux largement utilisés dans des champs d'applications élargis dans pratiquement tous les secteurs industriels. Il consiste en un traitement thermochimique appliqué pour différents types d'alliages et se base sur la diffusion du bore dans la matière formant une solution solide d'insertion traduit par un ajout volontaire du bore avec des éléments métalliques d'électronégativité plus faible. De ce fait, il en résulte un revêtement de bore développé sur des aciers ou autre, formant ainsi des couches de borures de fer très dures.

Par ailleurs, les borures de fer suscitent une grande attention en raison de leurs excellentes performances physiques et chimiques dans les domaines de la métallurgie des poudres, des matériaux magnétiques, des catalyseurs, des batteries métal-air, en pétrochimie (raffineries de pétrole et de gaz, l'extraction chimique), l'automobile, l'estampage, l'extrusion textile et le moulage par injection (Azaza, 2009). C'est le cas du monoborure de fer FeB, employé comme catalyseur de déshydrogénation efficace accélérant la dissociation de l'hydrogène borohydrures. Prémuni d'excellentes propriétés électrochimiques ce dernier est utilisé comme anode dans une batterie secondaire métal/métalloïde-air ou alcaline ⁽¹⁾.

Toutefois, plusieurs expériences basées sur l'électrochimie mettent en évidence le procédé de boruration dont l'une d'elle fut établi par Miyashita 1996 en utilisant un dépôt de bore sur du fer ou des aciers introduit par la suite dans des plasmas à basse température pour obtenir des dépôts d'épaisseurs variable de 1 à 20 μm dont la composition (MoB, FeB, Fe₂B, Cr₂B, ...) est extrêmement dur (Tsipas et al. , 1998). Les propriétés mécaniques des borures de fer ont été étudiées par Taktar (Taktar, 2006), en impliquant un bain de sel de bore à l'aide de borax, d'acide borique et de ferro-silicium, à une température comprise entre 800 et 950°C. Les revêtements obtenus sont constitués de deux couches d'alliages de FeB et Fe₂B contenant

les composés Ni_3B et CrB ⁽²⁾. D'autre part, des poudres nanométriques de FeB et Fe_2B pures dotées d'un comportement magnétique doux, ont été synthétisées par une méthode de sel fondu avec du Fe élémentaire et les poudres de B amorphe comme matière première à $1000^\circ C$ (Ya'nan Wei et al., 2017).

L'objectif assigné à ce travail est d'étudier les propriétés magnétiques du borure de fer $Fe_{80}B_{20}$ (%mass.), obtenu par une technique peu coûteuse issue de la métallurgie des poudres à savoir le broyage mécanique haute énergie (Mezni, 2020), à travers des mesures empiriques obtenues par un magnétomètre à échantillon vibrant. Le comportement des propriétés d'aimantation, l'effet de la microstructure et des microcontraintes seront évoqués avec des résultats de mesures magnétiques in situ à partir de boucles d'hystérésis.

Le manuscrit de ce mémoire est structuré principalement en une introduction générale et une contextualisation de l'étude suivi de trois chapitres, une conclusion générale, une bibliographie et une webographie. Nous présentons dans le premier chapitre les propriétés structurales, microstructurales et mécaniques des poudres de borure de fer $Fe_{80}B_{20}$ (%mass.), suivi de la théorie électromagnétique et des propriétés magnétiques des borures de fer dans la littérature ainsi que les applications possibles. Le second chapitre est dédié à la partie expérimentale qui décrit les techniques d'élaboration et de caractérisation des échantillons de poudres, l'appareillage utilisé, les conditions de mesures et les paramètres mesurés. Le troisième chapitre sera consacré essentiellement à la discussion des divers résultats obtenus via différents paramètres magnétiques mesurés et calculés en corrélation avec l'étude structurale et microstructurale précédemment réalisée (Mezni, 2020).

Contextualisation

I. Introduction

Nous nous penchons grâce à cette étude en vue d'une application en particulier des propriétés magnétiques : le chauffage électromagnétique. Plus précisément, ce qui a motivé cette recherche est l'application de notre produit lors de la boruration des surfaces d'acier corrosifs qui confère aux aciers une dureté superficielle élevée et conservée à haute température comme c'est le cas dans les moteurs de l'industrie aéronautique et dans les piles à combustibles ainsi que dans l'industrie automobile pour les pièces à usure mécanique. Les applications typiques sont les robinets-vannes dans l'industrie chimique, vis, têtes de spin, outils de soufflage dans l'industrie du verre, vannes rotatives de dosage et plaques d'usure.

II. Mise en contexte métallurgique

La boruration est appliquée à la majorité des matériaux ferreux ainsi qu'aux alliages à base de nickel, de cobalt et de molybdène. Les alliages à base de nickel peuvent être borurés sans affecter leurs résistances à la corrosion, tout en ayant une surface extrêmement dure et résistante à l'usure. La boruration est une méthode thermo-chimique de durcissement de surface qui peut être réalisée par différents procédés à des températures élevées soit par voie solide en utilisant une pâte ou une poudre compressée dans un four, par voie liquide dans du borax fondu ou par voie gazeuse à basse pression.

III. Élément de la problématique

La boruration se fait dans des fours à haute température et nécessite un traitement thermique qui vise à former une couche de borure homogène en surface. Pour obtenir une telle transformation, l'acier est chauffé au-delà d'une température critique où la phase ferritique se transforme en austénite. Celle-ci est habituellement au-dessus de 750 °C, mais elle dépend de plusieurs paramètres. Puis, l'acier est refroidi rapidement pour former une structure martensitique. Ce procédé permet d'adopter les propriétés de la martensite notamment la dureté, mais aussi la fragilité. D'autre part les spécialistes font un revenu après la trempe pour réduire la fragilité de ce type de matériau.

IV. Solutions commerciales

Il y a un grand intérêt à restreindre la transformation à la surface lors de la boruration. En jouant sur l'épaisseur de la couche réalisée par pulvérisation de poudre de borure de fer, avec un traitement thermique superficiel qui peut être obtenu par chauffage par induction avec un champ alternatif, ce qui induit des courants de Foucault dans la pièce borurée qui se traduit en chaleur. On obtient une chauffe essentiellement en surface, dont la distribution en profondeur est contrôlable avec la fréquence alternative d'excitation. De nombreux essais en laboratoire sont nécessaires, mais une meilleure connaissance des propriétés magnétiques des poudres de borures à pulvériser sur des surfaces sous induction alternatif permet de réduire le temps de développement de cette nouvelle technique de chauffe pour la boruration.

Chapitre I

ÉTAT DE L'ART

.....

Ce chapitre est consacré aux généralités sur les propriétés des poudres étudiées, la théorie électromagnétique, les propriétés magnétiques des borures dans la littérature ainsi que leurs applications.

I. Propriétés des poudres étudiées

L'amélioration de la production des composants métallique ou de produits de bonne qualité nécessite un choix de poudres métalliques d'entrée aux convenances connues et fiables. En effet, celles-ci peuvent inclure des propriétés physique, chimique, morphologique et microstructurales qui doivent être mesurées à l'aide des techniques analytiques congruent. L'appréhension de ces caractéristiques physico-chimiques des poudres est en effet constitutive pour authentifier la qualité du produit fini et une productivité plus élevée. Ainsi, en raison de leur excellente performance en matière de divers propriétés, les poudres de borure de fer qui font référence à de multiples solides cristallins de formule Fe_xB_y (Hadad, 2011), sont exploitées dans une large gamme d'imputation telle que les revêtements, les pigments de teinture, les dispositifs pyrométriques et les batteries (Graniel et al., 2016). Leur appartenance à une grande famille d'alliages de composées métalliques (métal-métalloïde, métal-métal, alliages de terres rares, etc.) ont fait que les poudres de borure de fer, $Fe_{80}B_{20}$ (%mass.), présentent des atouts qui permettent d'envisager des applications industrielles: d'excellentes propriétés mécaniques (grande dureté), une résistance élevée à l'abrasion, résistance à la corrosion chimique et à l'oxydation (Qianke et al, 2016).

D'autre part, la poudre est définie comme un ensemble de particules dont les dimensions sont habituellement inférieures à 1mm, elle contribue d'une manière percutante dans la croissance rapide des deux domaines important telle que la métallurgie des poudres et la fabrication additifs (Hadad, 2011). Cependant, il est évident durant la préparation des poudres que le phénomène de collision entre les outils de broyage et les éléments broyés est très intense, la structure des particules est raffinée ou soudée selon le type de poudre et les conditions initiales de broyage.

Par conséquent, les espacements inter couches varient ainsi que le nombre des couches dans une particule (Loudjani et al., 2016). La combinaison idéale des matériaux conseillée, dans un broyage mécanique, est d'avoir au moins 15% d'un composant malléable pour réaliser un alliage (Benjamin, 1970). Sachant qu'au début du broyage, la forme des particules de poudres ductile est aplatie, ceci suivant les modes opératoires décrit par le processus de forgeage à l'échelle micronique formant des plaquettes, une structure lamellaire sera établie que lorsque l'ensemble des particules de poudres assure une cohésion parfaite entre elles. Avec l'augmentation du temps de broyage, l'alliage se forme à l'échelle atomique grâce à l'augmentation de la diffusivité (Suryanarayana, 2004).

Les mélanges de poudre étudiées est du type « ductile – fragile », deux phénomènes surviennent au début du broyage, le laminage du composé ductile et la fragmentation pour le plus fragile. En prolongeant le broyage le composé fragile est incorporé entre les lamelles du composé ductile. Le mélange est ensuite uniformisé par fragmentation qui assurera une distribution du composé fragile dans la matrice ductile (Koch et al., 1983 ; Yermakov et al., 1981). Une activation thermique par broyage mécanique haute énergie d'un mélange de poudres fragiles, accompagnée par une diminution de la taille des particules, est possible lorsque la poudre moins fragile se comporte comme un matériau ductile (Suryanarayana, 2001 ; Makhlouf et al., 2016).

I.1. Propriétés structurales et microstructurales

L'opération du broyage mécanique d'un alliage cristallin aboutit généralement à des particules dont la taille est de l'ordre de quelques nanomètres qui se reflètent sur les pics de diffraction de rayon X détecté à l'aide d'un diffractomètre. Les propriétés structurales et microstructurale de nos poudres ont été réalisées auparavant (Mezni, 2020) lors de l'étude de l'évolution structurale de l'alliage $Fe_{80}B_{20}$ (%mass.) en fonction du temps de broyage par diffraction des rayons X réaliser grâce un diffractomètre type *Brucker D8* dont les résultats sont traduits par une superposition des spectres de diffraction des poudres broyées durant 1, 2, 3 et 4 h est représentée sur la figure (1.1). Selon cette étude, en utilisant la méthode d'affinement des diffractogrammes de rayons X, le meilleure modèle d'affinement appliqué est une composante magnétique majoritaire de borure type $Fe_{1.8}B_{0.2}$ obtenu après 4 h de broyage avec un pourcentage égal à 90% en présence d'un résidu de 10 % de la ferrite, $\alpha-Fe$ (Mezni, 2020).

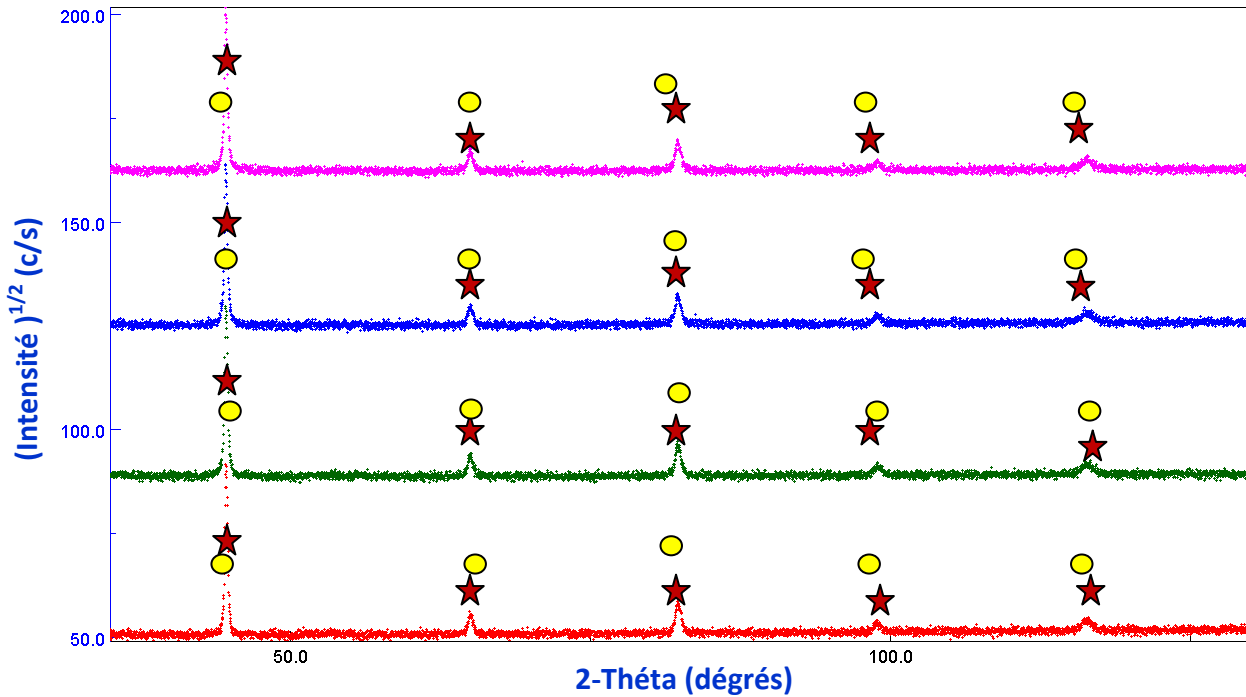


Figure (1.1) : Évolution des diffractogrammes de rayons X du mélange $Fe_{80}B_{20}$ (%mass.) en fonction du temps de broyage : $Fe_{1.8}B_{0.2}$ ★ ; α -Fe ● (Mezni, 2020).

I.1.1. Structure des phases α -Fe et $Fe_{1.8}B_{0.2}$

A la température de 914 °C le composé chimique fer est stable, doué d'une structure cubique centrée définie dans le groupe d'espace Im-3m. Il est présent également dans le cas du fer pur entre 1391 °C et 1 536 °C. La maille élémentaire est composée de deux atomes de fer, ces derniers occupent le centre et sommet de la maille avec un paramètre de la structure du fer alpha $a = 0,28664$ nm à 25 °C. Un empilement cubique centré renferme plusieurs sites interstitiels dont douze sites tétraédriques et trois sites octaédriques par maille. La phase $Fe_{1.8}B_{0.2}$ à la même structure et symétrie du fer alpha mais avec un $a_0=0.286$ nm et un taux d'occupation atomique différent : 0.91 pour le l'atome de fer et 0.09 pour l'atome de bore. Il est nécessaire de signaler que le fer α est de type ferromagnétique. Au-delà de 769 °C (point de Curie), il devient paramagnétique. Les caractéristiques magnétiques sont fortement influencées par la pureté du métal et sa structure ; les courbes d'aimantation varient avec la composition des éléments alliés au fer pur (Saal et al., 2013 ; Kirklin et al., 2015).

I.2 Propriétés mécaniques

Une propriété mécanique est une propriété caractéristique d'un matériau qui décrit son comportement lorsqu'il est soumis à une ou plusieurs contraintes mécanique, parmi ses propriétés on a : module de *Young*, coefficient de *Poisson* et l'énergie stockée.

La constante E représente le module d'élasticité (longitudinale) ou module traction qui relie la contrainte de traction et le début de la déformation d'un matériau isotrope. Ces propriétés sont alors inéluctables pour définir complètement le comportement élastique de notre alliage. Néanmoins, l'alliage étudié $Fe_{80}B_{20}$ (%mass.) en fonction du temps de broyage est caractérisé par un module de constante E égal 200 GPa pour le α -Fe et diminue avec le temps de broyage jusqu'à 195.5 GPa pour la phase majoritaire $Fe_{1.8}B_{0.2}$ (Mezni, 2020). Ces variations sont soumises à l'instabilité des phases étudiées, le taux de déformation élevée et aux réactions à l'état solide continues.

Parallèlement, le coefficient de Poisson est obtenu, montre une croissance durable dans le cas de la ferrite α -Fe avec une timide stabilité au début du broyage. Une valeur maximale de 10.5 est notée après 4 h de broyage. Les valeurs de ce coefficient pour le borure type $Fe_{1.8}B_{0.2}$ sont très faible comparé à ceux du fer alpha et presque nul au dernier stade du broyage (Mezni, 2020). Ces variations sont tributaires à l'aptitude de cet alliage, à la déformation et la variation du taux de déformation.

I.3. Origine de la déformation structurale

Il est bien connu que le processus de broyage de poudre d'un alliage permet à travers des chocs mécaniques progressifs créés de créer à l'intérieure des poudres métalliques résultant des déformations plastiques sévères. Il s'ensuit un réarrangement de la position relative des atomes. Elles se manifestent, Fig. (1.2), par le glissement des dislocations, avec création de marches ou bandes de glissement en surface ⁽³⁾.

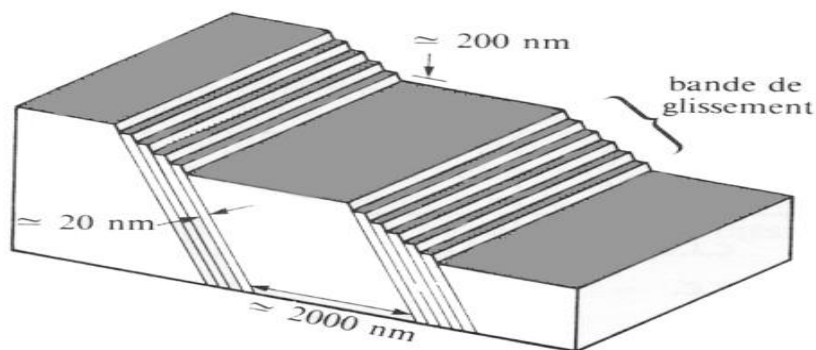


Figure (1.2) : Schéma de déformation de bandes de glissements ⁽⁴⁾.

A première vue, la déformation plastique des métaux apparaît donc soit comme résultant de glissements irréversibles de certains plans cristallographiques les uns par rapport

aux autres, ou comme maclage qui représente un mode de déformation structurelle qui s'accompagne d'une modification cristalline en volume. Il peut se décrire aussi comme un cisaillement homogène d'une partie du cristal située entre deux plans d'accolement ou plans de macles. La partie maclée est globalement basculée et amenée dans une position symétrique de celle de la matrice par rapport à un plan de macle qui joue le rôle de plan miroir (Zidani, 2020).

Les principaux facteurs qui influent sur le type de déformation plastique, par glissement ou par maclage, sont l'énergie de faute d'empilement (SFE : Stacking Fault Energy), la température, la taille des grains et le taux de microcontrainte (Zidani, 2020). Par ailleurs, l'analyse des représentations des pics de diffraction des rayons X attribués à l'évolution structurale de l'alliage $Fe_{80}B_{20}$ (%mass.) permet de caractériser les imperfections structurales et microstructurales induites par le processus de broyage. En effet, il existe deux catégories d'imperfections structurales ou effet aptes de modifier de façon marquante le profil du pic de diffraction : l'effet de taille et l'effet de microcontrainte (distorsion) (Mezni, 2020).

L'élargissement des raies est dû à un effet de taille finie des domaines de diffraction cohérente à l'intérieur des particules. D'autre part, l'effet de microcontrainte a plusieurs origines: la présence de défauts cristallins (dislocations, lacunes, fautes d'empilement, etc.), dilatations ou contractions thermiques, etc. Ainsi, leur présence se traduit, quelle que soit son origine, par une distribution des distances réticulaires autour de la distance moyenne entraînant un élargissement des pics de diffraction. En général, les effets de taille et de microdéformations provoquent un élargissement symétrique (Goran, 2018).

I.3.1. Effet de taille et du champ de microcontraintes

La taille des grains moyenne de nos échantillons, $\langle L \rangle$, obtenue suite à l'étude de diffraction des rayons X précédente montre qu'elle augmente de 112 à 163 nm avec une brusque diminution à 3 h de broyage jusqu'à une valeur de 124 nm du à l'augmentation du phénomène de fracture. Ce dernier paramètre suit la variation de la taille des grains (Mezni, 2020). Le taux de microcontrainte est plus élevé dans la structure ductile du fer et un peu plus faible dans le borure formé, Fig. (1.3). Ce parallélisme est rarement obtenu car en général les études compare la taille des grains qui diminue avec l'augmentation du taux de microcontraintes et ne mettent pas en évidence l'effet de la structure.

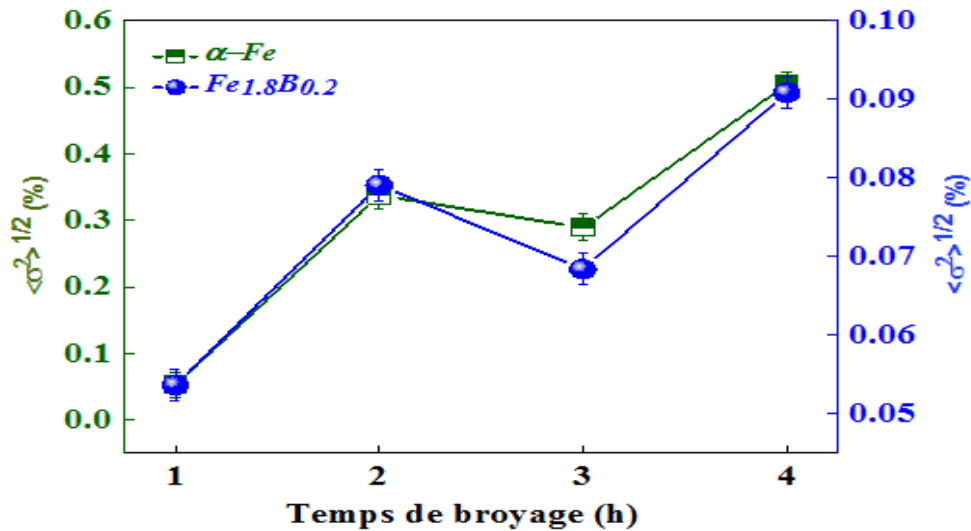


Figure (1.3) : Variation du taux de microcontraintes selon le type de structure en fonction du temps de broyage (Mezni, 2020).

II. La théorie électromagnétique

Les propriétés électriques et magnétiques ont tout d'abord été évoquées indépendamment par de nombreux physiciens, dont les principaux sont: *Franklin* (1700-1790), *Coulomb* (1736-1806), *Osted* (1775-1851), *Ampère* (1775-1836), *Gauss* (1777-1855) et *Faraday* (1791-1867). Par ailleurs, C'est grâce à *Maxwell* que l'on compte l'énonciation la plus exhaustive des relations liant entre les grandeurs électriques et magnétiques par une combinaison de quatre équations fondamentales. Les équations de *Maxwell*, exprimant toute fluctuation spatiale d'un champ électrique, sont dues à la présence ou à l'évolution tangible d'un autre champ dans un espace adjacent. Il s'ensuit là, la variation de leurs configurations locale (*Yakhlef, 2016*).

Cependant, la formulation mathématique des équations électromagnétiques à partir des équations de *Maxwell* donne de multiple modèles simplifiés à savoir les modèles : électrostatique ; électrocinétique ; magnétostatique ; magnétodynamique. Tout en évoquant que le comportement de certains matériaux diélectriques, magnétiques et mécanique décrit par les équations de *Maxwell*, fait qu'ils sont dotés de propriétés particulières comme celle de se déformer sous l'effet d'un champ électrique ou magnétique. Bien que de faible amplitude, les mécanismes de ces déformations peuvent être clairement identifiés par des mesures électromagnétiques. On compte parmi ces déformations celle attribuées à la magnétostriction et l'électrostriction (*Kissa, 2006*).

D'autre part l'exploitation des propriétés physiques de certains matériaux a permis ces dernières années un grand nombre d'avancées technologiques dans le domaine des

hyperfréquences, citons pour mémoire, l'emploi des matériaux diélectriques à forte permittivité, telles que : l'atténuation, l'isolation, le déphasage basées sur les propriétés des milieux ferrimagnétiques, des matériaux non conventionnels comme les couches minces ferroélectriques ou ferromagnétiques (non linéaires vis-à-vis d'une commande statique : tension ou courant), les ferrites aimantés (anisotropes), les bétons (hétérogènes) et les élastomères placés sous contrainte mécanique (Viala, 2012).

Dans ce contexte, la caractérisation électromagnétique des matériaux s'impose pour, d'une part, contrôler les procédures de fabrication et les performances des matériaux qui rentrent dans la réalisation des différents dispositifs et, d'autre part, développer de nouveaux matériaux (Michaud, 2020).

II.1. Concepts de base de l'électromagnétisme

Dans le but de comprendre le phénomène d'hystérésis magnétique dans un matériau magnétique, nous nous proposons de rappeler particulièrement quelques caractères importants des matériaux magnétiques.

II.1.1. Parois et domaine

Un domaine magnétique appelé couramment domaine *de Weiss* est une région du matériau dans laquelle tous les moments magnétiques atomiques sont alignés parallèlement. Chaque domaine magnétique a sa propre forme et sa grande dimension est de 1 mm. Chaque domaine est séparé de son voisin par une zone de transition nommée *paroi de Bloch* dans laquelle l'orientation des moments magnétiques change doucement leur direction de polarisation dans l'un des domaines par rapport à l'autre domaine, Fig. (1.4).

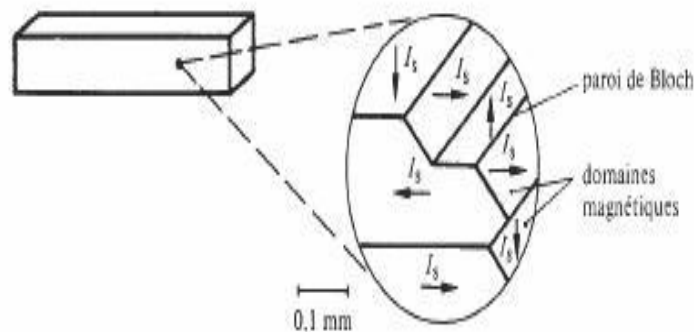


Figure (1.4) : Division d'un échantillon en domaines magnétiques (Yakhlef, 2016).

