

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE POLULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE

UNIVERSITE CHADLI BENDJEDID EL-TARF

Faculté des sciences et de la technologie

Département de Génie mécanique

Polycopié

METHODE D'ANALYSE ET DE CARACTERISATION

Cours

Licence - Troisième Année : Génie des matériaux

Dr. Naoual HOUAIDJI

MCB

Année : 2025 - 2026

Préface

Ce polycopié a été écrit à l'intention des étudiants de troisième année des filières techniques et scientifiques des universités et écoles d'ingénieurs d'Algérie. Il correspond au programme officiel du module Méthode d'analyse et de caractérisation enseigné en troisième année (L3-S5) de la filière Génie mécanique (GM) spécialité Génie des matériaux, avec un volume horaire global semestriel de 37h30 (1h30 Cours + 1.00TP /semaine).

L'objectif de ce manuscrit est de donner aux étudiants un support, afin qu'ils puissent connaître le principe des différentes techniques de caractérisation utilisées dans la détermination de différentes propriétés des matériaux. L'étudiant doit pouvoir en fonction définir en fonction de la caractéristique recherchée ou du comportement à analyser la technique à mettre en œuvre et les moyens à utiliser pour son obtention. Le manuscrit est composé de quatre chapitres :

Le premier chapitre est consacré aux analyses thermiques, mettant en lumière les principes, les dispositifs expérimentaux et les domaines d'application des techniques telles que l'analyse thermique simple (ATS), l'analyse thermique différentielle (ATD), la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), la thermogravimétrie (ATG), ou encore l'analyse thermomécanique (TMA).

Le deuxième chapitre explore les méthodes d'observation des matériaux, depuis les techniques classiques de métallographie et de microscopie optique jusqu'aux méthodes avancées comme la microscopie électronique à balayage (MEB), la microscopie électronique à transmission (MET) ou la microscopie à force atomique (AFM). Il illustre l'importance de la préparation des échantillons et des choix instrumentaux pour une analyse microstructurale pertinente.

Le troisième chapitre traite des méthodes spectroscopiques, en s'attardant sur l'ultraviolet-visible, l'infrarouge, la diffraction des rayons X, ainsi que sur les techniques EDS et WDS. Ces méthodes permettent d'analyser la structure atomique, les liaisons chimiques ou encore la composition élémentaire des matériaux.

Enfin, le quatrième chapitre aborde les essais mécaniques, qu'ils soient statiques, dynamiques ou rhéologiques. Ces essais sont essentiels pour caractériser les propriétés mécaniques (résistance, élasticité, ténacité, fatigue, etc.) et pour évaluer la fiabilité des matériaux dans des conditions réelles d'utilisation.

Enfin, une bibliographie sommaire présente les principaux ouvrages utilisés pour la confection de ce manuel

Tables des matières

Table des matières

Chapitre I: Principe de l'analyse thermique	1
I.1 Introduction.....	2
I.2 Analyse thermique.....	3
I.2.1 Analyse thermique simple ATS.....	3
I.2.1.1 But de l'ATS.....	3
I.2.1.2 Utilisation de l'ATS.....	3
I.2.1.3 Principe général du dispositif de mesure.....	4
I.2.1.4 Les capteurs de température (Thermocouples).....	4
I.2.2 Analyse thermique différentielle (ATD).....	6
I.2.2.1 Principe de l'analyse thermique différentielle.....	6
I.2.2.2 Transformation endothermique.....	6
I.2.2.3 Transformation exothermique.....	7
I.2.2.4 Application de l'analyse thermique.....	7
I.3 Analyse enthalpique différentielle (DSC).....	8
1.3.1 Principe de l'analyse DSC.....	8
1.3.2 Appareillage utilisé.....	8
1.3.3 Capteurs utilisés.....	8
1.3.4 Courbe DSC.....	9
1.3.5 Applications de DSC.....	9
1.3.6 Comparaison avec l'analyse thermique différentielle.....	9
I.4 L'analyse thermogravimétrique (ATG).....	10
I.4.1 Dispositif expérimental.....	10
I.4.2 Résultats de l'analyse ATG.....	10
I.4.3 Applications d'ATG.....	11
I.5 Analyse Thermomécanique (TMA).....	11
I.5.1 Principe de TMA.....	11
I.5.2 Appareillage de TMA.....	12
I.5.3 Applications de TMA.....	13
I.5.4 Exemple de courbe TMA.....	13
I.6 Propriétés mesurées.....	14
I.6.1 Propriétés physiques.....	14
I.6.2 Propriétés thermodynamiques.....	14