II.1.2. Structure des domaines magnétiques dans la matière

La structure des domaines magnétiques correspond à un minimum de l'énergie interne de l'échantillon. Dans ce cas la structure des grains est très importante car la présence de défauts relativement ponctuels, tels que les cavités, les inclusions de matière non magnétique ou les précipités influencent fortement les domaines magnétiques. En effet, les défauts freinent le déplacement des parois de *Bloch* par un processus d'épinglage et donnent naissance à des structures secondaires, comme la structure en lame de couteau, *Fig. (1.5)*.

L'inclusion provoque l'apparition d'une énergie magnétostatique liée à l'existence des masses magnétiques positives et négatives de par et d'autre (*Fig. 1.5a*). La présence d'une paroi de *Bloch* réduit cette énergie, *Fig. (1.5b)* par épinglage ce qui diminue la distance moyenne entre les masses positives et négatives. Cet effet conduit à la création de domaines secondaires en lame, *Fig. (1.5c)*. Cet épinglage d'une paroi peut se développer en épinglage indirect en présence de plusieurs domaines secondaires, *Fig. (1.5d)* (*Yakhlef, 2016*).

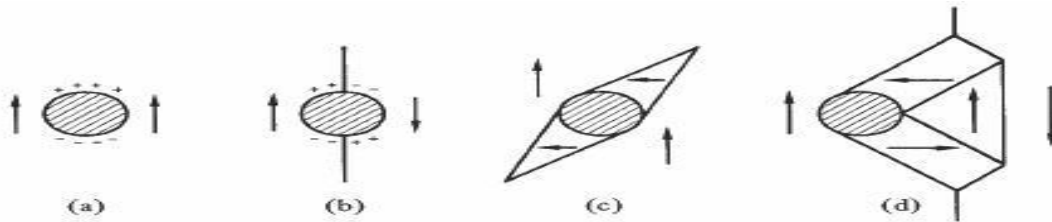


Figure (1.5) : Effet d'une inclusion sur la structure locale des domaines magnétiques (*Yakhlef, 2016*).

Les principaux traitements qui permettent de modifier la structure des domaines magnétiques et la mobilité des parois de *Bloch* sont ceux *mécaniques* : le laminage à froid; et *thermiques* : recuit, fusion, trempe etc.

II.1.3. Epaisseur d'une paroi de *Bloch*

L'épaisseur d'une paroi de *Bloch* s'établit à une valeur telle que l'énergie de la paroi, W_{SB} soit minimum. Dans un matériau à structure cubique simple, *Fig. (1.6)*, l'épaisseur d'une paroi à 180° , séparant deux domaines dont les polarisations sont antiparallèles, choisie parallèle au plan (100) ou $[010]$ et $[0\bar{1}0]$ les directions d'aimantation facile, s'écrit en fonction de : l'énergie intégrale d'échange, J , les nombres quantiques de spin valent, S , l'énergie d'anisotropie, W_{an} , et le paramètre cristallin, a (*Yakhlef, 2016*).

$$\delta = \sqrt{\frac{J S^2 \pi^2}{a W_{an}}} \quad (1,1)$$

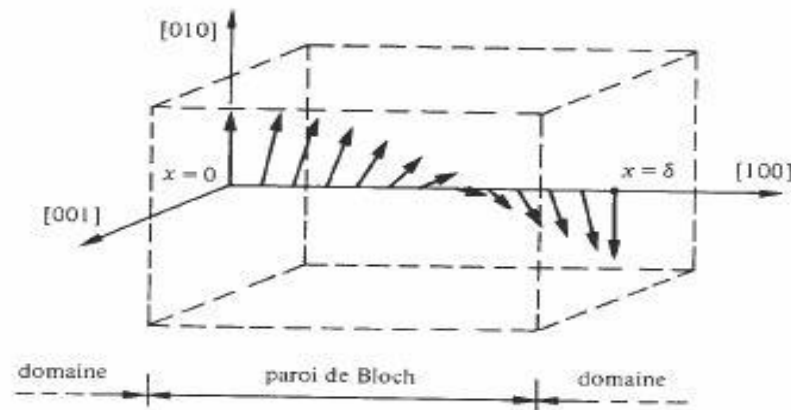


Figure (1.6) : Cas d'une paroi à 180° séparant deux domaines dont les polarisations sont antiparallèles dans un matériau à structure cubique simple (Yakhlef, 2016).

Dans le cas du fer de structure cubique centrée $a = 0,287 \text{ nm}$, $W_{an} = 4,2 \cdot 10^4 \text{ J/m}^3$, $J = 2,16 \cdot 10^{-21} \text{ J}$. Si l'on admet $S = I$ il advient que $\delta = 0,042 \text{ }\mu\text{m}$. L'épaisseur d'une paroi de Bloch correspond donc à 150 vecteurs fondamentaux du réseau environ.

L'épaisseur de la paroi de Bloch peut être définie aussi par extrapolation du tracé de la variation de l'angle, θ , de la rotation des moments magnétiques qui n'est pas uniforme mais présente l'allure donnée à la figure (1.7).

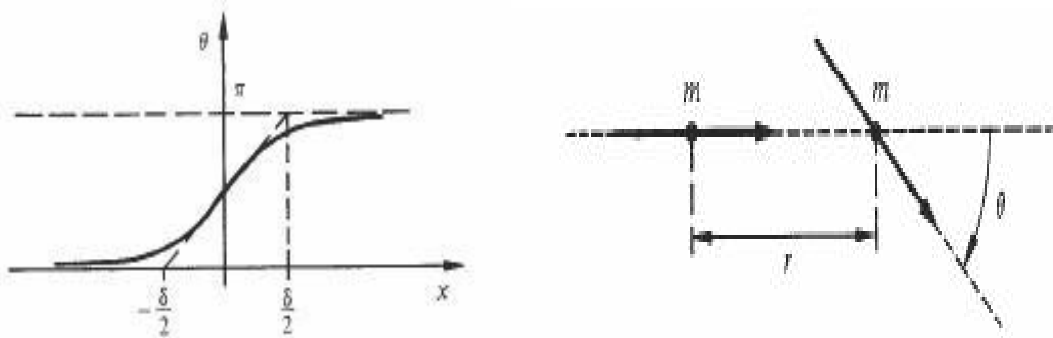


Figure (1.7) : Variation à travers une paroi de Bloch, de l'angle θ des moments magnétiques par rapport à une direction d'aimantation facile (Yakhlef, 2016).

II.1.4. Grandeurs et formulation magnétiques

Le comportement magnétique des matériaux est représenté par la formulation la plus complète des relations liant l'ensemble des grandeurs électriques et magnétiques défini par les équations fondamentales de Maxwell gouvernant l'ensemble des problèmes électromagnétiques qui peuvent être exprimées sous la forme différentielle à savoir (Yakhlef, 2016).

$$- \text{ Loi de Faraday} \quad : \quad \vec{r} \text{rot} \vec{E} = - \partial \vec{B} / \partial t \quad (1.2)$$

$$- \text{ Loi de d'Ampère} \quad : \quad \vec{r} \text{rot} \vec{H} = \vec{J} + \partial \vec{D} / \partial t \quad (1.3)$$

$$- \text{ Loi de Gauss} \quad : \quad \text{div}(\vec{D}) = \rho \quad (1.4)$$

$$- \text{ Loi de conservation de flux} \quad : \quad \text{div}(\vec{B}) = 0 \quad (1.5)$$

Avec :

E : champ électrique en (V/m).

B : induction magnétique en (T).

H : champ magnétique en (A /m).

J : densité de courant en (A /m²).

D : induction électrique en (C / m²).

ρ : densité de charge volumique (C /m³).

$\partial D / \partial t$: densité de courant de déplacement en (A /m²).

Les deux premières équations (1.1) et (1.2) expriment le couplage et l'évolution des grandeurs électriques et magnétiques alors que l'équation (1.4) assure la conservation du flux magnétique. A partir des équations (1.1) et (1.3) on obtient la loi de conservation de la charge électrique :

$$\text{Div}(\vec{J}) + \partial \rho / \partial t = 0 \quad (1.6)$$

À ces équations il faut enrichir les relations constitutives supplémentaires, afin d'améliorer les équations de *Maxwell* en fonction des propriétés magnétiques et des caractéristiques diélectriques des milieux, sachant que pour les milieux isotropes, l'induction magnétique en fonction du champ d'excitation est exprimée comme suite :

$$- \vec{B} = \mu_0 \vec{H} + \vec{B}_r \quad (1.7)$$

$$- B = \mu H \quad (1.8)$$

Tel que pour un milieu magnétique:

$$- \mu = \mu_0 \mu_r \quad (1.9)$$

μ_r : Perméabilité relative du milieu considéré. Elle est égale à 1 pour un milieu amagnétique.

$$\mu_0 = 4\pi 10^{-7} \text{ perméabilité du vide (H/m).}$$

Par ailleurs il est important de souligner les caractéristiques diélectriques telles que l'induction du champ électrique est donnée par les relations dites diélectriques :

$$- \vec{D} = \epsilon \vec{E} \quad (1.10)$$

$\epsilon = \epsilon_r \epsilon_0$ avec ϵ_0 et ϵ_r : permittivité de l'air et relative du milieu considéré en (F/m), respectivement. Pour un milieu conducteur, la densité de courant est donnée par la loi d'Ohm généralisée :

$$\vec{J} = \sigma \vec{E} \quad (1.11)$$

Les densités des courants sont reliées entre elles par leurs milieux (conductivité électrique, perméabilité magnétique, etc.) à travers les équations exprimant les lois du comportement du milieu. L'expression détaillée des densités des courants est donnée par :

$$\vec{J} = \vec{J}_s + \vec{J}_{ind} \quad \text{avec} \quad \vec{J} = \sigma (\vec{E} + \vec{v}_d \wedge \vec{B}) + \vec{J}_s \quad (1.12)$$

J_s et J_{ind} : la densité de courant imposée dans l'inducteur et induit, respectivement.

$$\vec{J}_{ind} = \sigma (\vec{E} + \vec{v}_d \wedge \vec{B}) \quad (1.13)$$

Où σ la conductivité électrique, \vec{v} le vecteur de vitesse, \vec{B}_r l'induction magnétique rémanente (cas d'aimants permanents). Le terme « σE » exprime le courant résultant du champ électrique E et le terme $\sigma (\vec{E} + \vec{v} \wedge \vec{B})$ exprime le courant résultant du mouvement (Yakhlef, 2016).

II.1.5. Méthode des éléments finis

La plupart des phénomènes électromagnétiques sont régis par les équations aux dérivées partielles de *Maxwell* qui doivent être adaptées au milieu et à plusieurs domaines du dispositif à étudier. Cependant la modélisation des structures magnétiques associées aux circuits électriques fait appel d'une part, aux méthodes de résolution des équations aux dérivées partielles et d'autre part, aux méthodes d'intégration des équations différentielles. Les complexités liées à la résolution des équations de types à priori différents, s'ajoutent aux difficultés de prise en compte des non linéarités dues aux caractéristiques des matériaux (Kissa, 2006).

En suivant l'évolution de l'informatique, de récentes méthodes de calcul sont survenues, permettant de débattre les géométries les plus complexes, ainsi que les forts changements de perméabilité entre milieux. Ces règles prennent en profit régulièrement les courants de *Foucault* induits dans les conducteurs approuvés à un flux variable dont le dogme de base consiste en un amenuisement du domaine en petits éléments. En effet, on cite plusieurs méthodes de distinction des dérivées partielles telle que : la méthode des différences finies (MDF), la méthode des éléments finis (MEF), la méthode des volumes finis (MVF),

la méthode des intégrales de frontières (*MIF*) et la méthode des circuits couplés (*MCC*) (*Benhaddal, 2015*).

La technique de résolution par élément finis (*MEF*) autorise l'utilisation des éléments de toutes formes, à l'intérieur desquels la fonction cherchée est approchée par une interpolation polynomiale N en fonction des valeurs de l'inconnue en chacun des sommets de cet élément. Elle ramène, soit à l'infériorisation d'une fonctionnelle liée à l'énergie emmagasinée dans les éléments (méthode Variationnelle), soit par la méthode des résidus pondérés. Ces deux méthodes sont similaires et conduisent à la même solution du problème étudié. (*Hadad, 2011 ; Kissa, 2006*).

II.1.6. Phénoménologie du magnétisme dans la matière

Selon sa nature, un matériau peut présenter trois comportements magnétiques très différents nommés : *diamagnétisme*, *paramagnétisme* ou *ferromagnétisme*. Ce dernier est le cas de nos échantillons étudiés.

II.1.6.1. Le ferromagnétisme

Ce phénomène s'observe à l'échelle macroscopique par la présence de différents domaines *de Weiss*, dont les moments sont orientés dans la même direction. Ces domaines s'alignent avec le champ H externe et développent une puissante magnétisation M , *Fig. (1.8)*. Les principaux éléments ferromagnétiques sont le fer, le cobalt et le nickel (*Issaoui, 2012*).

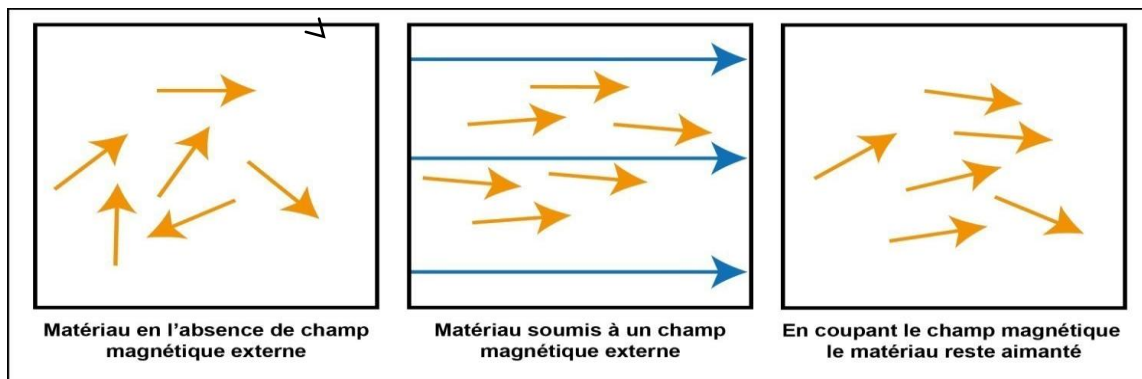


Figure (1.8) : Organisation des moments d'un matériau ferromagnétique sous l'influence d'un champ magnétique ⁽⁵⁾.

II.2. Généralité sur les courbes d'hystérésis

Le cycle d'hystérésis définit la réponse d'un matériau à un champ appliqué qui s'accompagne d'une progression des moments et/ou des énergies internes au cristal. Cette

évolution n'est fréquemment pas un phénomène réversible appelé phénomène d'hystérèse magnétique pendant lequel le matériau est le siège de pertes (Amir, 2010). Il donne les caractéristiques magnétiques d'un échantillon. En général d'un point de vue pratique on adopte le cycle d'hystérésis des matériaux ferromagnétique pour remonter à certaines grandeurs physiques telles que l'aimantation rémanente (B_r ou M_r), l'aimantation à saturation (B_S ou M_S) et le champ coercitif (H_C) (Nahouli, 2017).

La boucle d'hystérésis est déterminée par la facilité de la réorientation des moments magnétiques et du réarrangement (réapparition et déplacement) des domaines magnétiques, expliquant les étapes de l'évolution du cycle d'hystérésis représenté suivant la Fig.(1.9). (Zahra, 2008).

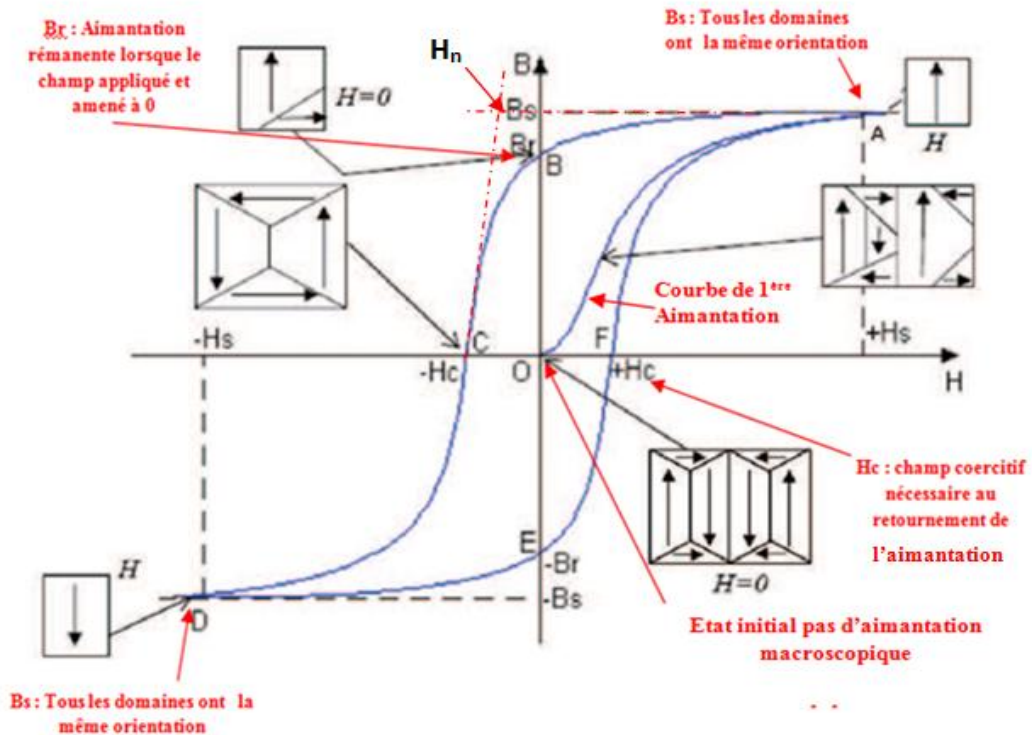


Figure (1.9) : Courbe de première aimantation(OA) et le cycle d'hystérésis (ABCDEF) d'un matériau ferromagnétique (Kedous et al., 1986).

Rappelons que lorsque $H = 0$, l'aimantation du corps ferromagnétique est nulle à cause des domaines de Weiss. En partant de l'état désaimanté (point O Fig. (1.9)) et en appliquant un champ H dans une direction, on augmente progressivement l'aimantation du corps (trajet OA Fig. (1.9)) appelée courbe de première aimantation. Au point A on atteint la saturation. L'aimantation reste constante et maximale même si on augmente le champ. Dans ce cas, tous

les dipôles magnétiques sont orientés suivant H . Cette aimantation est appelée aimantation à saturation est notée B_S ou M_S (Benhamoud, 2020).

En diminuant le champ, l'aimantation suit le trajet AB , Fig. (1.9). L'aimantation ne revient pas à zéro (il n'y a pas de réversibilité), lorsqu'on annule le champ (position B Fig. (1.9)). Tous les dipôles sont orientés de manière aléatoire. L'aimantation correspondant à $H=0$ s'appelle aimantation rémanente ou rémanence, notée B_r ou M_r . En augmentant le champ dans l'autre direction, l'aimantation (tout en restant positive, suivant la direction initiale du champ) diminue suivant le trajet BC , on arrive (au point C Fig. (1.9)) à ce que le matériau soit complètement dépolarisé. Elle ne s'annule que pour un champ $H = H_C$ appelé champ coercitif qu'il aura fallu appliquer pour faire perdre sa polarisation au matériau (Allan et al. 1980).

Quand on le champ est augmenté au-delà de H_C , l'aimantation change de sens (suivant la nouvelle direction de H), donc on peut dire que H_C est le champ minimal qu'il faut appliquer pour changer le sens de l'aimantation (le matériau va finir par être totalement polarisé, ses moments élémentaires étant tous alignés avec le champ). Si on augmente davantage le champ, l'aimantation se sature dans l'autre direction (trajet de CD , Fig. (1.9)). On a un état semblable à l'état en A mais les moments sont orientés en sens contraire car c'est un champ de sens contraire qui les a orientés. Si l'on diminue ensuite l'intensité du champ appliqué extérieur, l'aimantation du matériau augmente elle aussi, lorsque l'intensité du champ appliqué est nulle (position E , Fig.(1.9)) le matériau conserve tout de même une certaine aimantation: l'aimantation rémanente B_r ou M_r (Benhamoud, 2020).

En appliquant un champ appliqué d'intensité de plus en plus grande, on arrive (au point F , Fig. (1.9)) à ce que le matériau soit complètement dépolarisé grace au champ H_C qu'il aura fallu appliquer pour faire perdre son aimantation au matériau (B ou $M=0$). En continuant d'augmenter l'intensité du champ appliqué on réoriente les moments magnétiques du matériau et on arrive progressivement au point A , Fig. (1.9). Le champ nécessaire pour saturer l'échantillon, est appelé champ de saturation et est noté H_{sat} (Benhamoud, 2020).

Lorsque le champ varie d'une direction à l'autre l'aimantation ne suit pas le même trajet, c'est ce qu'on appelle courbe d'hystérésis. L'hystérésis s'accompagne de perte d'énergie du système. La forme de la courbe d'hystérésis ainsi que les paramètres M_S , M_r , H_C et H_S sont des caractéristiques du corps ferromagnétique (Bensehil, 2016).

II.2.1. Effet des domaines magnétiques sur la courbe d'hystérésis

La courbe d'hystérésis est une caractéristique des corps ferromagnétique, ces derniers à l'échelle macroscopique possèdent la propriété de s'aimanter très fortement sous l'effet d'un champ extérieur et qui comporte à l'échelle microscopique une aimantation spontanée et cela même en absence du champ magnétique appliqué. Les propriétés ferromagnétiques découlent de la température. Expérimentalement, on mesure la valeur de l'induction rémanente M_r d'un matériau en fonction de la température. Il s'ensuit que l'aimantation s'annule à partir d'une certaine température dite température de Curie T_C .

Par ailleurs, la théorie de *Weiss* énonce qu'afin d'atténuer son énergie totale un échantillon ferromagnétique se subdivise instinctivement en petits volumes élémentaires dits domaines magnétiques ou domaines de *Weiss*, *Fig. (1.10)*, dont le volume est environ de 10^{-2} à 10^{-6} cm^3 . En effet, en l'absence du champ extérieur, la magnétisation spontanée existe dans ces petits domaines qui sont séparés par des parois de *Bloch*. Dans chaque domaine les spins s'alignent dans une même direction, mais l'orientation des dipôles magnétiques change d'un domaine à l'autre, ce qui fait la magnétisation totale est nulle. En appliquant un champ magnétique les dipôles magnétique s'orientent avec le champ en déplaçant les parois, ainsi la magnétisation ce développe (*Bensehil, 2016 ; Bourezg, 2018*).

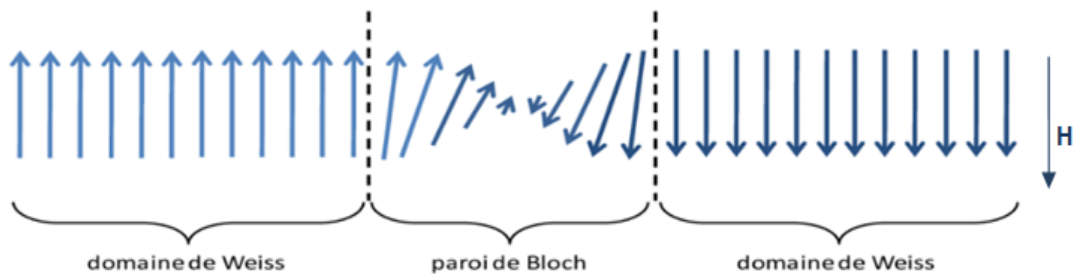


Figure (1.10) : Orientation des moments magnétiques entre deux domaines de Weiss à travers une paroi de Bloch (*Clémence, 2013*).

Cependant, les Parois de *Bloch* engagent, au moment de leurs transpositions d'innombrables défauts (défauts) qui opèrent en tant que des parois d'ancrage. Généralement ces imperfections sont entre autre, causés par la présence des impuretés non magnétiques (carbures, nitrures,..) et ferromagnétiques (cémentite) ainsi qu'aux contraintes de dislocation, de joints de grains et de traitement métallurgique. Ces points distinctifs reflètent des sites d'encrage équivalent énergétiquement à des puits de potentiels pour les parois. (*Yakhlef, 2016*).

Ce mécanisme d'accrochage des parois participe globalement au processus d'aimantation hystérétique. On définit par $M(H)$ la loi de comportement hystérétique du matériau qui va exposer la première courbe d'aimantation tant que le champ H sera croissant. Au fur et à mesure que le champ augmente, les parois de Bloch ont d'abord un mouvement dit élastique réversible. L'énergie est rudimentaire pour franchir la barrière du potentiel créée par le défaut, le matériau peut donc retourner à son état magnétique initial si le champ appliqué est annulé.

Lorsque l'énergie du système devient suffisante pour franchir la première barrière de potentiel, le mouvement des parois devient irréversible, le matériau ne peut donc atteindre son état magnétique initial même si on annule le champ appliqué. Il préservera une aimantation résiduelle dite aimantation rémanente M_r , qui stipule que les domaines ne peuvent se réintégrer à leurs positions initiales. (Cyr, 2007).

Toute fois, en échange d'annuler cette aimantation, il est nécessaire donc d'alléguer une énergie pour assujettir les domaines de retourner à leurs positions initiales et cela en appliquant un champ magnétique de sens inverse à celui qui a engendré l'aimantation rémanente, ce champ est dit champ coercitif H_C (Allan et al. 1980). Tous les moments spontanés de tous les domaines sont orientés dans le même sens, comme si le matériau n'est qu'un seul domaine (Yakhlef, 2016).

En revanche, l'aimantation globale du matériau n'est pas colinéaire avec le champ appliqué. Enfin, en appliquant un champ très intense, tous les moments magnétiques des derniers domaines s'orientent parallèlement au champ : c'est la saturation magnétique à laquelle coïncide l'aimantation à saturation M_S . néanmoins, il est très ardu de faire éclipsé ces ultimes domaines qui s'accrochent aux joints de grains, aux limites de l'échantillon, aux impuretés et tous les défauts de réseau cristallin. L'approche à la saturation est donc très lente et pratiquement réversible (Baillon et al. 2000).

II.2.2. Dépendance en fréquence de la courbe d'hystérésis

L'influence de la fréquence sur l'allure du cycle d'hystérésis engendre des déformations de la forme du cycle (gonflement), on constate pour des valeurs de fréquences très faible l'aire du cycle n'évolue plus, il se déforme pour donner une hystérésis qui sera en régime quasi statique, Fig. (1.11 a). L'aire représentée par le cycle d'hystérésis quasi-statique représente l'énergie perdue (énergie dissipée) par le matériau pendant une période d'excitation (Benjamin, 2003).

A l'origine de cet événement dilapidé, on découvre des courants induits à travers la matière. Ces courants dérivent d'une fluctuation de flux magnétique interne au matériau. En régime quasi-statique, ces courants induits sont exclusivement microscopique et sont imbriqués aux mouvements irréversibles des parois de *Bloch*, ce sont des courants qui sont attribués de ce que l'on appelle l'hystérésis quasi statique. Contrairement de ce qui se réalise en régime quasi statique, les pertes totales seront beaucoup plus considérable lorsqu'on augmente la fréquence, ce qui entraîne la déformation de l'allure du cycle dans le sens large, en parle ici de régime dynamique, *Fig. (1.11b)* (*Benjamin, 2003*).

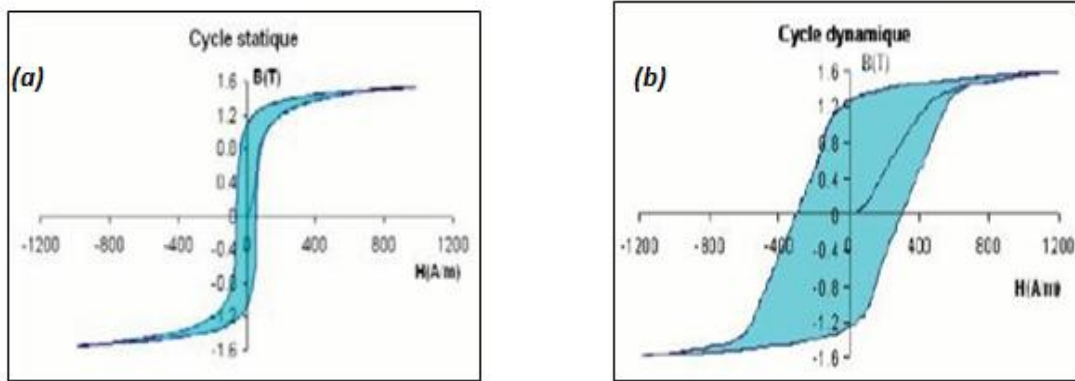


Figure (1.11) : Cycle d'hystérésis statique à : (a) 0.1 Hz, (b) 50 Hz (*Benabou, 2002*).

II.2.3. Influence de l'amplitude du champ d'induction magnétique sur les pertes

Pour appréhender l'incidence de l'amplitude de l'induction B sur les pertes fer et d'autres grandeurs magnétiques, le champ B sera sinusoïdal et sa fréquence sera successivement fixée à différentes valeurs (50 Hz, 500 Hz, 1 kHz et 1,5 kHz). Pour chaque fréquence, l'amplitude de B , notée \hat{A} , variera entre 0 T et 1,4 T selon (*Giraud, 2017*) :

$$B(t) = \hat{A} \sin(2\pi f \times t) \quad (1.14)$$

Avec : - $\hat{A} \in [0, \dots, 1, 4]$ l'amplitude du signal en T.

- $f \in \{50, 500, 1000, 1500\}$ la fréquence du signal en Hz.

La figure (1.12) décrit les cycles d'hystérésis à 50 et 1500 Hz pour de multiples valeurs de \hat{A} . L'aire du cycle s'accroît avec l'augmentation de l'amplitude \hat{A} entraînant la dissipation de l'énergie magnétique dans le matériau. En revanche, l'intensification de la fréquence jusqu'à 1,5 kHz élargi les cycles, en leur affectant une apparence ovoïde, en effet, même si la valeur maximale de B est conservé, il faudra un H plus important pour l'atteindre (*Giraud, 2017*).

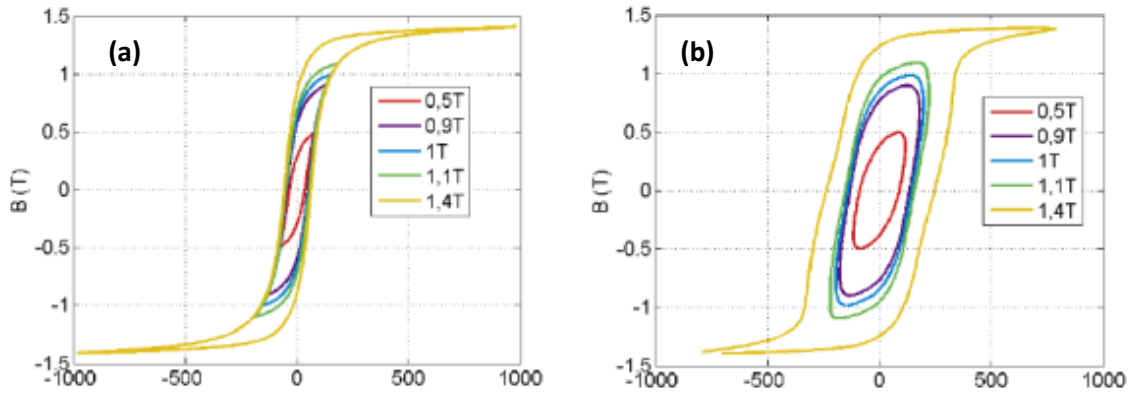


Figure (1.12) : Cycles d'hystérésis à : (a) 50 Hz et (b) 1500 Hz (Thomas, 1981).

Les pertes fer spécifiques, figure (I.13a), en fonction du champ sont de type polynomiale, visible à 500 Hz (Bertotti, 1988 ; Eggers et al., 2012) et à 1 kHz et 1,5 kHz, Fig. (I.13b) (Mouillet et al.1994).

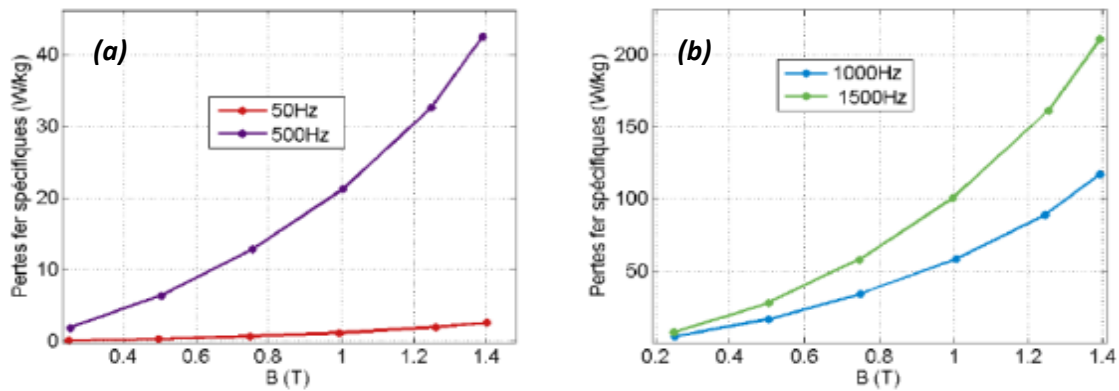


Figure (1.13) : Évolution des pertes fer spécifiques en fonction de B : (a) 50 Hz et 500 Hz (b) 1000 Hz et 1500 Hz (Mouillet, et al., 1994).

II.2.4. Perméabilité magnétique

Le paramètre physique qui lie l'induction et l'excitation d'un champ magnétique appliqué à un matériau est définie comme étant la perméabilité absolue, notée μ (Yakhlef, 2016), Étant donné que les particules ont l'aptitude de développer une polarisation moyenne sous l'effet d'un champ électrique et d'une manière similaire elles ont la faculté de générer un moment dipolaire magnétique moyen sous l'action d'un champ magnétique externe, les dipôles magnétiques édifiés, à l'échelle moléculaire, s'alignent au champ extérieur. Cela résulte à une valeur moyennement élevée de la perméabilité relative μ_r . Ainsi, pour une faible excitation magnétique, induit une polarisation magnétique accrue, ceci exprime une perméabilité relative importante.

Celle-ci (μ_r) témoigne la vocation du matériau à convoyer le flux magnétique. En faisant une similitude flux magnétique et champ électrique on dira que la perméabilité magnétique est à l'induction magnétique ce que la conductibilité électrique est à la conduction. Cependant, c'est sur la base de la perméabilité magnétique, que les matériaux sont référenciés comme ferromagnétiques ⁽⁶⁾ Fig. (1.14) et s'exprime selon les relations suivantes :

$$\mu = B / H \tag{1.15}$$

Ou par le produit de la perméabilité du vide μ_0 et de la perméabilité relative μ_r (Chalk, 1997) :

$$\mu = \mu_0 \mu_r \tag{1.16}$$

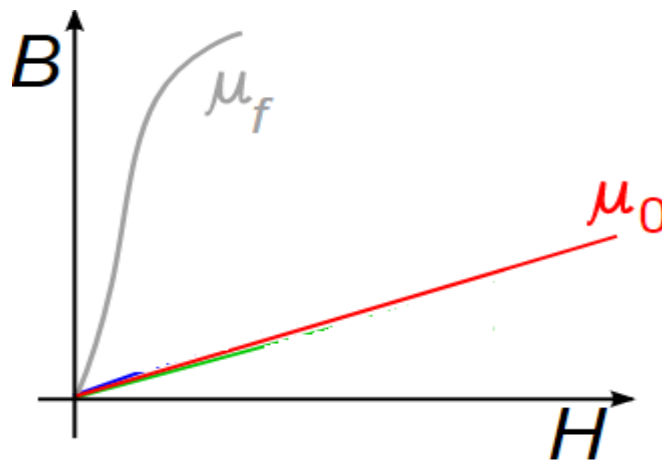


Figure (1.14) : Comparaison simplifiée des perméabilités : de matériau Ferromagnétique (μ_f) et du vide (μ_0) (Jiles, 1998).

Les valeurs de la perméabilité relative μ_r varie selon le type de matériaux. Ainsi, la perméabilité magnétique des matériaux ferromagnétiques est plus grande, Fig. (1.15), variable et dépend de l'excitation magnétique externe. Pour de faibles valeurs du champ externe la valeur de μ_r reste plutôt basse et croît avec la valeur de H en passant par un maximum et peut ensuite redevenir unitaire au-delà d'un seuil en raison d'une saturation magnétique (Rignon, 2011).

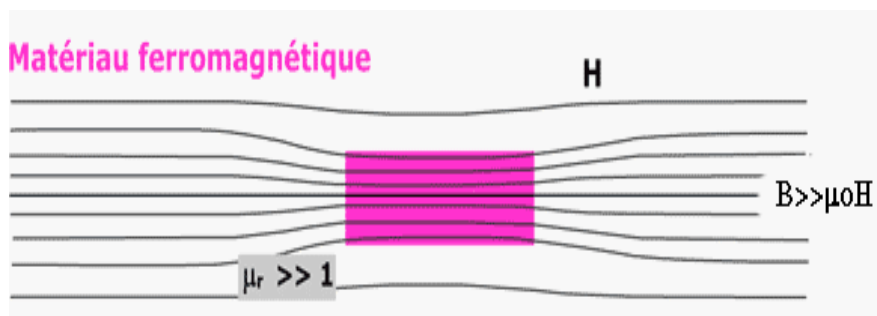


Figure (1.15) : Perméabilité magnétique relative d'un matériau de type ferromagnétique ($\mu_r \gg 1$) (Jiles, 1998).

III. Propriétés magnétiques des borures dans la littérature

Dotés de prouesses magnétiques, les borures de fer, permettent de retrouver un grand nombre de comportements magnétiques classiques observés dans l'état cristallin : mise en ordre ferromagnétique, observation occasionnelle de ferrimagnétisme, comportement verre de spin, couplages magnéto-mécanique ou magnéto-optique, phénomènes d'hystérésis et anisotropie locale ou macroscopique qui son généralement comparables à celles des matériaux magnétique doux couramment employés dans certaines applications technologiques qui méritent d'êtres soulignés.

Néanmoins, la combinaison du bore avec les métaux alcalins, développe des alcalino-terreux, métaux de transitions et lanthanides, des composés appelés borures métalliques. Dotés de propriétés mécaniques exceptionnelles : majoritairement durs, ils sont aussi assignés parmi les réfractaires. En conséquence, les borures type HfB_2 et ZrB_2 étaient ainsi exploités à l'instar des matériaux de sorte à préserver thermiquement les navettes spatiales au moment de leur rentrée dans l'atmosphère (*Loehman et al. 2019*).

D'innombrables propriétés sont attribuées aux borures métalliques, voire les supraconducteurs, parmi eux MgB_2 représentant un supraconducteur classique fortuné de la plus haute température critique (39 K) (*Nagamatsu et al. 2001*). En effet, l'addition du bore à d'autre composés est à la cour de plusieurs processus d'innovation formant ainsi de nombreux solides extrêmement intéressants, tant par leurs structures que par leurs propriétés. Pour toutes ces applications intéressantes dans les quelles sont incrustés les borures, ils sont utilisés comme cathode thermo-ionique, par exemple le spécimen LaB_6 employé dans les microscopes électroniques à transmission. D'autre part, divers borures sont magnétiques, les aimants $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ sont considérés comme des aimants permanents les plus durs disponibles dans les noyaux des transformateurs. Tout compte fait, certains borures riches en bore possèdent des propriétés thermoélectriques intéressantes (*Mori et al., 2006*).

Les environnements atomiques locaux dans les alliages cristallins de $\text{Fe}_{100-x}\text{B}_x$ ($1 \leq x \leq 12$) produits par trempe rapide à partir de la fonte ont été étudiés par spectroscopie *Mössbauer*. Les résultats *Mossbauer* présentés ainsi que la résonance magnétique démontrent que ces alliages ne sont pas aléatoires solutions solides et consistent en une dispersion de très petites régions, qui ont une structure de type orthorhombique Fe_3B , noyée dans une matrice $\alpha\text{-Fe}$ (*Sanchez et al., 1986*).

L'anisotropie du verre métallique à base de borure de fer a été étudiée en suivant la variation du rapport surfacique de la deuxième à la première ligne *Mössbauer* avec le temps de broyage. Précisément, les directions des moments magnétiques deviennent aléatoires après la cristallisation en volume. Cette anisotropie magnétique induite par le broyage mécanique peut être attribuée à l'ordre chimique à courte distance et à la cristallisation en surface de ce verre métallique qui provoque la formation de contraintes de compression en volume et donc une rotation de directions des moments magnétiques dans ces borures (*Fan et al., 1996*).

Des différences dans les effets des contraintes (jusqu'à 68 MPa à températures qui varient entre 10–300 K, sous un champ magnétique qui atteint les 40 Oe) sur les caractéristiques magnétiques à faible champ des alliages avec divers teneur en bore ont été observées. Il s'est avéré que l'alliage le moins sensible aux contraintes appliquées, aux champs magnétiques et aux changements de température et qui possède la plus faible induction magnétique dans la région des champs de réversibilité et l'anisotropie locale la plus élevée c'est l'alliage eutectique $Fe_{83}B_{17}$. Contrairement, l'alliage le plus sensible aux contraintes appliquées à la pièce température, avec une sensibilité qui diminue considérablement avec l'augmentation de la charge et la température décroissante c'est l'alliage hypoeutectique $Fe_{84}B_{16}$ (*Beznosov, 1999*).

Un superparamagnétisme a été observé à température ambiante pour les plus petites particules désordonnées du borure nanométrique α -FeB, synthétisé par précipitation à partir de solution suivie d'un traitement thermique à (450 °C, 550 °C, 750 °C, 1050 °C). Par ailleurs, les particules d'environ 20 nm de taille affichent des boucles d'hystérésis magnétiques ouvertes avec blocage. Contrairement au ferromagnétisme doux du β -FeB massif, qui a été synthétisé par réaction conventionnelle à l'état solide à 1500 °C, l'échantillon de α -FeB recuit à 1050 °C est un ferromagnétique plus dur, probablement en raison des failles d'empilement qui épinglent les domaines magnétiques (*Rades et al., 2014*).

Des propriétés magnétiques de nanoparticules magnétiques amorphes Fe-B uniformes et stables ont été détectées après une synthèse par réduction chimique et recuit à différentes températures. En fait, il a été révélé une diminution frappante du flux de la valeur de la densité de saturation B_S (*Bai et al., 2020*).

L'aimantation à saturation d'échantillons de Fe_2B nanostructurés s'est avérée, diminuée avec l'augmentation du temps de broyage indiquant que le désordre de spin de surface joue un

rôle crucial dans les propriétés magnétiques. Ces cristallites de 68 et 46 nm obtenues après broyage des poudres pendant 10 h et 20 h, respectivement présentent une magnétisation à saturation la plus élevée égale à 141 emu/g avec une faible coercivité (H_c) de 48 Oe pour l'échantillon broyé pendant 10 h, alors que l'échantillon broyé pendant 20 h présentait des valeurs de M_s et H_c égales à 129 emu/g et 149 Oe, respectivement (*Simsek et al., 2021*).

IV. Applications possibles

Ces dernières années la majorité des procédés industriels sont à la recherche d'une nouvelle technique de revêtement efficace et moins coûteuse, qui assure une longue durée de vie des composants usinés. Toutefois, les revêtements réalisés par le processus de boruration à base de borure de fer, ont récemment attiré l'attention pour leurs propriétés mécaniques, frictionnelles et résistantes à la corrosion. En comparant les matériaux de type céramique que les gens ont usinés auparavant, les matériaux à base de fer sont relativement peu coûteux, moins stratégiques et peuvent être produits de manière économique par diverses méthodes thermiques avec une facilité de fabrication et d'usinage. (*Zhdanova et al., 2013*). Cependant, en raison de commodités accrues liés à l'usure, les couches de borure, intégrés à une large gamme de substrats compatibles et à la nature rentable du processus, la boruration est utilisée avec de grande performance pour la résistance à l'usure générale des composants en acier au carbone. (*Tadger, 2020*).

En raison de sa température et de sa résistance à l'usure, la boruration est à son tour une bonne alternative à l'égard de divers fabrication d'outillage identiquement dans les matrices de forgeage à chaud, les matrices de tréfilage, les matrices d'extrusion, les rouleaux de redressement, les lingotières, etc. Elle est uniment pratiquée à destination des composants généraux, y compris les buses d'oxycoupeurs, plongeurs, engrenages mécanique, arbres de transmission mécanique et rouleaux des transporteurs. Les composants et articles de pétrole et de gaz (tubes de production, composants de valve, garnitures de valve, joints métalliques, buses de brûleur à charbon/ fioul, etc.) utilisent également cette technique. D'autres applications comprennent les composants de turbine, les roues de pompe, les robinets à tournant sphérique et les sièges, le manchon de protection d'arbre et les barres de guidage (*Rajan et al., 2011*).

Par ailleurs la totalité des matériaux ferreux qui ont subis un traitement de boruration présentent de grandes potentialités en vertu des marchés internationaux, allant de la

construction de machines, de véhicules et d'appareils médicaux. Sachant qu'il est pareillement accessible de boruré avec prouesse les aciers à outils fortement alliés, les aciers pour travail à chaud, les aciers inoxydables, les métaux frittés, les fontes grises et sphéroïdales ainsi que le métal dur (*Boucifi et al., 2019*).

La boruration est appliquée aux différentes pièces employées dans l'industrie pétrolière, bagues de pompes à boue, les matrices et estampes pour le formage à chaud (*Boucifi et al., 2019*). Mise à part des propriétés mécanique de revêtement et résistance à l'abrasion et l'usure, les borures sont utilisés dans une large gamme de fabrication de batterie métal-air, qui sont un moyen de stockage d'énergie admettant des avantages à répondre aux exigences de portabilité et modularité ainsi que la nécessité de réduire la production des gaz à effet de serre favorisant le développement des énergies renouvelables (*Ya'nan Wei et al., 2017*).

L'innovation des aimants de type terre rares-fer-bore à déclencher une évolution des applications des systèmes à aimants. L'introduction de ces aimants au niveau des petits moteurs électriques commandant le mouvement de la tête de lecture des disques durs des ordinateurs a été importante pour la réduction en taille des micro-ordinateurs. Elle a charpenté l'inauguration des applications à grand public des aimants de haute prestation. Actuellement, ces matériaux s'avèrent indispensables à l'expansion des moyens de transports moins polluants et à l'émergence des énergies renouvelables. L'utilisation d'aimants R-Fe-B dans des machines électriques aide à obtenir les champs magnétiques requis (de l'ordre de 1 tesla) de façon plus simple que dans les machines classiques et d'atteindre des densités d'énergie supérieures. Ces applications contemporaines guident aujourd'hui le développement de procédés industriels, visant à reproduire les nanostructures obtenues dans les matériaux modèles. Une répercussion de ces recherches est la conception de micro-aimants à partir de matériaux en couches épaisses, notamment avec des diligences authentique en médecine et biologie (*Zanini et al., 2012*), ou touchant à des aspects fondamentaux de la biologie (*Brunet et al., 2013*).

Néanmoins, les aimants permanents les plus durs sont principalement conçue par des matériaux type borures métalliques tels que les aimants au néodyme (aimant NdFeB), définis comme un aimant permanent composé par un alliage de néodyme de fer et de bore ($Nd_2Fe_{14}B$) permettant de former un système cristallin tétragonal. Ces aimants très puissants ainsi que les aimants de terre rares sont les plus utilisés. Ils ont substitués différents

aspect d'aimants dans des articles consacrant des aimants permanents à forte coercitivité tels les disques durs et les fermailles magnétiques ⁽⁷⁾.

Cependant la forme étroite des cycles d'hystérésis des borures associée à une résistivité élevée permet de réduire considérablement les pertes d'énergie dans les noyaux des transformateurs et des moteurs. Leurs perméabilités élevées, adhérent à un large domaine ajustable de magnétostriction et à d'excellentes propriétés mécaniques (Kewei zhang , 2016), fait que ces derniers sont largement utilisés dans toute une série de palpeurs, jauges, transmetteurs et convertisseurs d'énergie, souvent utilisés dans la fabrication d'inductances à noyaux saturables intervenant dans les alimentations délivrant des impulsions rapides et de grande puissance ($> 1 \text{ GW}$) pour les lasers et les accélérateurs de particules et actionneurs électromagnétiques, Fig.(1.16), qui font appel à un couplage intrinsèque au matériau lui donnant la faculté de se déformer réversiblement sous l'action d'un champ (Almanza, 2018).

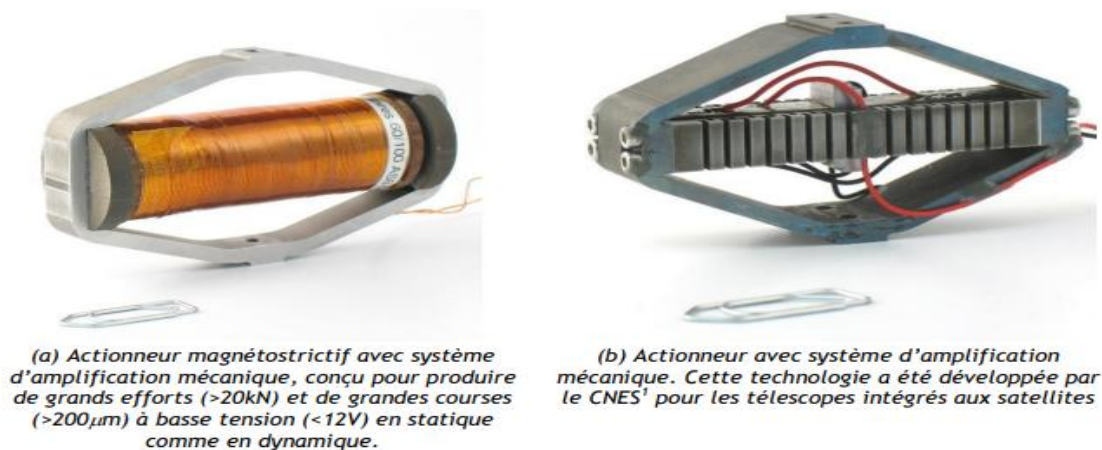


Figure (1.16) : Exemple d'actionneurs électromagnétiques basés sur la déformation d'un matériau (Almanza, 2018).

V. Conclusion

Ce chapitre était destiné d'une part à énumérer les propriétés des poudres étudiées ; suivie par une étude des propriétés structurale et microstructurale en ce basant sur les résultats issus de la technique de rayon X. D'autre part on s'est penché sur clarification des propriétés mécanique et origine de la déformation structurale succédé par les effets de tailles et champs de microcontraintes. La plus grande partie de ce chapitre a été consacrée à la présentation de la théorie de l'électromagnétisme puis la définition des propriétés magnétiques des borures et enfin les diverses applications relatifs au système étudié.

Chapitre II

MÉTHODES

.....

Ce chapitre est consacré aux techniques utilisées dans l'étude des propriétés des poudres de borure de fer des conditions de l'élaboration et de la caractérisation des propriétés magnétiques des échantillons aux paramètres mesurés.

I. Elaboration des échantillons

Le broyage à haute énergie est la technique choisie pour l'élaboration des échantillons étudiés (*Mezni, 2020*). Cette dernière admet de synthétiser, à température ambiante, de matériaux sous forme de poudres monophasées ou polyphasées de taille nanométrique sous l'action d'un enchainement de chocs mécanique sur les particules de poudres qui se fracturent puis se ressoudent, donnant naissance à un mélange confiné à une échelle éminemment fine (*Tjong et al., 2004 ; Gaffet et al., 1999*). Il en résulte la formation d'une diversité de phases à l'équilibre et hors équilibre entre autres les solutions solides sursaturées, les phases intermédiaires cristallisées et métastables et les phases amorphes. Ces transformations de phases ont lieu dans un processus dynamique sous l'action persévérante des déformations mécaniques et de la chaleur générée par le choc de déformation (*Johnson et al., 2006*).

Plusieurs approches ont été explorées pour l'élaboration des borures de fer, que ce soit physique ou chimique, individuels ou thermodynamiques. Toutefois, la façon la plus simple choisie pour l'élaboration de nos échantillons est celle considérant l'approche dite « top down » approche descendante, Fig. (2.1). Cette approche consiste à fragmenter pour miniaturiser un matériau micro ou macrométrique pour se rapprocher des dimensions nanométriques en optimisant les technologies industrielles existantes. Dans la pratique ce processus induit des méthodes mécaniques de forte déformation⁽¹⁾ et permet aussi de réaliser des structures de différents types de matériaux de l'amorphe à la superstructure.

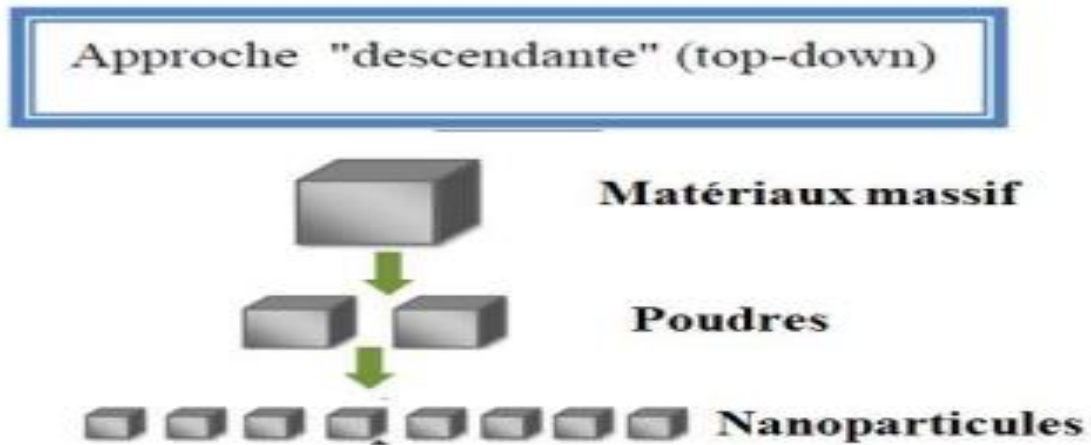


Figure (2.1) : Approche d'élaboration par voie descendante « Top down » (Guozlang, 2004).

I.1. Poudres d'apport

Le mélange de poudre $Fe_{80}B_{20}$ (% mass.) a été obtenue (Mezni, 2020) à partir de poudres élémentaires de fer (taille des particules $45 \mu m$; pureté 99.998%) et de bore amorphe (pureté 99%) par la technique du broyage mécanique à haute énergie dans un broyeur planétaire type Retsch PM400, Fig. (2.2). La consigne de sa vitesse est librement réglable de 30 à 400 trs/min associée au diamètre de 300 mm de la grande roue solaire garantissant un apport énergétique important et une excellente finesse en un minimum de temps. Toute fois, l'appareillage du broyeur PM 400 est robuste et constitué de 4 stations de broyage.

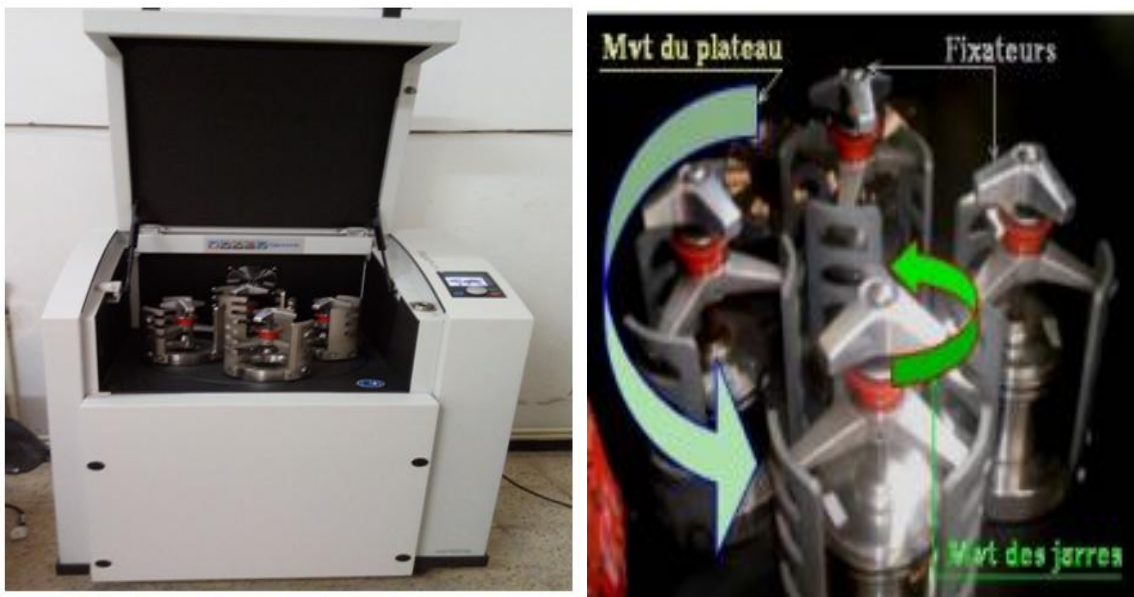


Figure (2.2) : (a) Broyeur planétaire Retsch PM400. (b) Présentation schématique du mouvement du plateau et des jarres (Hadad, 2011).

Grâce à sa puissance d'endurance pour de grandes vitesses de rotation les forces centrifuges créées par la rotation du disque et des jarres dans deux sens opposés sont alternées et synchronisées et l'impact est intensifié suite aux chocs billes-billes et billes-paroi de la jarre, Fig. (2.3).

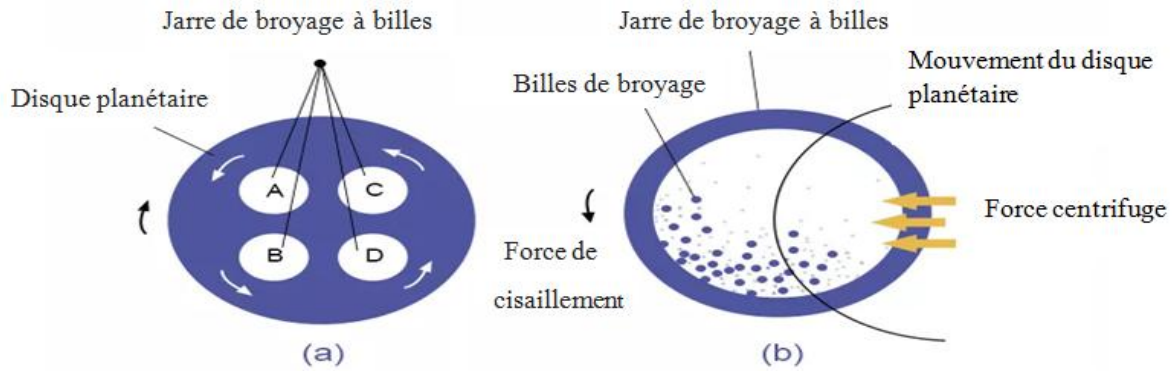


Figure (2.3) : Schéma de principe du broyeur Retsch PM400 (a) Disposition globale du disque planétaire ; (b) Coupe horizontale d'une jarre ⁽⁸⁾.

En fait, ce broyeur est doté d'une interface pour la programmation et l'ajustement des paramètres de broyage choisis selon le but tracé. De ce fait, pour l'élaboration des poudres étudiées les spécifications techniques suivantes ont été choisies (Mezni, 2020) :

- Nombre de jarres utilisées : 4.
- Nombre de bille dans chaque jarre : 10.
- Poids initiale de la poudre : 10 g.
- Rapport massique bille/poudre : 10/1.
- Vitesse de rotation : 350 trs/min.

II .Technique de caractérisation

La technique de caractérisation utilisée dans notre étude est la magnétométrie à échantillon vibrant. Ce choix s'est fait dans le but de suivre l'évolution des propriétés magnétiques des borures de fer ainsi élaborés. La caractérisation magnétique des poudres broyées s'assiette essentiellement sur les mesures de cycles d'hystérésis et des paramètres qui en découlent qui représente le cœur de la compréhension des matériaux magnétiques dont la plupart des applications reposent dessus.

II .1. Mesure magnétique

Différentes mesures magnétiques peuvent être réalisées sur nos poudres au niveau du Laboratoire de Physicochimie des Matériaux de l'Université d'Eltarf à savoir : la spectrométrie Mössbauer, l'aimantation primaire, l'aimantation rémanente isotherme, la démagnétisation en courant alternatif, la rémanence inverse et les cycles d'hystérésis magnétique que nous avons choisis pour notre étude en fonction du temps de broyage.

II .1.1. But de la manipulation

La préoccupation pour l'étude du magnétisme et des matériaux magnétiques est allée croissante pour leurs différentes applications dans le domaine du génie électrique. La recherche d'efficacité énergétique dans les dispositifs nécessite l'utilisation de matériaux de plus en plus performants pouvant être décrits suivant la détermination exacte de leurs différents paramètres magnétiques.

Ceci dit, les matériaux magnétiques sont caractérisés par leurs propriétés dites intrinsèques qui dépendent de la composition chimique et extrinsèques qui sont fortement liées à la microstructure. Ainsi, les propriétés magnétiques influencées par les caractéristiques structurales à l'échelle atomique sont celles que l'on nomme propriétés intrinsèques : la température de Curie T_c , l'aimantation à saturation M_s et l'anisotropie magnéto cristalline. Les propriétés magnétiques extrinsèques sont le champ coercitif et l'aimantation rémanente (*Francois, 2009*).

Par ailleurs, l'objectif assigné à ce travail portera sur une modélisation des comportements magnétique et magnéto-mécanique des matériaux magnétique. Notre attention sera concentrée sur les indicateurs et paramètres magnétiques du composé cristallin $Fe_{80}B_{20}$ (%*mass.*) et leurs différentes causes et interactions qui gèrent leurs variations.

Cependant, sous des conditions ambiantes en température, tout en appliquant un champ magnétique extérieure H , il nous a été permis d'établir plusieurs paramètres et propriétés magnétique des poudres de $Fe_{80}B_{20}$ (%*mass.*). Le plus important de ses résultats est la détermination suivant un intervalle temporelle de broyage, des courbes d'aimantations $M(H)$ en fonction du champ magnétisant H . L'évolution classique des aimantations rémanente M_r et à saturation M_s ainsi que le champ coercitif H_c suivant les temps déferés de broyage ont été définis en premier.

Du point de vue magnétique, les propriétés magnétiques changent ardemment au niveau de la microstructure du matériau, les mutations essentielles concernent la structure et les parois des domaines. A cet effet, nous avons approfondis notre étude par la détermination de plusieurs paramètres magnétiques à savoir : la constante d'anisotropie magnétique, K , le champ de nucléation, H_n , la perméabilité magnétique maximale, μ_{MAX} , et l'énergie de perte d'hystérésis, E_{HL} . Vue la complexifié de ces différentes phénomènes magnétique, nous essayons d'atteindre une approche qui va nous permettent d'interprétés les différents phénomènes toute en essayant de modélisé physiquement la relation énigmatique qui gèrent ses interactions.

II .1.2. Phénomologie

Le magnétomètre à échantillon vibrant repose sur le phénomène de variation du champ fermé (flux) par une bobine. De ce fait, une tension apparaîtra à travers les bornes des bobines. C'est un principe très fréquemment utilisé, par exemple, dans la plupart des générateurs électriques, où un aimant tourne à l'intérieur ou à proximité d'une bobine (ou une bobine qui tourne près d'un aimant). Si une bobine est placée dans un champ magnétique de sorte que le flux est enfermé par cette bobine, une modification de ce flux fermé provoquera une induction dans cette bobine selon loi de Maxwell (Foner, 1959) :

$$\vec{\text{rot}} E = - \frac{d\vec{B}}{dt} \quad (2,1)$$

Avec E : le champ électrostatique, B : l'induction magnétique.

En appliquant le théorème de Stokes, rot E peut être réécrit-en :

$$\oint \vec{E} \cdot d\vec{l} = - \frac{d}{dt} \int \vec{B} \cdot d\vec{s} = - \frac{d\varphi}{dt} \quad (2,2)$$

Avec φ : le flux magnétique, E est l'intensité du champ intégré le long d'une spire de la bobine. Ceci peut être réécrit pour une bobine à N spires comme :

$$Vdl = -N \frac{d\varphi}{dt} \quad (2,3)$$

II.1.3. Appareille utilisé

Dans notre études le dépistage de toute les mesures magnétiques du matériau $Fe_{80}B_{20}$ (%mass.) ont été effectué par l'intermédiaire du magnétomètre à échantillon vibrant (en anglais VSM : Vibrating Sample Magnetometer), de type Microsense EZ7 du laboratoire de

physicochimie des matériaux de l'Université Chadli Bendjedid Eltarf. Cet appareil est destiné à déterminer en fonction du champ appliqué et de la température les mesures des propriétés magnétiques des matériaux dans différentes configurations.

Inventé en 1955 par *Simon Foner au Lincoln Laboratory du MIT*, le magnétomètre à échantillon vibrant, Fig. (2.4), est un instrument scientifique de laboratoire permettant de mesurer les propriétés magnétiques d'un matériau (*Heisenberg, 1928*). Le composant vibrant provoque une modification du champ magnétique de l'échantillon, ce qui génère un champ électrique dans une bobine basée sur la loi d'induction de *Faraday*. En mesurant la sortie électrique, qui est amplifiée dans le *VSM*, nous pouvons déterminer les propriétés du matériau testé. Le magnétomètre à échantillon vibrant comprend un électroaimant pouvant produire un champ magnétique maximum de 2,15 *Tesla* à température ambiante et 1,75 *Tesla* à haute température. Un logiciel "*EASY VSM*", permet de visualiser sur interface, le cycle d'hystérésis pendant la mesure puis de récupérer les données sous forme numérique.

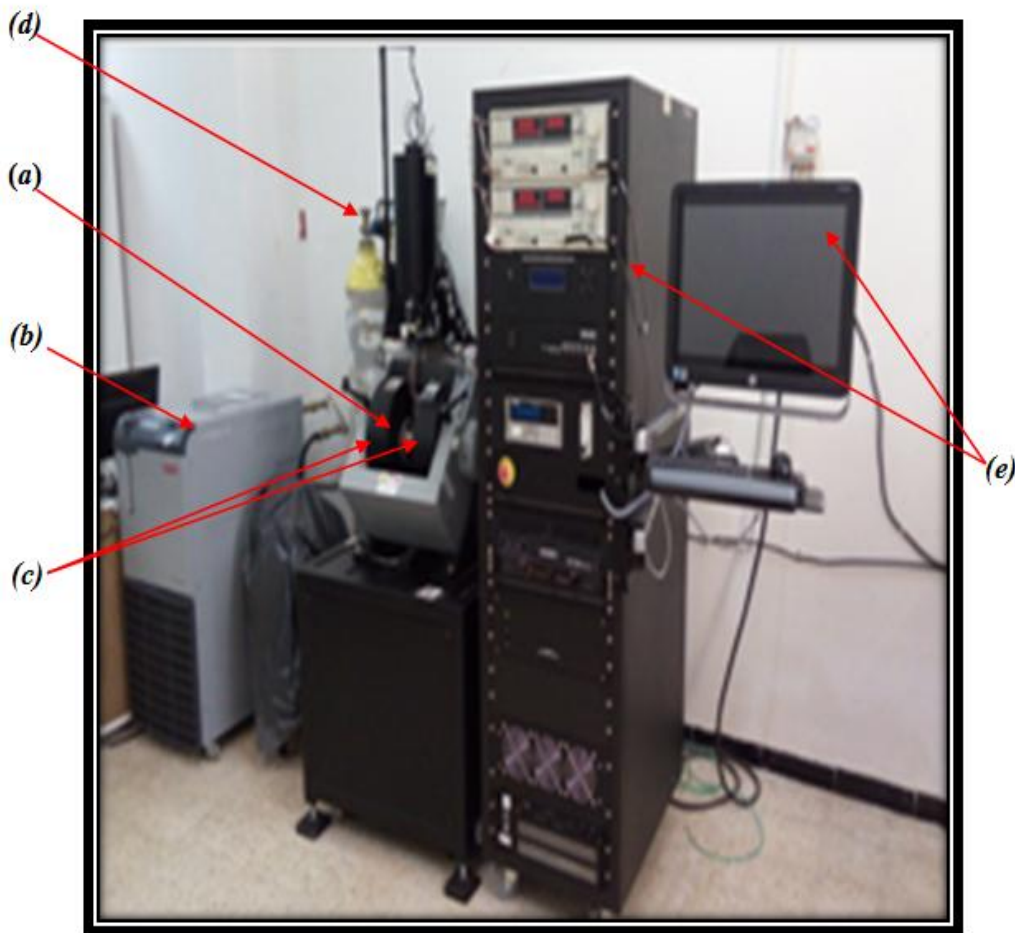


Figure (2.4) : Schéma du Magnétomètre à échantillon vibrant Microsense EZ7. (a)Tige ; (b) Système de refroidissement; (c) électro-aimant ; (d) Appareils vibrants ; (e) Alimentation des puissances magnétisantes et Interface.

L'aimant est active avant le début de la mesure, donc si l'échantillon est magnétique, il le deviendra d'autant plus fort que le champ produit sera fort. Un champ magnétique apparaît autour du matériau et, une fois que la vibration commence, le champ peut être analysé au fur et à mesure que des changements se produisent par rapport à la synchronisation du mouvement.

Le degré de magnétisation est déterminé par un logiciel qui utilise la force du champ, la vitesse à laquelle l'échantillon vibre données par une sonde qui mesure le magnétisme de l'échantillon et la valeur du champ magnétique résultant des vibrations. Les modifications du signal sont converties en valeurs par le logiciel pour représenter graphiquement la magnétisation en fonction de l'intensité du champ magnétique, souvent appelée courbe d'hystérésis.

II.1.4. Principe de fonctionnement

Entourant les bobines d'échantillonnage et de détection, un électroaimant, qui est utilisé pour faire varier le champ auquel l'échantillon est exposé de sorte que l'aimantation puisse être mesurée en fonction du champ appliqué. Dans des systèmes plus avancés, l'unité de vibration ou l'aimant peut être tourné afin de rendre possible des mesures où la direction du champ par rapport à l'échantillon change. L'échantillon et éventuellement la bobine du système de détection est entouré d'un cryostat ou d'un four pour rendre les mesures dépendant de la température possibles. Cependant, cela conduit généralement à une légère diminution de performance en raison du compromis nécessaire concernant le placement de la bobine de détection. Un système de refroidissement assure la stabilité de la température.

Dans le VSM, un flux changeant est créé en faisant vibrer un échantillon magnétique dans la proximité d'un ensemble de bobines de détection. Le changement du flux enfermé par les bobines, du au mouvement de l'échantillon, provoque une tension d'induction. Bien que l'instrument a été beaucoup amélioré depuis les premières publications, son principe de base reste le même. Dans le VSM, Fig. (2.5), un échantillon est relié par une tige, porte-échantillon, à une vibration sources. L'échantillon est placé au milieu d'un ensemble de bobines de détection dans lesquelles la tension sera induite.

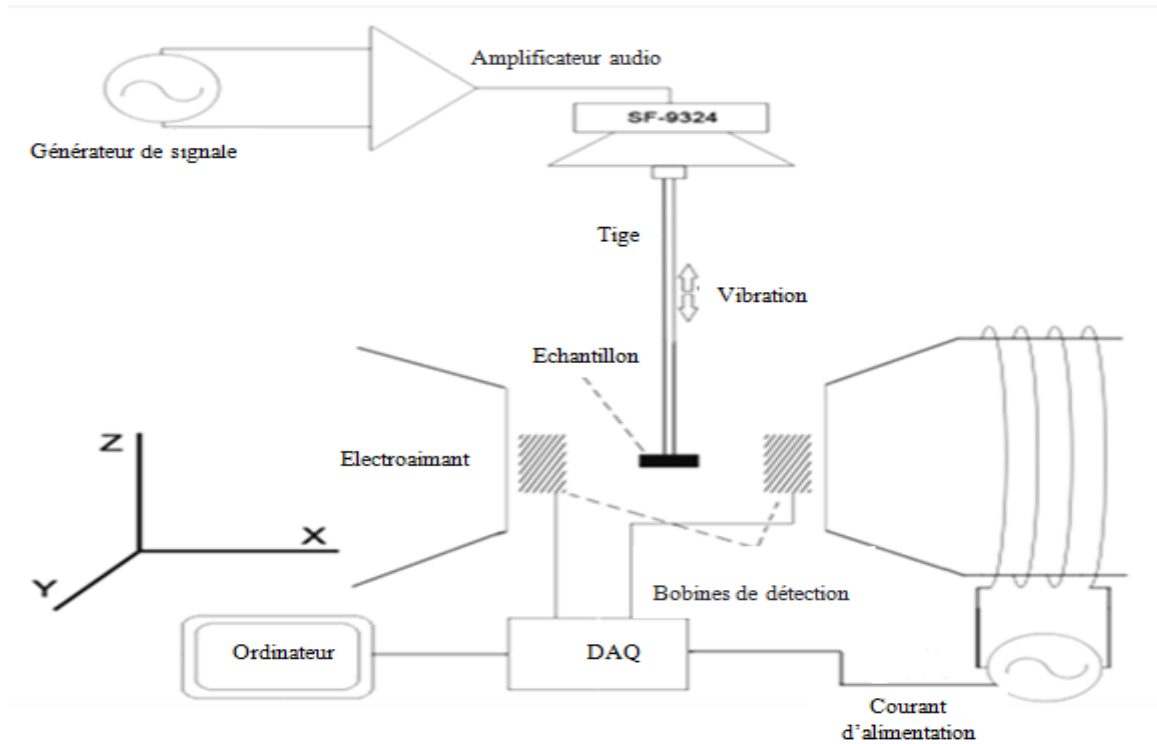


Figure (2.5) : Schéma de principe de fonctionnement d'un magnétomètre à échantillon vibrant (VSM) (Hussain Shah, 2013).

En raison du mouvement (de haut en bas) de l'échantillon, un changement de flux dans des bobines de détection sera créé. Il existe de nombreuses approches pour la conception et le placement optimaux des micros bobines, beaucoup d'entre elles sont adaptées à la détection du vecteur d'aimantation (les composantes X, Y et éventuellement Z de l'aimantation). Les systèmes de bobines ont en commun le fait qu'un groupe de (au moins deux) bobines est toujours utilisé. Si les bobines sont commutées correctement, elles annuleront le bruit du champ des fluctuations, les champs de fond et les vibrations de la bobine dans une très large mesure.

II.1.5. Montage expérimental

Les détails des électroaimant du magnétomètre à échantillon vibrant est représenté sur la figure (2.6), l'échantillon (sample) est placé au bout d'une tige en quartz (la tige porte-échantillon) et positionné au centre d'un bobinage (Electroaimant) produisant un champ magnétique H. La variation graduelle du champ magnétique appliqué H permet d'aimanter l'échantillon.

L'échantillon aimanté vibre verticalement suivant l'axe Z à une fréquence déterminée et avec une amplitude constante, ceci produit un flux magnétique variable avec le temps à travers les bobines et dont l'intensité est corrélative au moment magnétique de l'échantillon. Ainsi, l'altération de flux est captée par l'intermédiaire d'une bobine associée à une détection synchrone (en phase) à la fréquence de vibration. De ce fait, le signal en sortie de la détection synchrone est enregistré permettant d'avoir la valeur de l'aimantation du matériau (Escorne, al., 1973).

D'autre part, la variation de flux magnétique entraîne la création d'une tension dans les bobines la mise en œuvre de cette technique permet de réaliser des mesures rapides et une caractérisation précoce des propriétés magnétiques ainsi la mesure de cycle d'hystérésis d'un matériau.

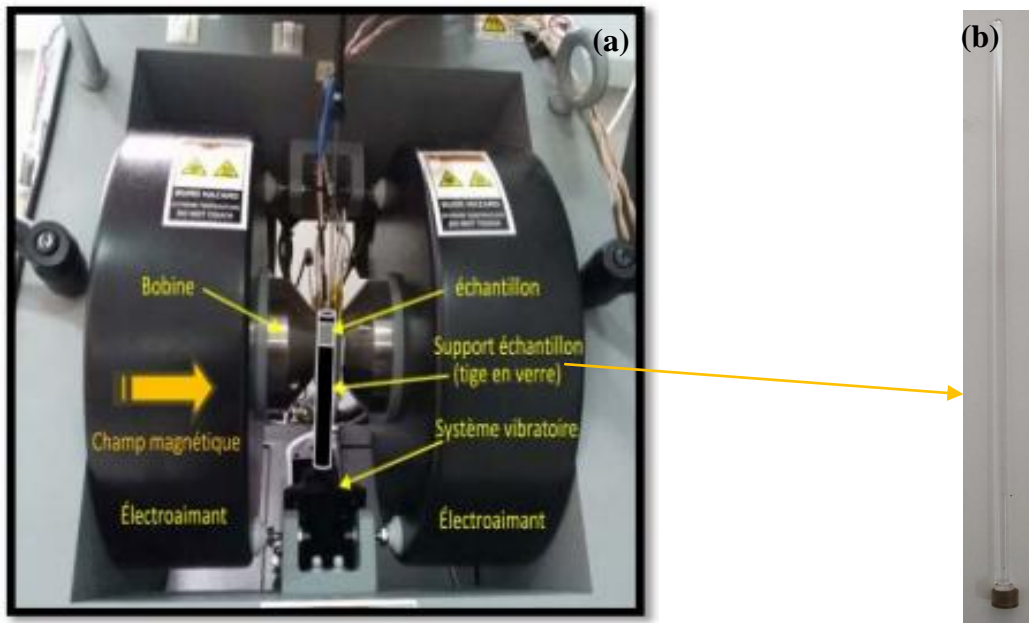


Figure (2.6) : (a) Détails des électroaimants d'un magnétomètre à échantillon vibrant (VSM) (Benhamoud, 2020), (b) Tige et porte échantillon.

II.1.6. Condition de mesure

Il existe différentes conditions de mesure des paramètres magnétiques par VSM. Pour le mélange de poudre de composition nominale de l'échantillon $Fe_{80}B_{20}$ (%mass.) la sensibilité est généralement comprise entre 10^{-8} et 10^{-10} Am⁻², le facteur limitant la sensibilité et souvent le bruit transmis du système vibrant aux bobines de mesure. Les étapes de mesures sont comme suite :

- Préparation de l'échantillon en induisant les poudre dans un porte échantillon spécifique et le coller en bas de la tige en verre.
- Insertion et fixation de la tige dans le bras vibreur entre les électroaimants.
- Programmation des conditions de mesures choisies via le logiciel *EasyVSM*. Ce logiciel utilise un fichier de recette pour effectuer une mesure. Les fichiers sont chargés dans la table de séquences du menu. Lorsque la mesure est lancée, le logiciel lit la liste des fichiers de recette (et effectue les mesures souhaitées) séquentiellement jusqu'à ce qu'elles soient toutes terminées.
- Le fichier dit « de recette » contient tous les paramètres spécifiés aux conditions fixées pour faire la mesure à savoir le domaine de variation du champ externe, le pas et le type de mesure. Dans notre étude le domaine de champ externe choisi est ± 20 KOe avec un pas de balayage de 300 Oe à la température ambiante sans variation de l'angle. L'utilisation d'un fichier pour stocker ces paramètres présente l'avantage de répétition des mesures exactement de la même manière à un stade ultérieur. Cela facilite également la réalisation ou la répétition d'une série de mesures.

III. Paramètres mesurés

Plusieurs paramètres magnétiques peuvent être mesurés in-situ en utilisant le magnétomètre à échantillon vibrant. Le but de l'étude étant d'étudier l'hystérésis magnétiques de nos échantillons vue que c'est la mesure la plus standard de toutes les mesures magnétiques.

De nombreux paramètres importants et propriétés magnétiques peuvent être déterminés de la boucle d'hystérésis soit in-situ soit par calcul basé sur les paramètres mesurés. La boucle d'hystérésis est une mesure du champ magnétique ou l'aimantation en fonction du champ appliqué. À partir du champ maximal (positif ou négatif), le champ est diminué par paliers et à chaque champ l'aimantation est mesurée et tracée. En effet, les paramètres qu'on peut acquérir du cycle d'hystérésis par VSM sont considérables et importants, on va concentrer l'étude sur les paramètres suivant :

- Le champ coercitif H_C , le champ au quel la courbe croise suivant l'axe horizontale, le traitement de calcul se fait par le logiciel "*EASY VSM*" qui calculera le H_C pour la

boucle de bas et de haut et calculera également la moyenne $(H_{c_{up}}+H_{c_{down}})/2$ puisque $H_{c_{min}}$ est négatif, ceci aboutira à la moyenne.

- Le champ de nucléation H_n . Les défauts structuraux sont des sources de sites de nucléation. H_n représente le champ de la nucléation de nouveaux domaines magnétiques qui sont le résultat de la propagation des parois qui est à l'origine du renversement de l'aimantation. Plus l'aimantation se renverse facilement, plus le champ coercitif du matériau est faible, et plus il existe de domaines magnétiques.
- L'aimantation à saturation, M_S , qui reflète la capacité à fédérer une densité plus au moins élevée du flux extérieure.
- L'aimantation rémanente, M_r , aimantation mesurée après saturation à champ nul.
- L'aire sous la courbe d'hystérésis permet de mesurer les pertes magnétiques statiques.
- La perméabilité maximale, μ_{max} , qui représente la valeur maximum du dérivé dM/dH de la courbe entière.

IV. Paramètres calculés

Sur la base des paramètres magnétiques mesurés par le *VSM* nous avons pu développer notre étude en calculant d'autres paramètres magnétiques à savoir la constante d'anisotropie et la perméabilité initiale.

IV .1. Constante d'anisotropie

Dans un matériau magnétique ordonné, il existe une énergie qui oriente l'aimantation, le long de certains axes cristallographiques définis, appelés axes de facile aimantation. Cette énergie est appelée énergie magnétocristalline ou énergie d'anisotropie E_A . La formulation de l'énergie d'anisotropie E_A du fer est en fonction des cosinus directeurs α_1 , α_2 et α_3 ramenés aux arêtes du cube ainsi que les constantes d'anisotropies K_1 et K_2 ⁽⁹⁾.

$$E_A = K_1 (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_1^2 \alpha_3^2) + K_2 (\alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2) \quad (2.4)$$

Dans notre étude nous avons utilisé une formule expérimentale suivante (*AKhtar et al., 2017*) :

$$K = \frac{H_c * M_S}{0,96} \quad (2.5)$$

Avec : H_C : Le champ coercitif et M_S : L'aimantation à saturation.

IV.2. La perméabilité initiale

La perméabilité μ est une caractéristique de qualité pour les matériaux qui s'aimante facilement, elle représente le rapport entre l'induction magnétique B et le champ magnétique H sur la courbe de première aimantation. Dans les mesures magnétique d'un matériau isotrope, on utilise généralement la perméabilité relative μ_r qui est le quotient entre la perméabilité μ et la perméabilité du vide μ_0 : $\mu_r = \mu / \mu_0$. par définition, la perméabilité initiale μ_i (perméabilité relative initiale) est le rapport :

$$\mu_i = \lim_{H \rightarrow 0} \frac{dB}{dH} \quad (2.6)$$

Défini sur un échantillon n'ayant jamais subi d'aimantation irréversible, sa valeur est déterminé par la mesure lorsque $H=0$. Elle augmente très vite avec H , puis atteint un maximum μ_{max} , Fig. (2.7), et décroît ensuite progressivement pour tendre vers les plus grandes valeurs de H (saturation). Ainsi, la perméabilité initiale μ_i est d'autant plus grande que le matériau ferromagnétique est pur (Faroux et al., 1998).

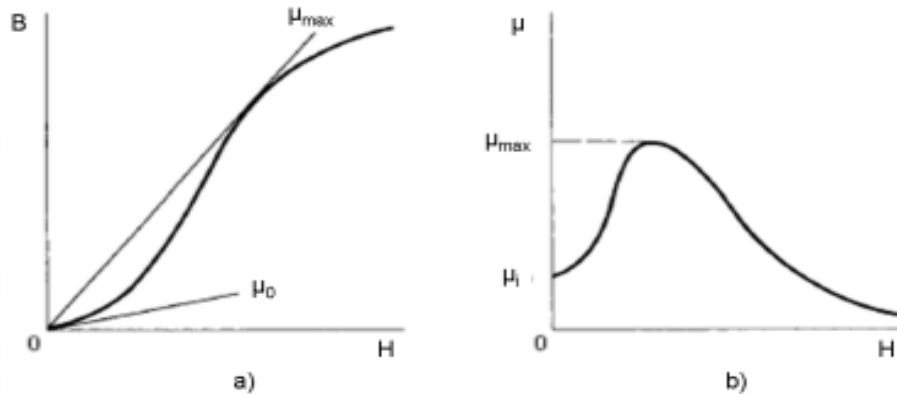


Figure (2.7) : (a) Courbe de 1^{ère} Aimantation d'un matériau ferromagnétique. (b) Variation de la perméabilité en fonction de l'amplitude du champ H (Cullity et al. , 2008).

La valeur de la perméabilité relative initiale est déterminée par extrapolation des différentes mesures magnétiques. Dans notre étude ce paramètre est déterminé suivant les mesures prises des loupes du cycle d'hystérésis de notre échantillon et ses caractéristiques structurales telle que (M_S : aimantation à saturation, D : taille moyenne des grains, K : constante d'anisotropie), injecter dans la formule suivante (Akhtar et al., 2017) :

$$\mu_i = \frac{M_S^2 * D}{K} \quad (2.7)$$

V. Conclusion

Dans ce chapitre nous avons présentés en bref la technique d'élaboration des poudres d'apport de $Fe_{80}B_{20}(\%mass.)$, par broyage mécanique suivi de la technique de caractérisation par magnétomètre à échantillon vibrant mettant en évidence les différentes propriétés magnétiques mesurés de la courbe du cycle d'hystérésis telle que ($M_r, M_s, H_c, H_n \dots etc$) ainsi que les paramètres calculés. La phénoménologie d'aimantation théorique et technique ont été évoquées, dans le cadre de description des processus d'aimantation magnétiques pour expliquer les différentes interactions qui influents l'identité de la nature magnétique de notre échantillon dans le chapitre suivant.

Chapitre III

RÉSULTATS & DISCUSSION

.....

Ce chapitre est consacré à la présentation des résultats obtenus à partir des mesures de cycles d'hystérésis en fonction du temps de broyage. Plusieurs propriétés magnétiques mesurées et calculées seront discutées.

I. Cycles d'hystérésis

Le cycle d'hystérésis est une circonstance d'expérience axiomatique qui formalise la mesure des variations d'aimantations d'un matériau, dont les résultats acquis dépendent non seulement des critères expérimentales usuels (le champ d'excitation, la température, etc. ...) mais également des divers états d'aimantations antécédentes par la conciliation des domaines élémentaire ⁽¹⁾.

Les mesures magnétiques dans cette étude ont été réalisées au sein du laboratoire de physique des matériaux à l'Université Chadli-Bendjedid El Tarf. La première partie de ce chapitre décrit les courbes d'aimantation qui sont obtenues à l'aide d'un magnétomètre à échantillon vibrant (VSM) type Microsense EZ7, à la température ambiante, en appliquant un champ magnétique extérieure H . La deuxième partie va être consacrée à l'étude de l'influence des propriétés structurales et microstructurales telle que la taille des grains, le taux de microcontraintes, etc.. sur les propriétés magnétiques obtenues (champ coercitif, etc.....). Par ailleurs, afin de développer notre étude comparatif, nous avons regroupés tous les cycles d'hystérésis affectés à la figure (3,1) qui décrivent la variation de la magnétisation M en fonction du champ appliqué H correspondant aux différents temps de broyage.

Dans nos mesures, pour acquérir les cycles d'hystérésis de l'échantillon $Fe_{80}B_{20}$ (%mass.), on fait osciller progressivement le champ magnétique externe H entre deux valeurs culminantes, ± 20 KOe, permettant d'atteindre une valeur d'aimantation à saturation. Ainsi, en résiliant graduellement le champ magnétique extérieur, le matériau s'investi dans un état métastable d'aimantation rémanente. A posteriori ou la mesure du champ magnétique extérieur appliqué dans la direction antagoniste augmente, l'aimantation

atteint petit à petit l'état de saturation. Enfin, pour une valeur singulière du champ appliqué nommé champ coercitif, l'aimantation s'annule.

L'évolution des cycles d'hystérésis ainsi obtenus, Fig. (3.1), en fonction du temps de broyage sont des sigmoïdes étroites, fermés et saturés ce qui reflète le caractère ferromagnétique doux de nos poudres. Les décalages par rapport à l'origine observés sur les différents cycles peuvent être attribués à l'anisotropie d'échange magnétique. La différence dans l'amplitude de l'aimantation observée dans les échantillons broyés 3 h de temps peut être allouée à la composition chimique, la taille des cristallites et taux de micro contraintes ainsi qu'à l'anisotropie magnétique.

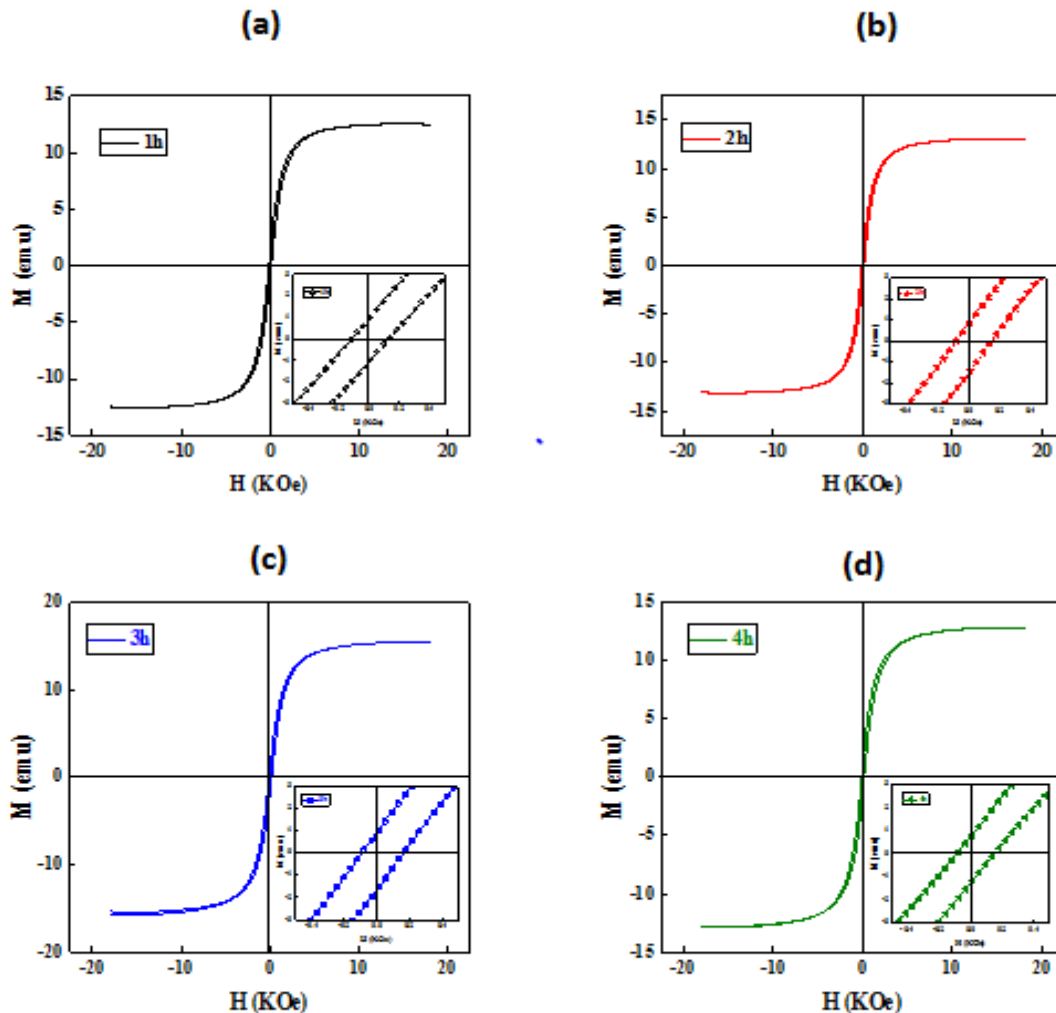


Figure (3.1) : Cycles d'hystérésis et agrandissements de la partie centrale des composés $Fe_{80}B_{20}$ (%mass.) à 300 K et à différents temps de broyage :
 (a) : 1 h ; (b) : 2 h ; (c) : 3 h ; (d) : 4 h.

Néanmoins, au cours de l'évolution du cycle d'hystérésis l'énergie approvisionnée au matériau suite à l'excitation par un champ magnétique extérieure H , vient perturber l'équilibre des parois de *Bloch*. Les conséquences de cette perturbation ont des incidences directes sur les domaines magnétiques dont l'orientation et le sens privilégiés d'aimantation, qui sont voisins de ceux de l'excitation, vont avoir une attitude à augmenter de volume au détriment des autres domaines pourvu d'une orientation opposée à celle de champ magnétique extérieure H . A ce stade les parois de *Bloch* ne se déplacent pas librement, elles sont emprisonnées au niveau de toutes les micro-hétérogénéités existantes dans la matière (dislocations, précipités, joints de grain, ...).

A tout compte fait, la taille des domaines change en fonction de l'énergie fournie au matériau par stimulation d'un champ magnétique extérieure à celui-ci. A la limite, les parois de *Bloch* auront la capacité de se révoquer et de changer de taille lorsque le champ magnétique extérieur, H , atteint une valeur critique H_S . Ainsi, le mouvement des parois sera attribué à de nombreux paramètres qui se distinguent entre autres par la conductivité du matériau, l'intensité, la vitesse de l'excitation, et la quantité d'obstacles (joints de grain) existant dans le matériau (*Kong, 2000*).

D'autre part, les courbes des cycles d'hystérésis, appropriés à 300 K, des poudres de l'échantillon $Fe_{80}B_{20}$ (%*mass.*) après différents temps de broyage sont présentés en superposition sur la figure (3.2). Tracés suivant une allure sigmoïdale, tous les cycles sont restrictifs et annoncent de faibles pertes magnétiques. Ainsi, en incrémentant le temps de broyage plusieurs phénomènes apparaissent, entre autres l'effet important de la magnétostriction à saturation qui peut être la cause de l'aplatissement des cycles d'hystérésis (*McHenry et al, 1999 ; Gercsi et al., 2004 ; Kane et al., 2005*). En résumé, la valeur de la constante de la magnétostriction à saturation dépend de la composition chimique des alliages métalliques amorphes ferromagnétiques (*O'Handley, 1999*).

Toutefois, la superposition des différents cycles mesurés, Fig.(3.2), peut nous permettre de visualiser les effets du temps de broyage. Le mélange de poudres mécaniquement allié présente une saturation élevée à 3 h qui peut être assignée à l'évolution des caractéristiques magnétiques en fonction des dimensions des cristallites, ceci est visible lors de la transformation de la taille des particules attribuable au mécanisme de la formation et la distribution des différentes phases (le borure, $Fe_{1,8}B_{0,2}$ et la ferrite, $\alpha-Fe$) qui compose notre alliage.

Doués d'une saturation rapide et de très faible champ coercitif (un cycle d'hystérésis étroit), notre échantillon peut être classé comme alliage ferromagnétique doux. Ces résultats coïncident avec la théorie générale des champs coercitifs qui dépend fortement de la microstructure des matériaux magnétiques tels que: la taille des cristallites et les microdéformations. A contrario, l'aimantation à saturation est généralement indépendante de la microstructure, mais elle dépend étroitement de la composition chimique de l'ambiance locale des atomes et leurs structures électronique (Shokrollahi, 2009 et Yuping Duan et al, 2012).

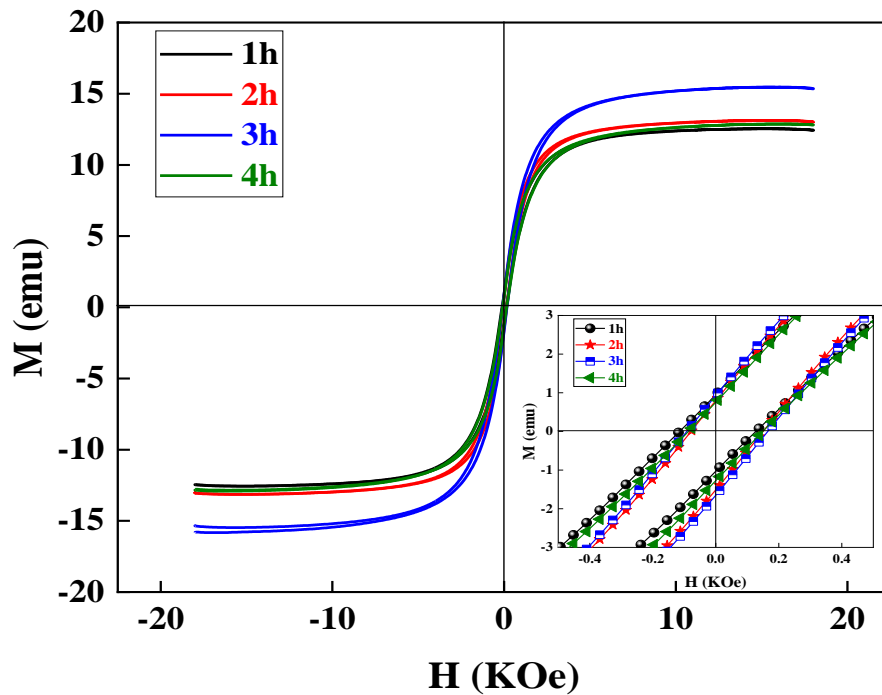


Figure (3.2) : Superposition des courbes d'hystérésis à différents temps de broyage.

II. Paramètres mesurés in situ

II.1. Le champ Coercitif

Le champ coercitif, H_C , est une grandeur magnétique essentielle dans l'étude des matériaux magnétiques. Il est défini comme étant la valeur du champ magnétique qu'il faut imputer pour rétracter l'aimantation. Il représente pareillement la valeur minimale du champ magnétique qu'il faut utiliser pour permuter le sens de l'aimantation. En revanche, ce dernier est ardemment influencé par des propriétés magnétiques qui sont vigoureusement liées à la microstructure et plus exactement à la taille des grains et à l'anisotropie magnétique.

L'interprétation de l'évolution du champ coercitif, H_C , en fonction du temps de broyage est déterminée à partir de la figure (3.3). Nous pouvons en déduire deux stades : une hausse escarpée jusqu'à 3 h de broyage (stade 1), enchaîné d'une faible décadence atteignant une valeur de l'ordre de 148.5 Oe après 4 h de broyage (stade 2). Néanmoins, la pseudo stabilisation (dans l'ordre de l'erreur) de la valeur de H_C , peut être interprétée par l'assiduité d'une dépendance de l'effet de diminution de la taille moyenne des grains qui entraîne une altération de H_C , en contre parti le rapport de multiplication des microcontraintes contribue à l'augmentation de H_C . Finalement l'ascension de H_C est vraisemblablement due à l'effet de l'augmentation des microcontraintes et des tailles des grains.

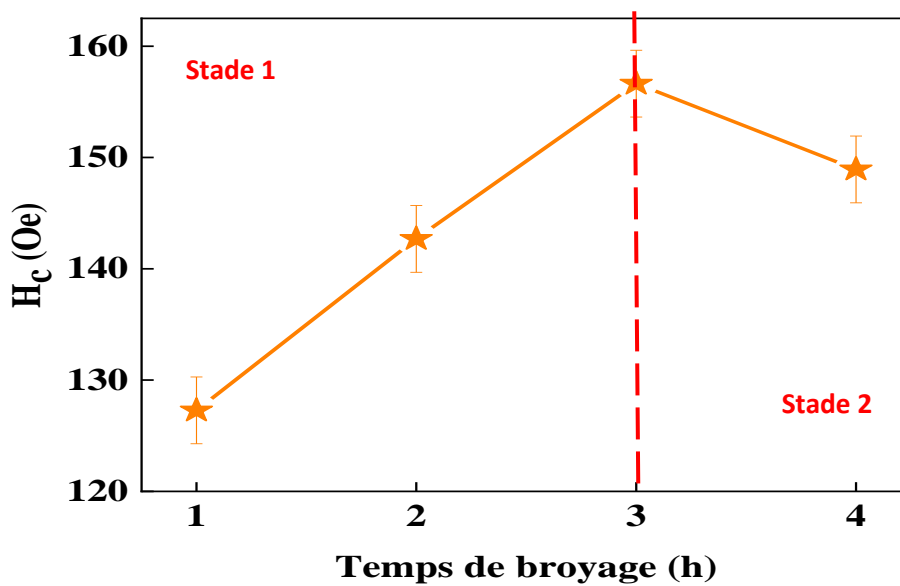


Figure (3.3) : Variation de la coercivité, H_C , en fonction du temps de broyage.

II.1.1. Effet de la taille des cristallites sur la coercivité

En fait, durant le premier stade entre 1 h et 3 h de broyage de nos poudres, l'augmentation linéaire du champ coercitif H_C en fonction du temps de broyage peut être expliquée en considérant la dépendance de la coercitivité avec la variation de la taille moyenne des grains, $\langle L \rangle$, due à l'effet des microcontraintes induites par broyage mécanique. En conséquence il se manifeste un phénomène concurrentiel qui s'instaure entre les proportions de phases (le borure, $Fe_{1.8}B_{0.2}$, la ferrite, $\alpha-Fe$), Fig. (3.4), induisant l'hypothèse d'altération du couplage entre les grains ferromagnétiques par le biais de la solution solide de fer bore, qui se traduit, par une substitution entre les éléments ferromagnétiques et les éléments non magnétique. En effet, au delà de 3 h de broyage c'est le pourcentage du borure formé qui prend le dessus et cause la diminution de H_C .

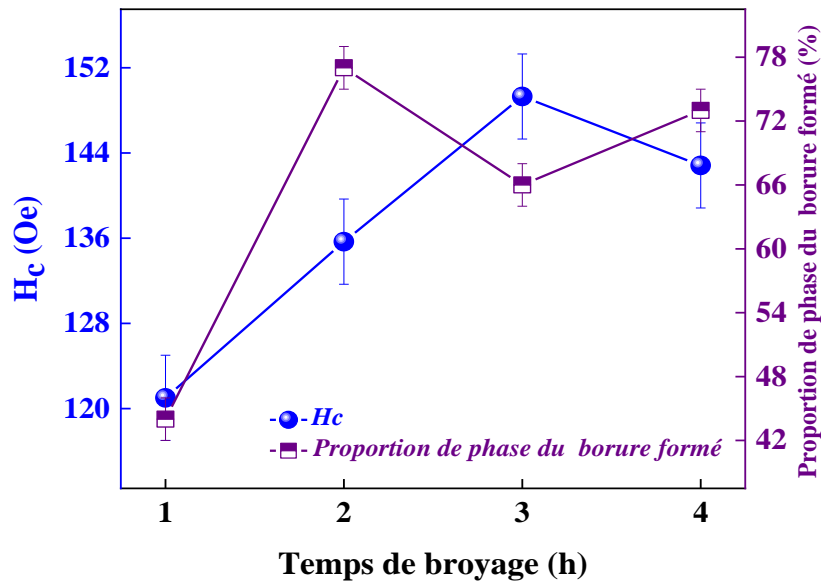


Figure (3.4) : Evolution de la coercivité parallèlement avec la proportion du borure formé en fonction du temps de broyage.

La taille des cristallites est l'une des caractéristiques structurales qui énumère un effet très conséquent et prépondérant dans l'étude des propriétés électriques et magnétiques des matériaux, en vertu de la corrélation très profonde qui relie celle-ci au champ coercitif H_C . Plusieurs études dans la littérature mettent en évidence une investigation de l'influence de la taille des cristallites sur les propriétés magnétiques des matériaux doux. La synthèse générale a été que la taille des grains la plus grande des cristallites aboutira à de meilleures propriétés magnétiques des matériaux (Anhalt, 2008). Cela été démontré par le fait que pour les grandes tailles des grains le nombre de défauts structuraux qui empêchent le déplacement des parois de Bloch est plus petit que pour les grains de plus petite taille (Anhalt., 2008).

Ainsi, l'événement obtenu durant le premier stade de broyage, atteste un accroissement du rapport de multiplication des microcontraintes qui contracte une hausse de la taille moyenne des grains par effet de soudage mécanique, Fig. (3.5), enchainant une augmentation en gaussienne du champ coercitif, H_C . Pendant le deuxième stade de broyage, après 3 h, la diminution du champ coercitif, H_C , peut être liés à deux événements dépendant, qui se manifeste de manière consécutif jusqu'à l'achèvement du processus de broyage, la fracture et le soudage des grains qui sont régit par le taux de microcontrainte et son sens conduisant à la variation de la taille des grains.

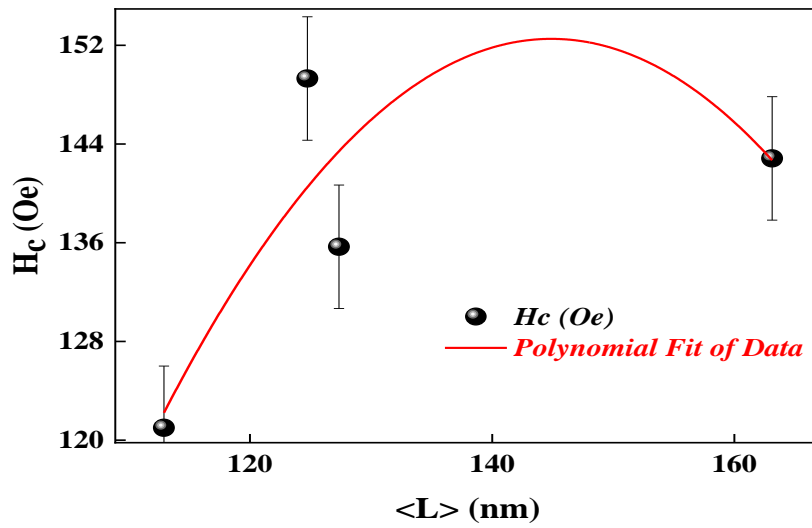


Figure (3.5) : Évolution du champ coercitif, H_c , en fonction de la taille des cristallites, $\langle L \rangle$.

En fait, on enregistre suivant la figure (3.5) un retournement d'allure du comportement de la coercitivité à cause de différents phénomènes qui se produisent en même temps sur nos échantillons. Juste après 3 h de broyage la décroissance de la coercitivité persiste mais avec une augmentation de la taille moyenne des grains de poudres, $\langle L \rangle$. Cette variation illicite est due simplement aux phénomènes récurrent de soudage des grains du borure formés qui prennent le dessus à ce stade de broyage, donnant naissance à un alliage qui vire vers un caractère magnétique doux qui découle usuellement de l'exemption des tensions résiduelles pendant que la taille des particules augmente et de l'affinement des tailles des grains de la ferrite. En effet, cette particularité existe dans les alliages métalliques amorphes ou règne une désagrégation atomique œuvrant à des caractéristiques magnétiques excessivement douces (*Chicinas et al., 1995*).

II.1.2.Effet du Champ de microcontraintes sur la coercitivité

L'effet du champ de microcontraintes se rapporte vivement sur l'évolution des tailles de grains appartenant aux différentes proportions de phases formées lors du processus de broyage. Toute fois, l'effet du développement du taux des microcontraintes, $\langle \sigma^2 \rangle^{1/2}$, présentent dans nos poudres, sur la coercitivité, H_c , est visualisée dans la figure (3.6). La meilleurs représentation de ces résultats est un fit linéaire basé sur la corrélation entre les résultats obtenus précédemment (*Mezni, 2020*) et ceux obtenus dans notre étude magnétique. On note une augmentation linéaire de la coercitivité en fonction du taux de microcontraintes est alors adoptée. Par ailleurs, l'évolution du taux de microcontraintes lors du processus de

broyage, a ses retombés directe sur les propriétés magnétique du matériau, son augmentation entraine la formation des grains à grandes tailles la ou les pertes magnétiques sont d'autant plus faibles et la perméabilité est plus élevée, que dans le cas des grains ayant une petite taille (*Shokrollahi et al., 2006*).

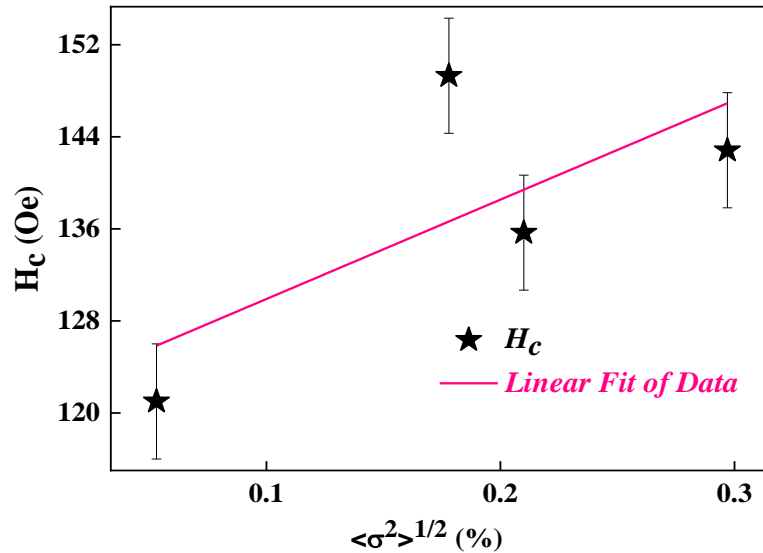


Figure (3.6) : Évolution du champ coercitif en fonction du taux de microcontraintes, $\langle \sigma^2 \rangle^{1/2}$.

II.1.3.Effet de la densité de dislocations sur la coercivité

Par ailleurs, une étude sur ce phénomène atteste que le mouvement des parois de *Bloch* est assujettis à d'innombrable défauts structuraux (dislocations, joint de grains, précipités ... etc) qui constituent des sites d'encrage équivalent énergétiquement à des puits de potentiels pour les parois. Pour triompher l'action de ces défauts, la paroi de *Bloch* doit bénéficier d'une énergie suffisamment grande à partir du champ extérieur qui doit être supérieure au champ de blocage. Ainsi, le mouvement réversible et irréversible des parois d'un site d'accrochage à un autre entraînent à des pertes hystérésis quasi-statique qui sont une conséquence des mouvements des parois de *Bloch* (*Belkebir, 2006*).

Durant le processus du broyage mécanique de notre échantillon $Fe_{80}B_{20}$ (%mass.), la variation des densités de dislocations est omniprésente lors de la formation des structures des du borure $Fe_{1.8}B_{0.2}$, cela est en relation étroite avec les différentes dimensions des tailles des grains apparus dans les deux phases. Toutefois, l'effet de la densité de dislocations est claire voyant sur les propriétés magnétique et structurales des matériaux, Fig. (3.7). Cela ce résume

par le faite que si l'introduction de dislocations par broyage mécanique dans la ferrite cause la formation de nouvelle phase elle induit également la création de nouveaux domaine magnétiques dans le matériau d'où la variation parrallèle de ces deux paramètres.

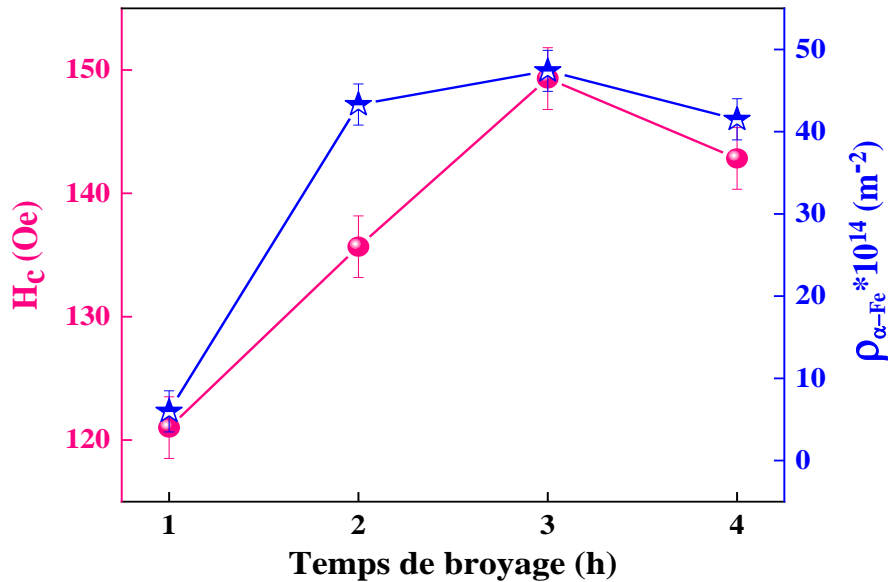


Figure (3.7) : Évolution du champ coercitif, H_c , parrallèlement avec la densité de dislocation, ρ , en fonction du temps de broyage.

II.2. Les aimantations

II.2.1. L'aimantation à saturation

L'aimantation à saturation, M_s , est une grandeur magnétique révélatrice du matériau étudié. Dans le cas des alliages magnétiques, cette grandeur résulte de la composition de l'alliage. Cet effet est d'autant plus déterminant lorsqu'il s'agit d'un alliage constitué par une combinaison d'un élément magnétique et d'un autre élément non magnétique tel que l'alliage de borure, $Fe_{80}B_{20}$ (%mass.).

Sans équivoque, le fer est l'un des éléments les plus importants car il est considérablement utilisé comparativement aux autres métaux. La caractéristique la plus évidente du fer est son comportement magnétique d'où l'intérêt d'une étude magnétique par hystérésis. D'autre part, le bore pur est un élément amorphe amagnétique (*Crangle et al., 1971*). Ainsi, l'altération des propriétés magnétiques peut être étroitement liée au changement de l'ordre atomique local dans le matériau qui altère de ce fait ces propriétés magnétique intégrant la température de curie et l'aimantation à saturation. La figure (3.8)

représente l'évolution de l'aimantation à saturation de nos poudres, M_S , en fonction du temps de broyage décrivant deux stades avec un changement d'allure similaire à celle du champ coercitif observé à 3 h de broyage.

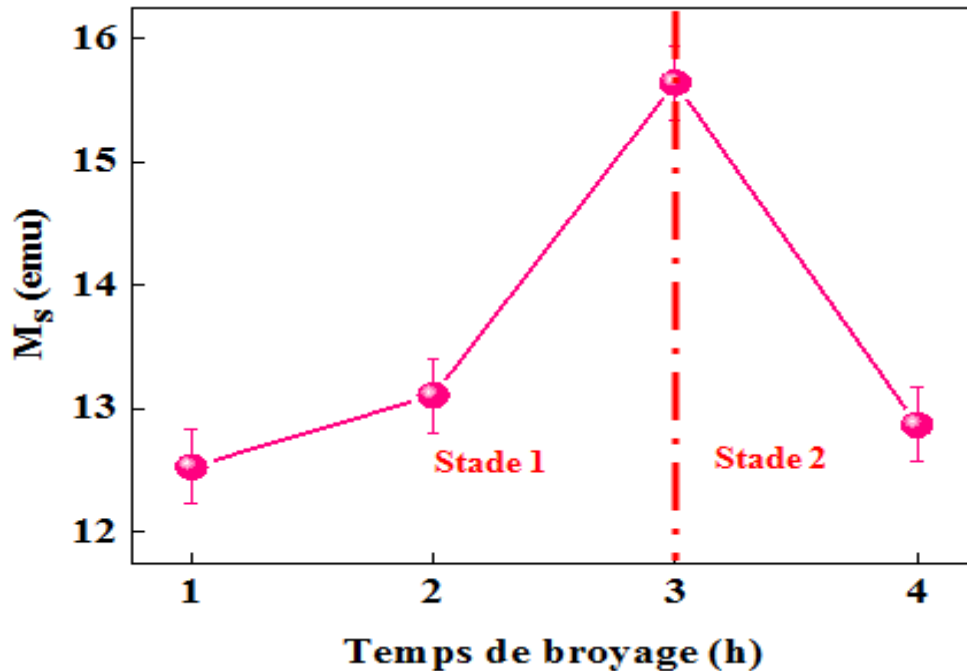


Figure (3.8) : Évolution de l'aimantation à saturation en fonction du temps de broyage.

Dans notre étude la formation du borure, $Fe_{1.8}B_{0.2}$ au cours de l'opération du broyage de l'alliage $Fe_{80}B_{20}$ (%mass.) s'avère très incisive sur la variation de l'aimantation à saturation M_S . Ainsi, la diminution de l'aimantation à saturation M_S inspire un changement remarquable du moment magnétique dû au changement de la disposition de plus proches voisins d'élément magnétique Fe. Ce qui est attirant, la réduction de M_S est conjointement lié à l'existence des éléments non magnétiques (B : Bore) au voisinage des atomes Fe. En effet, après 3 h de broyage, la proportion de la solution solide α -Fe (B) diminue en faveur du borure formé (Mezni, 2020). L'existence du bore dans le voisinage du fer entraîne la diminution du moment magnétique du fer. Ces effets, du moment magnétique de l'atome ont été déjà attribué à l'agencement atomique ou encore à l'ambiance électronique (Gambardella et al., 2003).

En fait, le premier stade, [1h-3h], caractérise une augmentation de l'aimantation à saturation à deux vitesses observable à la variation des pentes d'accroissement. Entre 1 et 2 h de broyage la diminution brusque du pourcentage de la ferrite α -Fe de 57% jusqu'à 22%, en

qualité de précurseur et en complaisance du produit qui n'est autre que le borure, $Fe_{1.8}B_{0.2}$ dont la valeur atteint 78% jusqu'à l'achèvement de ce premier stade. Par analogie à la courbe de la figure (3.8), l'aimantation à saturation M_S correspondante au premier stade d'augmentation, ceci est peut être dû à une étape d'incubation attribuable à la célérité de réaction de fer avec le bore au début de broyage pour la production du borure à l'image du $Fe_{1.8}B_{0.2}$, qui s'établi rapidement et atteint la valeur de 48% juste après 1 h de broyage.

Au cours du deuxième stade [2h-3h], les vicissitudes des proportions avec une vitesse plus lente, ce qui est confirmé par la pente des courbes. D'emblée, la proportion de la phase $\alpha-Fe$ augmente immuablement de 22% jusqu'à atteindre une valeur prépondérante de 35%. à l'inverse, un avilissement accompagne la courbe de proportion de phase $Fe_{1.8}B_{0.2}$ allant de 78% jusqu'à une valeur de 65%. à ce stade la, suivant la figure (3.8), on enregistre une augmentation de l'aimantation à saturation M_S avec la proportion de la phase formée et diminue avec la phase mère qui sera enrichi en bore B.

On remarque que l'aimantation à saturation, M_S , atteint son apogée après exactement 3 h de broyage ce qui traduit que tous les moments magnétiques seront alignés et orientés suivant la direction du champ magnétique appliqué H, on dit alors qu'on est en présence d'un seul domaine magnétique occupé exhaustivement par l'échantillon.

Durant le troisième stade [3h-4h], en remarque suivant figure (3.8), qu'il ya une décroissance impressionnante de la courbe d'aimantation à saturation, M_S , à cause de l'évolution des proportions de phases présentes dans le mélange de poudre $Fe_{80}B_{20}$ (%mass.), favorisant la formation et croissance de la phase du borure $Fe_{1.8}B_{0.2}$ au dépend de la ferrite $\alpha-Fe$. Cette conséquence se répercute par un écrasement total de la phase ferromagnétique ferrite $\alpha-Fe$ en faveur du borure $Fe_{1.8}B_{0.2}$. En conséquence, la régression de la valeur de l'aimantation à saturation M_S durant le troisième stade [3h-4h], est une séquelle d'une boruration dont le principal initiateur est la concentration du borure $Fe_{1.8}B_{0.2}$ formé. On retrouve ce type de variation lors de l'augmentation des proportions de phases amorphes formées au dépend des phases cristallines (O'Handley, 1999).

II.2.2. L'aimantation rémanente

L'aimantation rémanente, M_r , représente l'aimantation résiduelle en champ nul après saturation. Au cœur de cette disposition les parois de Bloch sont immobilisées. L'évolution de

M_r en fonction du temps de broyage est représentée sur la figure (3.9). On enregistre deux stades : les 3 premières heures de broyage du (stade 1) sont octroyées à une augmentation de la rémanence M_r , avec une légère déviation de la pente à partir 2 h de broyage.

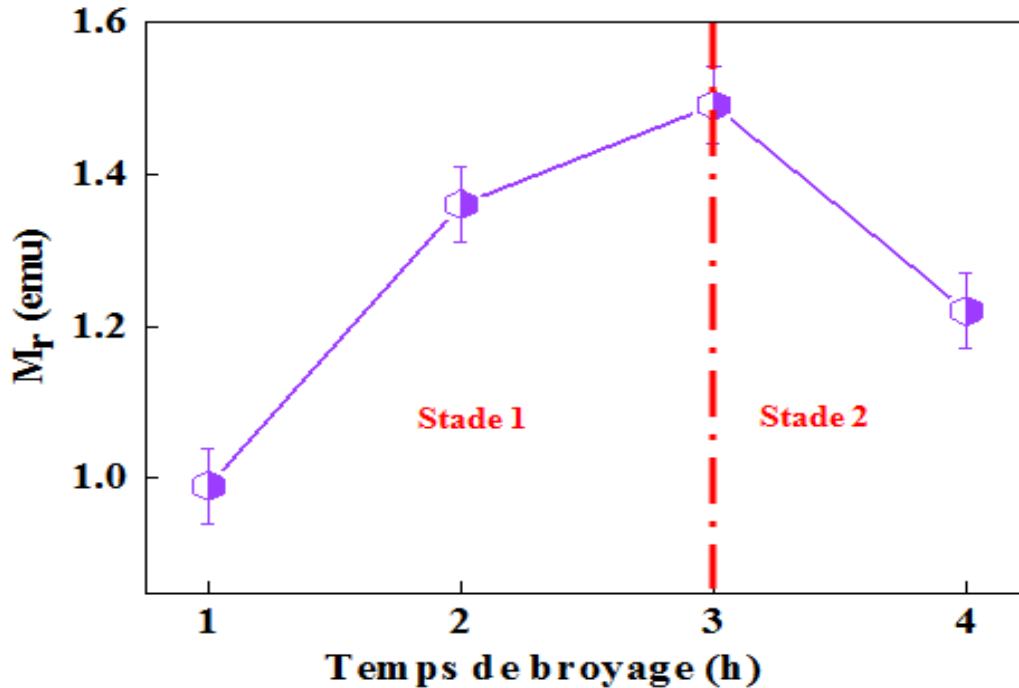


Figure (3.9) : Évolution de l'aimantation rémanente en fonction du temps de broyage.

L'accroissement de M_r est attribuable au mouvement irréversible des parois de Bloch de domaines magnétiques à cause de l'insertion d'innombrable variétés de défauts (joints de grains, précipités, dislocations) ainsi que la constitution des borures type $Fe_{1.8}B_{0.2}$. Néanmoins, malgré que l'aimantation rémanente M_r continue son accroissement, en remarque une discrète atténuation de la pente entre 2 et 3 h de broyage qui peut être lié à une augmentation des paramètres cristallins des deux phases $Fe_{1.8}B_{0.2}$, et $\alpha-Fe$ preuve d'insertion du bore dans la matrice du fer et du désordre du borure formé.

Pendant le deuxième stade le phénomène de soudage des grains obtenu par broyage mécanique cause l'augmentation rapide de la taille des grains des poudres qui peuvent être à l'origine de la diminution brusque de l'aimantation rémanente M_r . Cette diminution peut être aussi corrélée à la valeur modérée de l'anisotropie magnétique d'où l'absence de direction de facile aimantation.

II.2.3. L'aimantation rémanente réduite

Le rapport M_r/M_s dit aimantation rémanente réduite représente un indice nécessaire pour une évaluation de l'énergie magnétique hystérétiques au cours du déroulement du cycle d'hystérésis. Ce rapport est représenté en fonction du temps de broyage sur la figure (3.10), il augmente rapidement jusqu'à 2 h de broyage (stade 1), suivi d'une diminution brusque jusqu'à 3 h (stade 2) pour atteindre un état stationnaire maintenu jusqu'à 4h de broyage (stade 3). Le rapport M_r/M_s est très faible et varie entre 0,07 et 0,10 il correspond d'après la littérature aux multidomaines (*Fallot, 1935*).

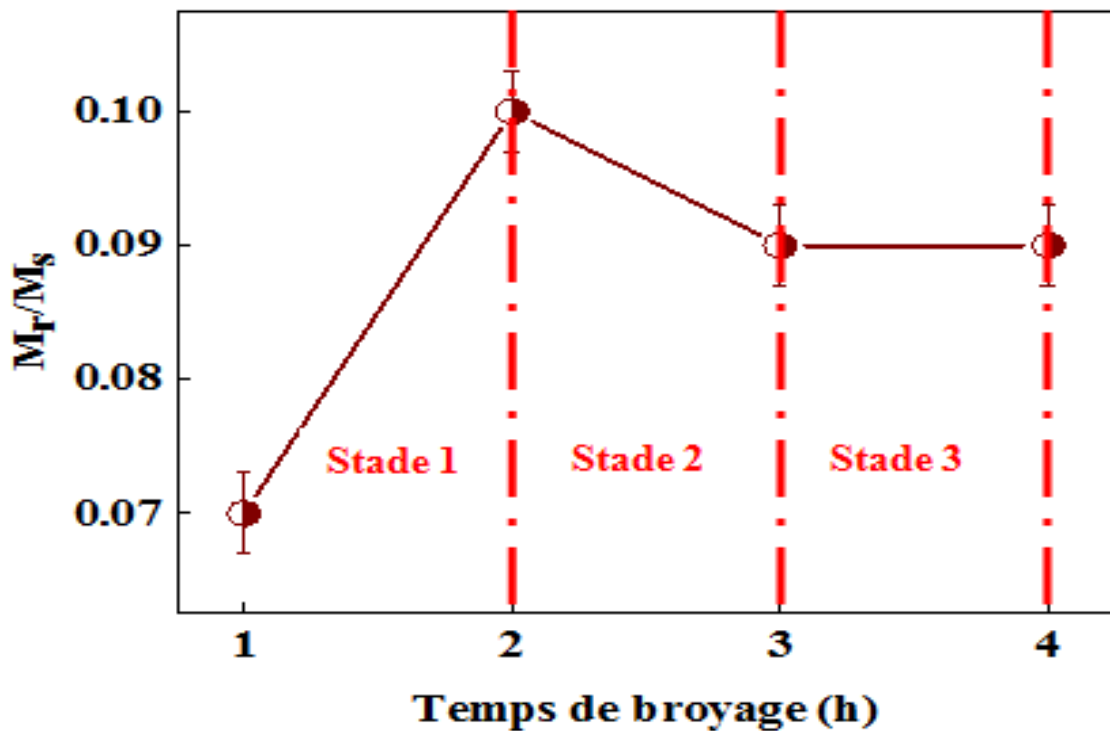


Figure (3.10) : Évolution de l'aimantation rémanente réduite en fonction du temps de broyage.

L'augmentation du rapport M_r/M_s au cours du (stade 1) est lié d'une part à l'existence d'une grande concentration des borures certifier par une différence de proportions de phases (65% $Fe_{1.8}B_{0.2}$, et 35% $\alpha-Fe$) qui constituent les centres de piégeages pour les parois de domaines, et d'autre part, il résulte de l'évolution antagoniste des tailles moyenne des cristallites $\langle L \rangle$ appartenant aux phases $Fe_{1.8}B_{0.2}$, et $\alpha-Fe$.

Toutefois, la diminution brusque du rapport M_r/M_s au cours du stade 2 entre 2 et 3 h de broyage dépend du processus de fracture et de soudage qui induit un désordre créer par le broyage mécanique ce qui entraîne une réduction de l'anisotropie magnétique. En effet, dans

ce stade l'augmentation de la taille des grains de la phase $\text{Fe}_{1.8}\text{B}_{0.2}$ variant de 138 nm et 168 nm au profit de la tailles des grains de la phase $\alpha\text{-Fe}$ qui s'affine constamment de 107 nm à 81 nm suite à leur ductilité micrométrique qui subissent le phénomène de fracture au cours du broyage mécanique. Les fins grains seront considérés comme des monodomains à rémanence élevée et ceux de plus grande taille sont dit multidomains et sont caractérisés par une faible coercivité. Des résultats semblables ont été obtenus lors de l'étude magnétique de l'alliage $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ élaboré par projection thermique supersonique (*Hamza, 2016*).

Durant le stade 3 au delà de 3 h de broyage, la stabilité du rapport M_r/M_s est évidente du fait que le rapport des tailles moyenne des deux phases $\text{Fe}_{1.8}\text{B}_{0.2}$ et $\alpha\text{-Fe}$ est presque égale et reflète l'accentuation du phénomène de soudage des grains dans la phase ferrite $\alpha\text{-Fe}$ qui entraîne à nouveau l'augmentation des dimensions de la taille des grains presque équivalente à ceux qui existent dans la phase du borure $\text{Fe}_{1.8}\text{B}_{0.2}$. Cette homogénéité se reflète sur l'aimantation rémanente réduite et révèle que l'énergie de perte d'hystérésis de notre échantillon est très minime ce qui confère à notre alliage le caractère de ferromagnétisme doux. Cette particularité magnétique dite le « *yield* » (rendement) est un indicateur de performance très recherché par les industrielles.

II.3. Le Champ de nucléation

D'après les résultats précédents nos échantillons sont de larges multidomains. Dans ce cas le retournement se fait par nucléation et propagation de parois de domaine. L'application d'un champ magnétique externe induit des retournements localisés de l'aimantation sur des sites de nucléation en s'appuyant sur un certain nombre de défauts. Ce processus de nucléation est défini par le plus petit champ magnétique de nucléation H_n , qui génère une déviation de l'état d'aimantation par rapport à l'état saturé. Ces domaines renversés sont ensuite susceptibles de grandir par propagation de parois de *Bloch*.

Ainsi, dans un matériau magnétique à multidomains, les défauts structuraux (joints de grains, dislocations, précipites...etc.) sont les sources de centres de nucléations, le phénomène de renversement d'aimantation s'engage par la nucléation de nouveaux domaines de directions opposées, dont l'initiateur est le champ de nucléation H_n . L'évolution du champ de nucléation de nos échantillons en fonction du temps de broyage est représentée sur la figure (3.11). La variation de ce paramètre important suit celle de la coercivité. En effet, On enregistre deux

stades : une augmente rapide et linéaire jusqu'à 3 h de broyage (stade 1), suivi d'une diminution lente de 3 à 4 h (stade 2) qu'on peut considérer comme un début de stabilisation.

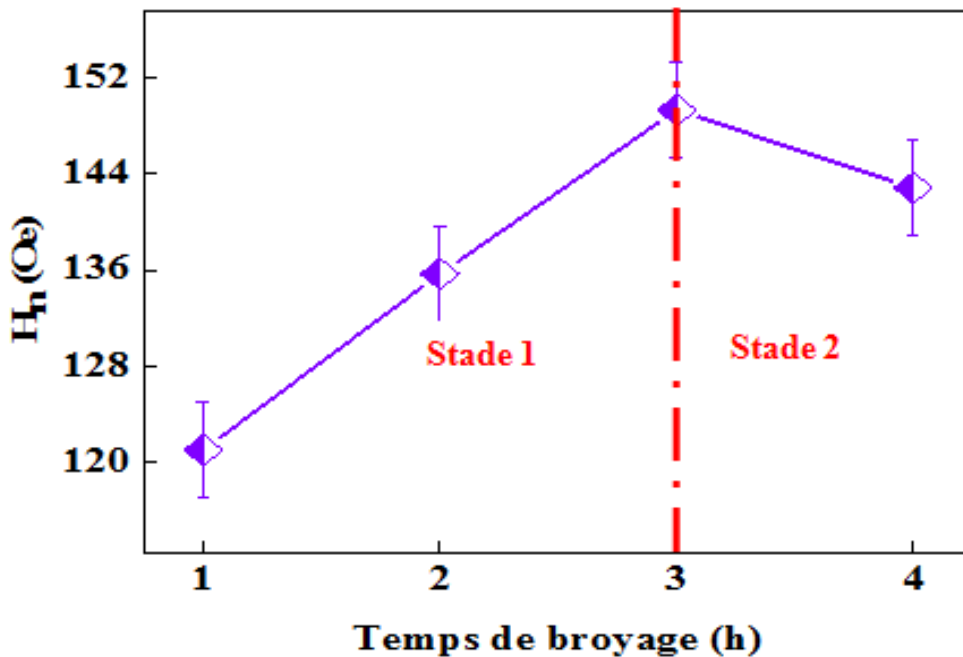


Figure (3.11) : Évolution du champ de nucléation, H_n , en fonction du temps de broyage.

Les deux processus fondamentaux et indissociables de l'aimantation des matériaux sont la nucléation et la propagation par déplacement des parois de Bloch. Pour décrire ces mécanismes il faut prendre en compte la microstructure et s'intéresser au micromagnétisme. Ces mécanismes reposent sur la largeur de paroi de domaine, leur vitesse de propagation. Ainsi la vitesse de balayage en champ magnétique externe (dH/dt) joue un rôle déterminant.

L'augmentation du champ de nucléation H_n au cours du premier stade du broyage peut être attribuable à la variation des densités de dislocations créées dans la ferrite α -Fe par broyage mécanique vue que cette dernière est le lieu de toutes les transformations de phase en qualité de hôte qui reçoit le bore. La figure (3.12) montre que la densité de dislocations augmente linéairement en fonction du temps de broyage dans la phase ferrite α -Fe de nature très ductile pour atteindre sa valeur maximale après 3 h. Cette implantation des dislocations au niveau de la structure ferrite favorise la création de nouveaux domaines de renversement de l'aimantation et leur augmentation avec le temps de broyage par mouvement des parois.

Sans aucun changement le champ de nucléation H_n continue sa croissance pour le palier de broyage situé entre 2h et 3h traduisant, d'une part, une stabilité de densité des

dislocations au niveau de la structure ferrite $\alpha\text{-Fe}$ synonyme d'un préambule de saturation de la structure cubique centrée en dislocations, et d'autre part leurs annihilations par chauffage noté par un semblant de diminution de la densité de dislocation après 4 h de broyage ce qui entraîne parallèlement la diminution du champ de nucléation.

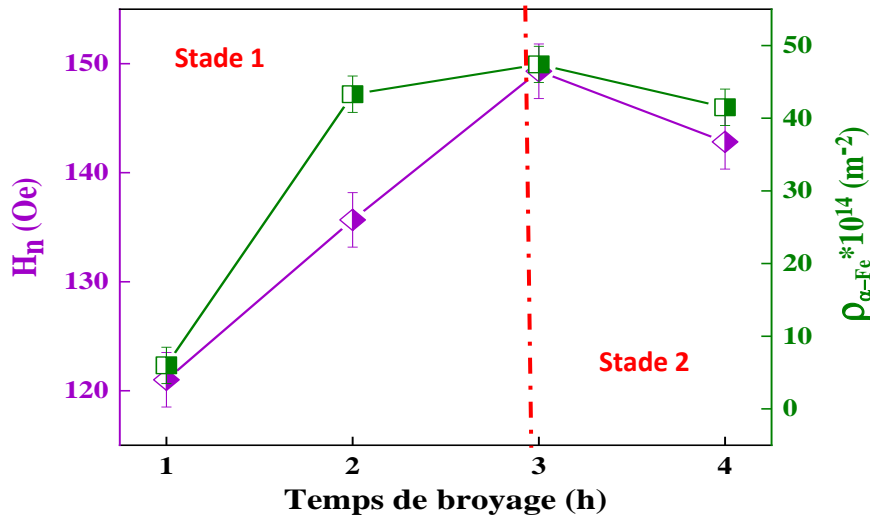


Figure (3.12) : Évolution du champ de nucléation parallèlement avec la densité de dislocation, ρ , en fonction du temps de broyage.

La diminution du champ de nucléation H_n au cours du stade 2 du broyage mécanique peut être expliquée par corrélation avec l'augmentation rapide de gros grains formés dans les deux proportions des phases suite au phénomène de soudage des grains, qui sont facilement tributaire au phénomène de fractures ce qui diminue la densité des dislocations et augmente le taux des microcontraintes.

II.4. L'énergie de perte d'hystérésis

La variation de l'induction dans un matériau magnétique implique une dissipation d'énergie. Cette énergie représente l'aire sous la courbe d'aimantation du cycle d'hystérésis qui se manifeste le plus souvent sous forme de chaleur non récupérable, d'où l'énonciation de perte magnétique ([Belkebir, 2006](#)).

L'étude du cycle d'hystérésis contient toute les informations nécessaires à un utilisateur éventuel du matériau, tel que l'induction magnétique et les pertes d'hystérésis. Ainsi, l'aire du cycle d'hystérésis représente l'énergie dépensée par le matériau pour réorienter les moments magnétiques des domaines et déplacer les parois de *Bloch*, au cours

d'un cycle complet de variation de champ magnétique extérieure H (Etienne, 1999). En fait, on relève deux phénomènes physiques essentiels à l'origine des pertes magnétiques, les pertes par hystérésis et les pertes par courant de *Foucault*.

Sans révoquer les conditions expérimentales énoncées dans le deuxième chapitre, l'intérêt de présenter les cycles d'hystérésis obtenu après broyage de notre échantillon $Fe_{80}B_{20}$ (%mass.) est justifié par l'analyse qualitative de leurs formes, Fig. (3.2), caractérisés par un faible champ coercitif H_C (un cycle étroit), bénéficiant d'une grande perméabilité μ , une aimantation à saturation M_S élevée, et donc de faibles pertes par hystérésis (faible surface du cycle d'hystérésis). Toutefois, on enregistre des aires des cycles qui évoluent en fonction du résultat structural du processus de broyage de notre échantillon. Ces excellents résultats enseignent que notre échantillon est classé parmi les matériaux magnétiques doux pouvant être exploités dans les noyaux des circuits magnétiques des transformateurs, dans les inductances de haute précision des circuits électroniques et des écrans magnétiques.

L'évolution de l'énergie de perte d'hystérésis, E_{HL} , enregistrée sur nos échantillons en fonction du temps de broyage est représenté sur la figure (3.13). On enregistre la même allure de variation que celle de la coercivité séparé essentiellement en deux stades : une augmentation linéaire en deux temps jusqu'à 3 h de broyage (stade 1), suivi d'une diminution jusqu'à 4 h de broyage (stade 2).

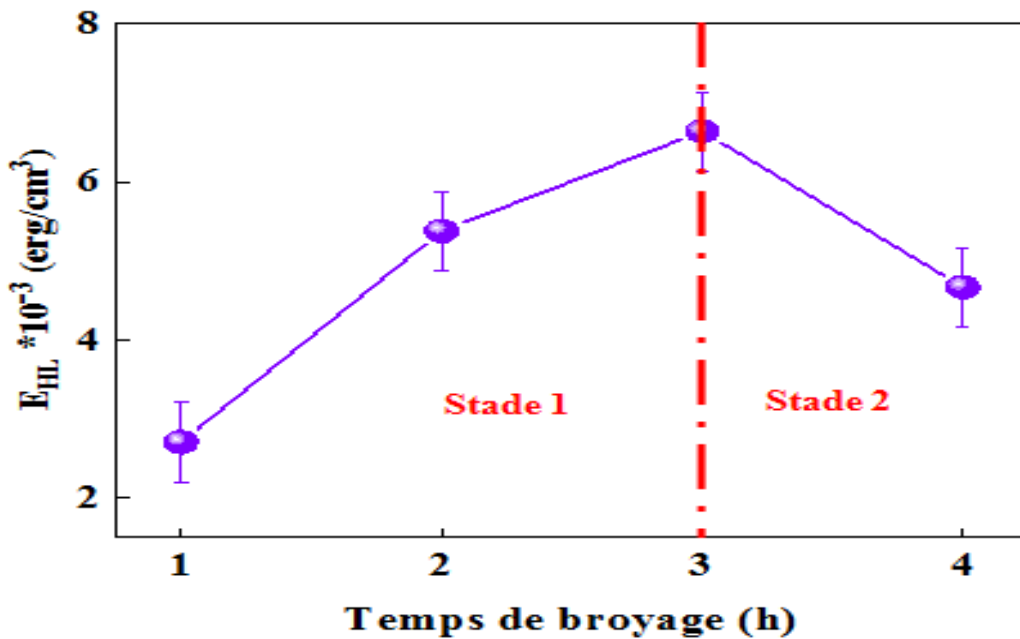


Figure (3.13) : Évolution de l'énergie de perte d'hystérésis en fonction du temps de broyage.

L'augmentation de l'énergie de perte E_{HL} , Fig. (3.13), au cours du stade 1 correspond à l'accentuation des densités de dislocations apparus pendant la formation des deux phases (borure $Fe_{1.8}B_{0.2}$ et la solution solide $\alpha-Fe(B)$ qui freinent le mouvement réversibles et irréversibles des parois de *Bloch*, et qui constituent des sites d'accrochage de ces parois. C'est en appliquant un champ magnétique, H , variable progressivement de -20 à +20 KOe avec un pas de 300 Oe, impliquent la libération des parois des puits de potentielles, suivie de leurs mouvements réversible (1^{ère} courbe d'aimantation) et irréversible (au point de la rémanence) d'où l'augmentation de l'énergie de perte. Arrivé à 3 h de broyage, l'état du matériau étudié est à la saturation M_S la plus élevée à ce stade une augmentation du champ magnétique H se traduit par l'augmentation du champ coercitif H_C . Cela signifie que l'énergie complémentaire servi au matériau se transforme en perte par hystérésis.

La variation de l'énergie de perte E_{HL} , est corrélée à la variation des densités de dislocations de la solution solide du bore dans le fer, Fig. (3.14), et empreinte la même allure que cette dernière. En fait, le champ H appliqué pour décrocher les parois de *Bloch* des sites d'ancrage est très infime ce qui ne dope pas l'aire de la surface du cycle traduisant de très faible perte magnétique. Ce comportement confère à notre échantillon d'être facilement malléable dans le sens on peut le classé parmi les matériaux magnétique super doux.

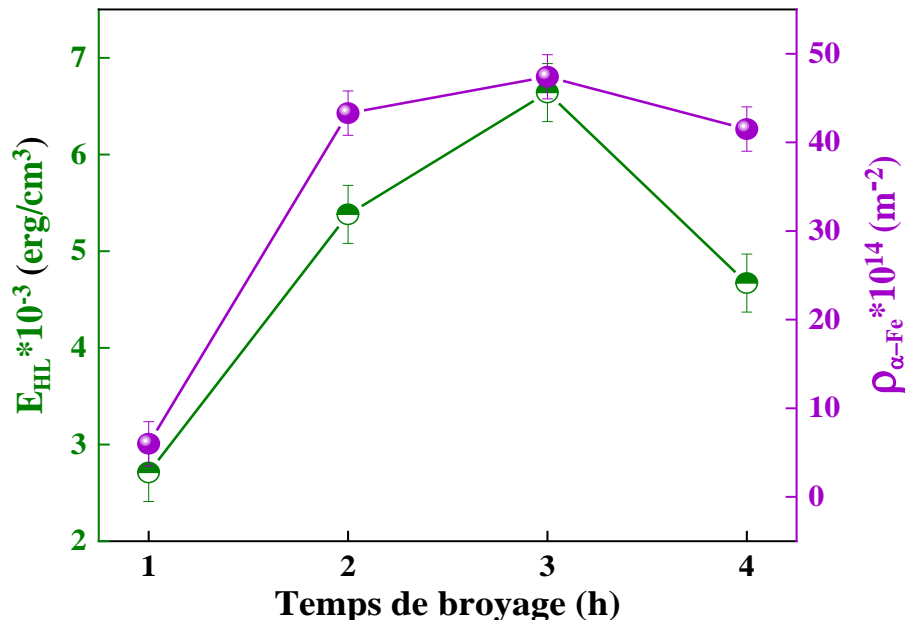


Figure (3.14) : Évolution de l'énergie de perte d'hystérésis parallèlement avec la densité de dislocation, ρ , en fonction du temps de broyage.

II.5. La perméabilité magnétique

Comme il à été définie dans le deuxième chapitre, la perméabilité magnétique est le rapport entre l'induction magnétique et le champ magnétique appliqué relevé sur la courbe de première aimantation. Elle augmente rapidement toute en variant le champ H, pour atteindre une valeur maximale μ_{\max} , puis elle décroît vers les plus grandes valeurs de H correspondant à la saturation, Fig. (3.15).

En fait, la figure (3.15) montre l'évolution de la perméabilité maximale μ_{\max} en fonction du temps de broyage, donnant naissance à deux stades de variation bien définis et antagonistes : le stade 1, [1 h-3 h], caractérise une augmentation de la perméabilité maximale atteignant une valeur de $285 \times 10^{-3} \text{ erg/cm}^3$ après 3 h de broyage. Le stade 2, [3h-4h], traduit une diminution de la perméabilité maximale enregistrant une valeur de l'ordre de $0.5 \times 10^{-3} \text{ erg/cm}^3$ après 4 h de broyage.

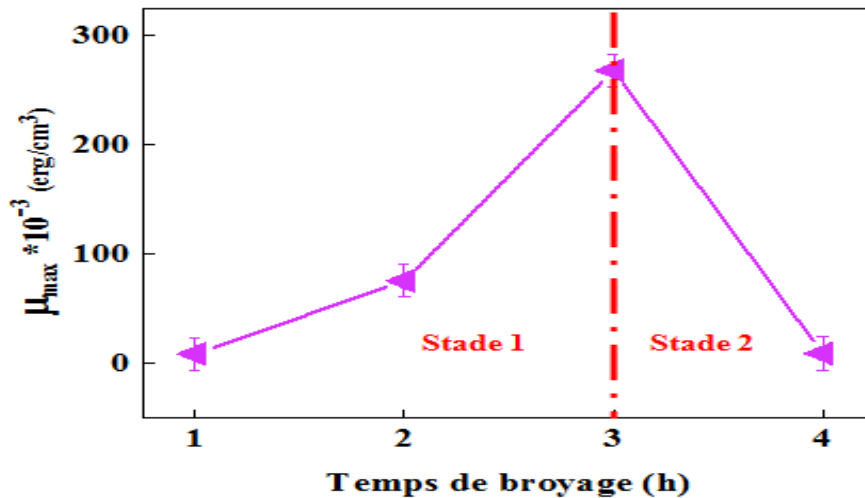


Figure (3.15) : Evolution de la perméabilité magnétique maximale μ_{\max} en fonction du temps de broyage.

Au stade 1 de broyage, l'augmentation de la perméabilité maximale est due à une progression des tailles moyennes des grains avec différentes proportions de phases du borure $Fe_{1.8}B_{0.2}$, et de la ferrite $\alpha-Fe$. Ainsi, le double effet qui ce présente par une augmentation de la proportion du borure $Fe_{1.8}B_{0.2}$ doté d'un moment magnétique atomique faible et l'accroissement de la taille des leurs grains $\langle L \rangle$ sont la cause probable de l'augmentation de la perméabilité maximale pendant le stade 1. Par contre durant le deuxième stade de broyage, audela de 3 h, la diminution de la perméabilité maximale est due à la diminution de la taille

des grains des borures $Fe_{1.8}B_{0.2}$ majoritaire en terme de proportion ainsi qu'à la diminution de proportion de phase de la ferrite $\alpha-Fe$.

III. Paramètres calculés

III.1.L'anisotropie magnétique

Dans un matériau ferromagnétique, et en dessous de la température de curie T_C , l'aimantation s'oriente instinctivement suivant des directions fortunées, nommées directions de facile aimantation. Elles coïncident avec toutes les tendances qui accordent de réduire l'énergie interne, dite énergie d'anisotropie magnétique E_A . D'une manière générale, l'énergie d'anisotropie représente le travail à administrer de façon à tourner l'aimantation M d'un angle θ relativement à la direction facile. Cette anisotropie peut compter de multiples sources, anisotropie magnétocristalline, anisotropie de forme, anisotropie de surface,... (Morrish, 1980 ; Chikazumi, 1978).

Cependant, à température ambiante le fer est pourvu de structure cubique centré, dont les directions d'aimantation facile sont confondues avec les arrêtes des cubes. La direction [100] est la direction d'aimantation facile pour le fer (Chikazumi, 1978). L'évolution de la constante d'anisotropie, K , de l'échantillon étudié $Fe_{80}B_{20}$ (%mass.) est représenté sur la figure (3.16) déduite expérimentalement suivant la formule (2.5) qui été énoncé dans le deuxième chapitre.

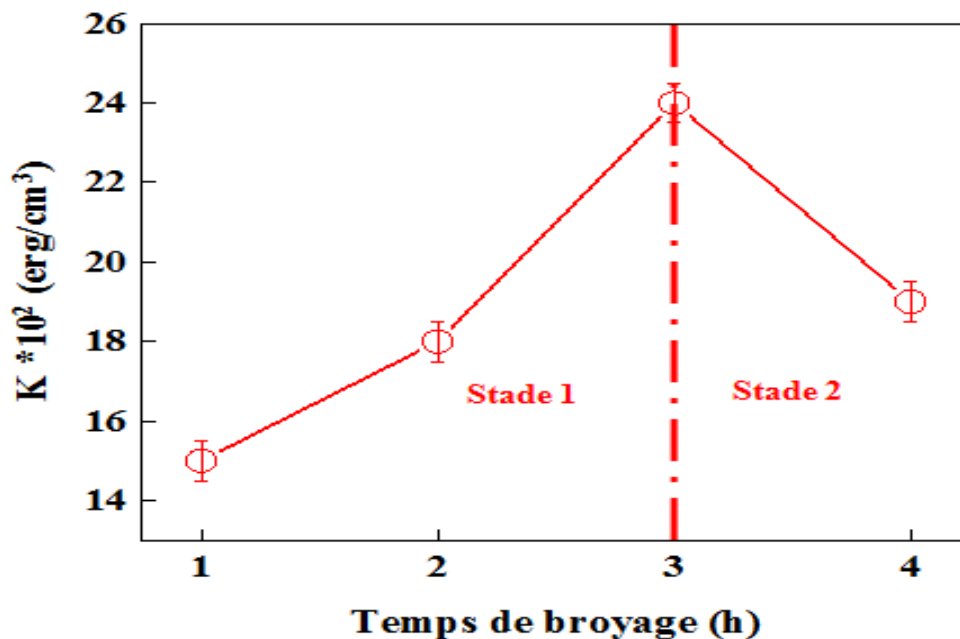


Figure (3.16) : Évolution de la constante d'anisotropie, K , en fonction du temps de broyage.

On remarque, suivant la formule (2.5) empirique de la constante d'anisotropie magnétique K est directement proportionnel au produit du champ coercitif H_C et l'aimantation à saturation M_S , il s'ensuit que l'augmentation de la valeur de K dépend directement du produit H_C et M_S . cette affirmation est attesté par l'augmentation progressive de la constante d'anisotropie magnétique K atteignant une valeur stable de l'ordre de 2400 erg/cm^3 , obtenu durant le stade 1, [1h-3h], de broyage de notre échantillon $Fe_{80}B_{20}(\%mass)$. La diminution rapide de la constante d'anisotropie magnétique atteignant une valeur de l'ordre de 1850 erg/cm^3 , résulte de la réduction de la valeur du couple magnétique (H_C, M_S), qui en parfaite linéarité avec nos résultats obtenu durant le deuxième stade de broyage de notre échantillon $Fe_{80}B_{20}(\%mass.)$.

III.2. La perméabilité initiale

La valeur de perméabilité initiale μ_i est déterminée suivant la courbe de première aimantation par la mesure lorsque H est nul. L'évolution de la perméabilité initiale μ_i de l'échantillon étudié $Fe_{80}B_{20}(\%mass.)$ est représenté sur la figure (3.17), déduite expérimentalement suivant la formule qui été énoncé dans le deuxième chapitre.

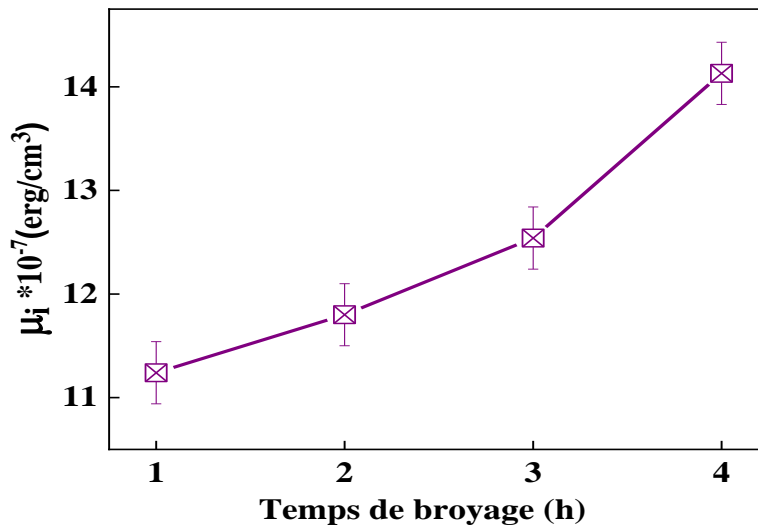


Figure (3.17) : Évolution de la perméabilité initiale μ_i en fonction du temps de broyage.

On constate, suivant la formule empirique (2.7) l'augmentation de la perméabilité initiale μ_i est proportionnelle au carré de l'aimantation à saturation M_S ainsi qu'à la taille moyenne des grains D , mais inversement proportionnelle à la constante d'anisotropie magnétique K . Il en résulte une augmentation linéaire de la perméabilité magnétique

en fonction du temps de broyage, Fig. (3.17). L'augmentation de la perméabilité initiale μ_i atteignant une valeur de l'ordre de 12.75×10^{-7} (erg/cm³) après 3h de broyage illustre l'augmentation de l'aimantation de nos échantillons. Dans une linéarité plus accrue, l'augmentation de la perméabilité initiale μ_i au-delà de 3 h de broyage atteignant une valeur de 14.75×10^{-7} (erg/cm³), fait le focus sur le double effet de la taille moyenne des grains et des proportions de phases qui représente un facteur prépondérant agissant de manière linéaire sur l'évolution des valeurs empirique de μ_i . Ainsi, la perméabilité initiale, μ_i , est d'autant plus grande que le matériau ferromagnétique est pur ce qui est le cas de nos échantillons à 4 h ils sont formés à 90 % du borure $Fe_{1.2}B_{0.2}$.

IV. Conclusion

Dans ce chapitre nous avons présenté et discuté les différents résultats expérimentaux des propriétés magnétiques, obtenus grâce à un magnétomètre à échantillon vibrant (VSM). À partir de ces cycles d'hystérésis nous avons extrait différents paramètres magnétiques importants qui caractérisent notre échantillon $Fe_{80}B_{20}$ (%mass.) à savoir: l'aimantation à saturation M_s , l'aimantation rémanente M_r et le champ coercitif H_c .

Nous avons étudié l'effet des paramètres structuraux et microstructuraux tels que la variation de la taille moyenne des grains due à l'effet des microcontraintes et la composante structurale sur les propriétés magnétiques étudiées. Nous avons approfondi notre étude du phénomène d'aimantation à saturation qui représente une propriété intrinsèque du matériau dépend de la configuration locale des atomes et leurs structures électroniques. Son apparition durant le processus d'hystérésis suscite plus d'importance puisqu'il découle de la pression d'un champ extérieure élevé sur les parois ordinaire atteignant une valeur tolérable au moment où l'ancrage des parois de *Bloch* cède brusquement conduisant à une variation irréversible de l'aimantation. Néanmoins, En ce basant sur nos résultats on arrive à confirmer que l'évolution de la coercivité et du champ de nucléation met en évidence l'importance des facteurs de densité de dislocation ainsi que le mouvement irréversible des parois de *Bloch*.

Conclusion Générale

Le travail expérimental exposé dans le cadre de ce mémoire a été effectué au *Laboratoire de Physico-Chimie des Matériaux de l'Université Chadli Bendjedid Eltarf*. Il porte sur l'étude des propriétés magnétiques de l'alliage $Fe_{80}B_{20}$ (%mass.) fournies par le magnétomètre à échantillon vibrant (VSM type *Microsense EZ7*) et fait suite à une étude structurale précédante de l'effet du broyage mécanique à haute énergie sur les mêmes poudres dans des conditions bien définies (*Mezni, 2020*). Nous avons identifié et quantifié les paramètres des cycles d'hystérésis mesurés qui nous ont permis de définir plusieurs propriétés magnétiques à savoir : les aimantations à saturation, rémanente et réduite ainsi que la coercivité, le champ de nucléation, l'énergie de pertes d'hystérésis, la constante d'anisotropie magnétique et les perméabilités initiale et maximale.

Pour accomplir ces taches, nous avons effectué une étude bibliographique approfondie pour mieux cerner tous les phénomènes magnétiques dans le matériau et son comportement vis-à-vis d'un champ appliqué. Cette étude sans être épuisante a été une circonstance d'établir un état des lieux sur les phénomènes macroscopiques d'aimantations. Elle nous a montré également que le choix des conditions expérimentales telles que le temps de broyage et l'intensité du champ appliqué affectent sensiblement la qualité des résultats. Cependant ces résultats restent en accord avec les prédictions théoriques ce qui prouve la fiabilité des mesures expérimentales réalisées.

D'autre part, nous avons montrés l'effet de certains paramètres structuraux et microstructuraux telle que la taille moyenne des grains $\langle L \rangle$, le taux de microdéformation $\langle \sigma^2 \rangle^{1/2}$, la densité de dislocations et les proportions de phases sur le retournement des parois de *Bloch* des domaines magnétiques. Le bilan du rendement magnétique de notre matériau a été évalué à travers les tracés des courbes des perméabilités initiale et maximale ainsi que les pertes magnétiques d'hystérésis. Les résultats obtenus à caractère magnétique doux sont très prometteurs et satisfaisants.

Production Scientifique

- **Abdekader Kabouche**¹, Wassila Tebib, Saida Boukeffa, Locif Redouani,
« Contribution à l'étude des propriétés magnétiques de borure de fer », 1^{ère} Conférence en Ligne
en Physique des Matériaux, CNLPM422, 9 Juin 2022, Eltarf, Algérie.



Ref : SIC12

Contribution à l'Étude des Propriétés Magnétiques de Borure de Fer.

Abdekader Kabouche^{1,✉}, Wassila Tebib¹, Saida Boukeffa¹ et Locif Redouani¹

¹Laboratoire de Physico-Chimie des Matériaux (LPCM), Département de Physique, Faculté des Science et de la Technologie, Université D'Eltarf, B. P. 73, ElTarf 36000, Algeria.

First Author e-mail address: phdellakadremkabouche@univ-eltarf.dz

Résumé :

La technique du broyage réactif à haute énergie a montré sa capacité à synthétiser une variété de phase d'alliage en équilibre ou hors équilibre à partir d'alliages ou de poudres élémentaires qui permettent de produire des alliages magnétiques à base de fer. Les propriétés structurales et magnétiques de poudres de borures ont été élaborées en utilisant cette technique pendant plusieurs temps de broyage, favorisant la formation de phases de structure cubiques centrées [1]. Les mesures magnétiques réalisées à température ambiante via un magnétomètre à échantillon vibrant sous un champ magnétique alternatif externe montrent une évolution du cycle d'hystérésis avec le temps de broyage. Ceci stipule des propriétés magnétique intéressantes à savoir la coercivité H_c , la rémanence M_r , le rapport de squarness M_r/M_s , le champ de nucléation H_n , Une perte d'énergie minimale par hystérésis E_{1g} et une perméabilité magnétique μ_{max} . La variation instinctive du champ coercitif H_c , c'est avérée en relation avec l'évolution des différents paramètres tels que : l'anisotropie magnétique, la taille des grains, le taux de microcontraintes et la densité de dislocations.

Keywords : Borures, Structure, Propriétés Magnétiques, VSM.

References :

[1] Mezzi Lamiá, Mémoire de Master, 2020, Université El-tarf.



CHADLI BENDEDJID UNIVERSITY
SCIENCES AND TECHNOLOGY FACULTY
MATERIALS PHYSICO-CHEMISTRY LABORATORY



THE FIRST NATIONAL ONLINE CONFERENCE ON MATERIALS PHYSICS

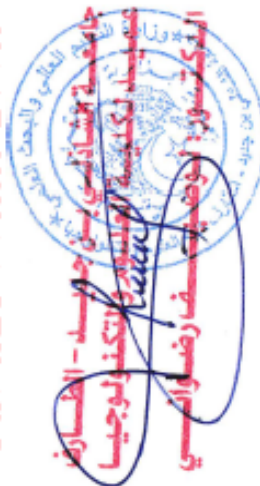
CERTIFICATE

This certificate is awarded to **KABOUCHE Abdelkader** for the participation in
"The first National Online Conference on Materials Physics" with an
ORAL presentation entitled « **Contribution à L'étude des Propriétés Magnétiques
de Borure de Fer** ».

Co-authors: Wassila TEBIB, Saïda BOUKEFFA et Locif REDOUANI

Topic: Structure and Magnetism of Materials.

FACULTY DEAN
DR. REDOUANI LOCIF



DONE AT ELTARF ON
JUNE 9, 2022

CNLPM'22 PRESIDENT
PR. TEBIB WASSILA



CNLPM 2022
9 JUNE, ELTARF-ALGERIA

Perspectives

Dans notre étude la compréhension du caractère ferromagnétique doux, découvert sur l'alliage $Fe_{80}B_{20}$ (%mass) étudié, est d'une grande importance, en vue d'une meilleure concession et utilisation dans divers secteurs d'application tel que les circuits magnétiques des transformateurs, les machines électriques, les batteries ainsi que la boruration par pulvérisation.

Ces excellents résultats obtenus feront très rapidement le sujet d'une publication dans une revue de catégorie –A- ou brevetés, puis certifier selon les normes internationales (AFAQ-Afnor ou API) pour passer à diverses applications dans les domaines de productions des matériaux magnétiques doux.

Dans l'intention d'arrimer la persévérance de ce travail, il serait intéressant de développer une étude expérimentale sur des bancs d'essais afin de tester une boruration par pulvérisation de nos poudres ainsi élaborées que nous pouvons réaliser au Laboratoire de Physico-Chimie des Matériaux de l'Université d'Eltarf en utilisant soit le pulvérisateur type Torr ou l'évaporateur à effet Joule type Phillips. L'étude proposée sera des tests d'adhérence des couches de boruration, leurs porosités et leurs tenue mécanique.

Bibliographie

--A--

- Azaza.S Thèse de Doctorat Université Annaba, Algérie (2009).
- Amir Nourdine, Thèse de Doctorat, Grenoble, France (2010).
- Allan H. Morrish, The Physical Principles of Magnetism, Robert E. Krieger Publishing Company. 1980.
- Almanza Morgan, Piézoélectricité et magnétostriction, 2tuteur : Ecole Normale Supérieure Paris, 2018.
- Akhtar.M. N, M. A. Khan, M. Ahmad, M.S. Nazir, M. Imran, A. Ali, A. Sattar, G. Murtaza,*J. Magn. Magn. Mat.* **421** (2017) 260-268. <https://doi.org/10.1016/2018.03.069>.
- Anhalt. M , systematic investigation of particle size dependence of magnetic properties in soft magnetic composites , *J. Magn. Magn. Mat.* **320** (2008) 14. <https://doi.org/10.1016/2008.02.072>

--B--

- Benjamin J.S., *Metall. Trans. I* (1970) 2943. <https://doi.org/10.1007/BF03037835>
- Benhadda Nabil Mémoire de Magister, Université Batna, Algérie (2015).
- Benhamoud Ahlam Thèse de Doctorat, Université Setif, Algérie (2020).
- Bensehil .I, Thèse de Doctorat, Université Sétif, Algérie (2016).
- Bourezg .A, Thèse de Doctorat, Université Sétif, Algérie (2018).
- Baillon .J.P, J.M. Dorlot, "Des Matériaux», Presse Internationale Polytechnique, Troisième édition, Canada (2000).
- Benjamin.D, Mémoire de Magister, Université de Lyon, France (2003).
- Benabou A, Thèse de Doctorat, Université Lille I, France (2002).
- Bertotti Giorgio. *IEEE Trans. on Magn.*, **24(1)** (1988) 621–630. <https://doi.org/10.1109/20.43994>
- Beznosov. B., E. L. Fertman, V. V. Eremenko, V. A. Desnenko, and V. Z. Bengus, *Low Temp. Phys.* **25** (1999) 641. <https://doi.org/10.1063/1.593793>

- Bai Yanwen, X. Bian, J. Qin^a, X. Kaikai Song, *J. Non-Crys. Sol.*, **528** (2020) 119723.
<https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2019.119723>
- Boucifi, I. Boutemak, I. Mémoire de Master, Université Blida 1, Algérie (2019).
- Brunet Thibaut, Adrien Bouclet, Padra Ahmadi, Démosthène Mitrossilis, Benjamin Driquez, Anne-Christine Brunet, Laurent Henry, Fanny Serman, Gaëlle Béalle, Christine Ménager, Frédéric Dumas-Bouchiat, Dominique Givord, Constantin Yanicostas, Damien Le-Roy, Nora M. Dempsey, Anne Plessis & Emmanuel Farge, *Nat. Commun.* **4**, (2013) 2821. <https://doi.org/10.1038/ncomms3821>
- Belkebir A., Mémoire de Magistère, Université de Batna, Algérie (2006).

--C--

- Clémence Rouge, « Modélisation du rayonnement ultrasonore par un traducteur EMAT » (2013).
- Cyr Charles, Thèse de Doctorat, Université Québec, Canada (2007).
- Chalk S. J., 1997 IUPAC. Compendium of Chemical Terminology, 2nd ed. (the "Gold Book"). Compiled by A. D. McNaught and A. Wilkinson. Blackwell Scientific Publications, Oxford (1997). Online version (2019) created by S. J. Chalk. ISBN 0-9678550-9-8
<https://doi.org/10.1351/goldbook>.
- Cullity B.D, C.D.Graham, *Introduction to magnetic materials* Editeur Wiley –IEEE Press, (2008), ISBN 978-0-471-47741-9.
- Chicinas I., Jumase N., Matei Gh., *J. Magn. Magn. Mater.* **140-144** (1995)1875.
[https://doi.org/10.1016/0304-8853\(94\)01392-6](https://doi.org/10.1016/0304-8853(94)01392-6)
- Chikazumi Sushin, and Stanley H. Charap, *Physics of Magnetism*, Robert E. Krieger Publishing Company, Malabar, Florida, (1978).
- Crangle.J, Goodman.G.M, *Proc. Roy. Soc. Lond. A.* **321** (1971) 477-491.
<https://doi.org/10.1098/1971.0044>

--E--

- Etienne du Trimol et de Lacheisserie, Magnétisme, Fondements, EDP Sciences (1999).
- Eggers Daniel, Simon Steentjes et Kay Hameyer, *IEEE Trans. Magn.*, **48(11)** (2012) 3021–3024. <https://doi.org/10.1109/2012.2208944>

–Escorne.M, Leroux-Hugon.P, revue de physique appliquée tome 8 (1973)289

<https://doi.org/10.1051/rphysap:0197300803028900>

--F--

–Fan G. J., M. X. Quan, and Z. Q. Hu, *Applied Physics Letters* **68** (1996) 1159;
<https://doi.org/10.1063/1.115709>.

–Francois Léons, Thèse de Doctorat, Uuniversité de Caen, France (2009).

–Foner S. *Rev. Scie. Instr.*, **30** (1959) 548. <http://dx.doi.org/10.1063/1.1716679>

–Faroux.J.P et J.Renault, ‘‘electromagnétisme 2, équation de Maxwell et phénomènes d’induction ‘’, édition Donod , Paris (1998).

–Fallot, M. *Ferromagnétisme des alliages de fer*. Masson et Cie (1935).

--G--

–Goran Daniel Hétérogénéité de la déformation plastique de monocristaux de nickel déformé à froid par ECAE, (2018).

–Giraud.A. Thèse Doctorat, Université Toulouse, France (2017).

- Gaffet E., Bernard F., Niepce J.C., Charlot F., Gras C., Le Caër G., Guichard J.L., Delcroix P., Mocellin A. and Tillement O. *J. Mater. Chem.* **9** (1999) 305. DOI: [10.1039/A804645J](https://doi.org/10.1039/A804645J)

–Gercsi Zs., Mazaleyrat F., Kane S.N., Varga L.K. *Mat. Scie. Eng.* **A375–377** (2004) 1048–1052. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.10.030>

–Gambardella P, S Rusponi, M Veronese, SS Dhesi, C Grazioli, A Dallmeyer, I Cabria, R Zeller, PH Dederichs, K Kern, C Carbone, H Brune, *Science* **300** (2003) 1130.
<https://doi.org/10.1126/science.1082857>

–Guozlang Cao. “Nanostructures and Applications”. London : University of ashington USA , imperial college Press,(2004).

- Graniel Harne Abrenica, Joey Duran Ocon, J. Lee *Current Applied Physics* **16(9)**: (2016) 1075-1080. <https://doi.org/10.1016/j.cap.2016.06.010>

--H--

–Hadad .A Thèse de Doctorat Université Alger, Algérie (2011).

–Heisenberg.W, *Zeitschrift fur Physik*, **49** (1928) 619.

–Hussain Shah Syed Alamdar, *Vibrating Sample Magnetometry: Analysis and Construction Project*, Syed Babar Ali School of Science and Engineering, LUMS13, (2013).

– Hamza Leila, Thèse de Doctorat Université Annaba, Algérie (2016).

--I--

– Issaoui Fatma Thèse de Doctorat Université de Grenoble, France (2012).

--J--

–Jiles David, *Introduction to magnetism and magnetic materials*, New York, CRC Press, (1998), 568.

–Johnson W. C., Lee J. K., Shiflet G. J., *Acta. Mater.* **54** (2006) 5123.
<https://doi.org/10.1016/2006.05.052>

--K--

–Koch C.C., Cavin O.B., McKamey C.G.and Scarbrough J.O., *Appl. Phys. Lett.* **43** (1983) 1017. <https://doi.org/10.1063/1.94213>

–Kissa Nadjet, Mémoire de Magister, Université de Batna, Algérie (2006).

–Kirklin, S., Saal, J.E., Meredig, B., Thompson, A., Doak, J.W., Aykol, M., Rühl, S. and Wolverton, C. "The Open Quantum Materials Database (OQMD): assessing the accuracy of DFT formation energies", *npj Computational Materials* **1**, **15010** (2015).
<https://doi.org/10.1038/npjcompumats.2015.10>.

- Kedous.A, D.Lebouc, P.Brissonneau. *Rev. Phys. Appl.*, n°21, (1986).
<https://doi.org/10.1051/rphysap:01986002104026900>

–Kong. J, *Scattering of electromagnetic waves Theories and Applications*, ISBN: 978-0-471-38799-2 p 445, Wiley, (2000).

–Kane S. N., Gupta A., Gersci Zs., Mazaleyrat F., Varga L.K., *J. Magn.Magn.Mater* **292** (2005) 447-452. <https://doi.org/10.1016/2003.10.030>.

–Kewei zhang “Effets of annealing on the structure and magnetic properties of Fe₈₀B₂₀ magnetostriction fibers” June 23,2016. <https://doi.org/10.5301/jabfm.5000318>.

--L--

– Loehman, R., Corral, E., Dumm, H. P., Kotula, P. & Tandon, R. Ultra High Temperature Ceramics for Hypersonic Vehicle Applications (2019).

– Loudjani N., Benchiheb M., Bououdina M., *J. Supercond. Nov. Magn.* **29** (2016) 2717.
<https://doi.org/10.1007/s10948-016-3541-z>

--M--

– Mezni Lamia, Mémoire de Master, Université Eltarf, Algérie (2020).

– Makhlouf M. B., Bachaga T., Sunol J.J., Dammak M., Khitouni M., *Metals* 6 N°7 (2016) 145. <https://doi.org/10.3390/met6070145>.

– Michaud André L'électromagnétisme interprétation initiale de Maxwell/citation (2020).

– Mouillet A, Ille J L, Akroune M and Dami M A *IEE Proc., Sci. Meas. Technol.* **141** (1994) 75–8 <https://doi.org/10.1049/ip-smt:19949766>.

– Mori T. & Nishimura T.J. *Sol. Stat. Chem.* **179** (2006) 2908–2915.
<https://doi.org/10.1016/j.jssc.2006.03.030>.

– McHenry M. E., Willard M. A. and Laughlin D. E. *Prog. Mater. Sci.* **44** (1999) 291.
[https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(99\)00002-X](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00002-X)

– Morrish Allan H, *The Physical Principles of Magnetism*, Robert E. Krieger Publishing Company, Inc. Huntington, New York (1980).

--N--

– Nahouli Neimat, Mémoire d'Ingénieur, Université Libanaise (2017).

– Nagamatsu, J., Nakagawa, N., Muranaka, T., Zenitani, Y. & Akimitsu, *Nature* **410** (2001) 63–64. <https://doi.org/10.1038/35065039>

--O--

– O'Handley R.C., *Modern Magnetic Materials : Principles and Applications*, Wiley, New York (1999).

--Q--

– Qianke Zhu, Shuling Zhang, Guihong Geng, Qiushu Li, Kewei Zhang, Lin Zhang *J. Appl. Biomater. Funct. Mat.* **14** (2016) 56-61. <https://doi.org/10.5301/jabfun.5000318>.

--R--

- Rignon Michel, Permeabilite magnetique, Encyclopédie du monde (2011).
- Rades Steffi, Stephan Kraemer, Ram Seshadri and Barbara Albert, *Chem. Mater.* **26** (2014) 1549–1552 <https://doi.org/10.1021/cm403167a>
- Rajan, T. V., Sharma, C. P., & Sharma, A. Heat treatment: principles and techniques. PHI Learning Pvt. Ltd. (2011).

--S--

- Suryanarayana C.,” Mechanical alloying and milling”, Editeur Marcel Dekker, USA (2004).
- Suryanarayana C. *Prog. Mater. Sci.* 46 (2001). [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(99\)00010-9](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00010-9)
- Saal, J. E., Kirklin, S., Aykol, M., Meredig, B., and Wolverton, C. "Materials Design and Discovery with High-Throughput Density Functional Theory: The Open Quantum MaterialsDatabase(OQMD)", *JOM* 65,1501-1509(2013). <https://doi.org/10.1007/s11837-013-0755-4>.
- Sanchez F. H., J. I. Budnick, Y. D. Zhang, %'. A. Hines, and M. Choi, Mossbauer study of the local atomic environments in metastable crystalline Fe-B alloys, *Phys. Rev. B* 34, (1986) 4738 <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.34.4738>
- Simsek Telem, Baris Avar, Tuncay Simsek, Bugra Yıldız, Arun K. Chattopadhyay, Sadan Ozcan, A single step synthesis by mechanical alloying and characterization of nanostructured Fe₂B of high magnetic moment, *Ceramics International*,47 (2021) <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.06.018>
- Shokrollahi.H, *Mat. Design.* **30** (2009) 3374–3387. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2009.03.035>
- Shokrollahi . H, Janghorban.K, *Mat. Scie. Eng: -B-* **134** (2006) 41-43. <https://doi.org/10.1016/j.mseb.2006.07.015>

--T--

- Tadjer Mohamed el Mokhtar, Mémoire Master, Université Annaba, Algérie (2020).
- Tjong S. C., Chen H., *Mat. Scie. Eng.* **45** (2004) 1. <https://doi.org/10.1016/j.mser.2004.07.001>

–Thomas B. *IEEE Trans. Magn.* **17(5)** (1981) 2470–2479.
<https://doi.org/10.1109/TMAG.1981.1061422>.

–Tsipas D.N., G.K. Triantafyllidis, J.Kipkemoi. Kiplagat, P. Psillaki, *J. Mater. Lett.*, **37(3)** (1998) 128-131. [https://doi.org/10.1016/S0167-577X\(98\)00077-9](https://doi.org/10.1016/S0167-577X(98)00077-9)

–Taktar .S, *Mat.design*, **28(6)** (2006) 1836-1843.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2006.04.017>.

--V--

–Viala Bernard Le ferromagnétisme en couches minces pour les hyperfréquences (2012).

--Y--

–Yermakov A. Y., Ymrchikov Y. Y., Barinov V. A., *Phys. Met. Metall.* **52** (1981) 50.

–Yakhlef-malika Thèse de Doctorat, Université de Batna2, Algérie (2016)

Yuping Duan, Shuchao Gu, Zhonglun Zhang, Ming Wen, *J. All. Comp.* **542** (2012) 90–96.
[DOI:10.1016/j.jallcom.2012.06.128](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2012.06.128)

–Ya'nan Wei, Zetan Liu, Songlin Ran, Ailin Xia. *J. Mat. Res.* **32** (2017) 883–889.
<https://doi.org/10.1557/jmr.2017.38>

--Z--

–Zidani Mosbah, Cours de formation doctorale métallurgie, Université Batna2, Algérie (2020).

–Zahra Billal, Mémoire de Magister, Université Blida, Algérie (2008).

–Zhdanova, O.V.; Lyakhova, M.B.; Pastushenkov, Y.G. *Met. Sci. Heat Treat.* **55** (1–2) (2013) 68–72. <https://doi.org/10.1007/s11041-013-9581-0>. **S2CID 136585232**

–Zanini L.F. Osman.O , Frenea-Robin.M , Haddour.N , Dempsey .N.M ,Reney.G , Bouchiat,Dumas, *J. Appl. Phys.* **111** (2012) 07B312. <https://doi.org/10.1063/1.3675067>

Webographie

- (1) URL : [http://www.univ-oeb.dz/uploads/2020/04/Na Méthodes de synthèse des nanomatériaux](http://www.univ-oeb.dz/uploads/2020/04/Na_Méthodes_de_synthèse_des_nanomatériaux....) Consulté le 27/03 / 2022 à ... 22H02.
- (2) URL : [https://elearning-deprecated.univ-annaba.dz/pluginfile.php/66189/mod_resource/content/1/ Nanomateriaux_ALLEG.pdf](https://elearning-deprecated.univ-annaba.dz/pluginfile.php/66189/mod_resource/content/1/Nanomateriaux_ALLEG.pdf) Consulté le 28/03 / 2022 à ... 13H02.
- (3) URL : [http://mms2.ensmp.fr/mat_paris/deformation/polycop/Ch_13 Deformation.pdf](http://mms2.ensmp.fr/mat_paris/deformation/polycop/Ch_13_Deformation.pdf)
MECANISMES PHYSIQUES DE LA DEFORMATION Consulté le 29/03 /2022 à ... 21H25.
- (4) URL : https://www.google.com/url?sa=i&url=https%3A%2F%2Fcampus.mines-douai.fr%2Fpluginfile.php%2F9812%2Fmod_resource%2Fcontent%2F0%2Ffatigue2010
Les bandes de glissement (campus.mines-douai.fr) Consulté le 30/03/2022 à ... 13H30.
- (5) URL : https://www.google.com/url?sa=i&url=https%3A%2F%2Fgq.mines.gouv.qc.ca%2Fgeologie-pour-tous%2Fgeomagnetisme%2F&psig=AOvVaw2S_OZPV0ltm2BUWISl3vHo&us Consulté le 30/03 /2022 à ... 22H35.
- (6) URL : <http://zhao.recherche.usherbrooke.ca/cours/chapitre%2013.pdf> Propriétés magnétiques
Consulté le 30/03 /2022 à ... 23H00.
- (7) URL : <https://www.brugger-magnet.de> > [materiaux-des-aimants](#) Matériaux de nos systèmes à aimants. Néodyme-Fer-Bore (NdFeB) Alliage en néodyme, fer et bore avec la composition Nd₂Fe₁₄B. Les aimants en NdFeB sont durs ... Consulté le 30/03 /2022 à ... 22H00.
- (8) URL : <https://french.alibaba.com/product-detail/pm-400-200-gm-3sp2-retschi-1600315852231.html> Consulté le 22/04 /2022 à ... 22H28.
- (9) URL : <http://maglevjaponais.eclublog.com/1-la-voie-basee-sur-le-magnetisme-p973306>
.... Consulté le 14/04 /2022 à ... 15H30.

Résumé

Ce travail d'apprentissage de la recherche scientifique est une contribution à l'étude des propriétés magnétiques de poudres de borures mécaniquement alliées par un broyeur type Retsch PM400. Il se focalise essentiellement sur les mesures d'hystérésis magnétique effectuées à l'aide d'un magnétomètre à échantillon vibrant type Microsense EZ7. Les courbes d'hystérésis obtenues avec succès, après application d'un champ magnétique alternatif, reflètent le caractère ferromagnétique doux des borures obtenus. Il en ressort que l'élaboration à 3 h de broyage s'avère le temps critique pour les propriétés magnétiques des poudres obtenues et marque des valeurs maximales pour plusieurs paramètres magnétiques importants à savoir : les aimantations à saturation, M_s , et rémanente, M_r , les champs coercitif, H_c , et de nucléation, H_n , l'énergie de perte par hystérésis, E_{HL} , la perméabilité magnétique maximale, μ_{max} et la constante d'anisotropie, K . Toutefois, la perméabilité initiale s'avère linéairement proportionnelle au temps de broyage. L'effet de la microstructure est mis en évidence par l'évolution du champ coercitif H_c en fonction de la taille moyenne des grains, $\langle L \rangle$, et du taux de microcontraintes, $\langle \sigma^2 \rangle^{1/2}$ et la densité de dislocations, ρ . Généralement associé au niveau d'interactions entre les particules, le rapport M_r/M_s enregistre une stabilité dès 3 h de broyage.

Abstract

This learning scientific research work is a contribution to the study of the magnetic properties of boride powders mechanically alloyed by a Retsch PM400 mill type. It focuses mainly on magnetic hysteresis measurements performed with a vibrating sample magnetometer Microsense EZ7 type. The hysteresis curves obtained successfully, with an applied alternative magnetic field, reflect the soft ferromagnetic character of the obtained borides. It seems that the elaboration at 3 hours of milling is the critical time for the magnetic properties of the obtained powders and marks maximum values for several important magnetic parameters, namely: the saturation, M_s , and remanant, M_r , magnetizations, the coercivity, H_c , the nucleation field, H_n , the hysteresis loss energy, E_{HL} , the maximum magnetic permeability, μ_{max} and the anisotropy constant, K . However, the initial permeability is found to be linearly proportional to the milling time. The effect of microstructure is evidenced by the evolution of the coercivity H_c as a function of the average grain size, $\langle L \rangle$, and the micro strain rates, $\langle \sigma^2 \rangle^{1/2}$ and dislocations densities, ρ . Generally associated with the level of interactions between particles, the squariness ratio, M_r/M_s , registers stability from 3 h of milling.

ملخص

هذا العمل التعليمي للبحث العلمي هو مساهمة في دراسة الخصائص المغناطيسية لمساحيق البوريد المخلوطة ميكانيكياً بواسطة مطحنة من نوع Retsch PM400 يركز بشكل أساسي على قياسات دورة التباطؤ المغناطيسي التي يتم إجراؤها باستخدام مقياس المغناطيسية لعينة مهتزة نوع Microsense EZ7. منحنيات التباطؤ التي تم الحصول عليها بنجاح ، بعد تطبيق مجال مغناطيسي متناوب ، تعكس الطابع المغناطيسي الناعم للبوريدات التي تم الحصول عليها. يتضح أن 3 ساعات من الطحن هو الوقت الحرج للخصائص المغناطيسية للمساحيق التي تم الحصول عليها ويحدد القيم القصوى للعديد من الخواص المغناطيسية المهمة ، وهي: المغناطيسات عند التشبع، M_s ، والمتبقية M_r ، والحقول القسرية، H_c ، والتنووية، H_n ، طاقة الفقدان بالتباطؤ، E_{HL} ، النفاذية المغناطيسية القصوى، μ_{max} وثابت التباين، K . ومع ذلك ، فقد تبين أن النفاذية الأولية تتناسب خطياً مع مدة الطحن. ويتم إبراز تأثير البنية المجهرية من خلال تطور المجال القسري H_c كدالة لمتوسط حجم الحبيبات، $\langle L \rangle$ ، ومعدل العوائق الدقيقة، $\langle \sigma^2 \rangle^{1/2}$ وكثافة الاضطرابات، ρ . بشكل عام، بارتباطها بمستوى التفاعلات بين الحبيبات ، تسجل نسبة M_r/M_s استقرارا بعد 3 ساعات من الطحن.