I.6.3 Comparaison synthétique des méthodes.....	15
Chapitre II : Méthodes d'analyse et d'observation des matériaux.....	16
II.1 Introduction.....	17
II.2 La Métallographie.....	17
II.3 Préparation des éprouvettes.....	17
II.3.1 Prélèvement de l'échantillon (préparation des échantillons).....	18
II.3.2 L'enrobage.....	18
II.3.3 Le polissage.....	18
II.3.4 L'attaque chimique (mise en évidence de la microstructure).....	19
II.4 Microscope optique.....	19
II.4.1 Principe du microscope optique de base.....	19
II.4.2 Constituants du microscope optique.....	20
II.4.3 Exemple de microscopie optique.....	22
II.4.4 Microscope Optique à fond clair.....	22
II.4.5 Le microscope à fond noir.....	22
II.5 Microscope métallographique.....	23
II.5.1 Définition du Microscope métallographique.....	23
II.5.2 Caractéristiques principales d'un microscope métallographique.....	23
II.6 Microscopie confocal: la microscopie en contraste de phase.....	24
II.6.1 Définition de microscopie confocal.....	24
II.6.2 Principe de fonctionnement.....	24
II.6.3 Appareillage de Microscopie confocal.....	25
II.7 La microscopie à fluorescence.....	26
II.7.1 Définition de la microscopie à fluorescence.....	26
II.7.2 Principe de fonctionnement de la microscopie à fluorescence.....	26
II.7.3 Appareillage de microscopie à fluorescence.....	26
II.7.4 Limites de la microscopie en fluorescence.....	26
II.8 Microscopie à force atomique.....	28
II.8.1 Définition de microscopie à force atomique.....	28
II.8.2 Principe de fonctionnement.....	28
II.8.3 Appareillage de microscopie à force atomique.....	30
II.8.4 Capteur utilisée.....	30
II.9 Microscope électronique à balayage.....	31

II.9.1 Définition de Microscope électronique à balayage.....	31
II.9.2 Principe de fonctionnement.....	31
II.9.3 Application du Microscope électronique à balayage.....	32
II.9.4 Appareillage de Microscope électronique à balayage.....	32
II.9.5 Capteurs utilisés.....	32
II.9.6 Modes d'utilisation et spécifications.....	32
II.10 Microscope électronique à transmission.....	33
II.10.1 Définition de Microscope électronique à transmission.....	33
II.10.2 Principe de fonctionnement.....	33
II.10.3 Appareillage de microscope électronique à transmission.....	33
II.10.4 Capteurs utilisés.....	33
 Chapitre III: Méthodes spectroscopiques.....	34
III.1 Introduction.....	35
III.2 Analyse par ultra violet.....	35
III.2.1 Principe de fonctionnement d'un spectrophotomètre.....	35
III.2.2 Appareillage utilisée.....	36
III.2.3 Capteurs utilisés.....	38
III.2.4 Applications.....	38
III.3 Interprétation des spectres infrarouge.....	38
III.3.1 Interaction rayonnement-matière.....	38
III.3.2 Description de la lumière.....	38
III.3.3 Principe de la spectroscopie infrarouge.....	40
III.3.4 Appareillage utilisée.....	40
III.3.5 Capteurs utilisé.....	41
III.3.5.1 Types de Capteurs IR.....	41
III.3.5.2 Technologies de détection IR.....	41
III.4 Diffraction des rayons X.....	42
III.4.1 Principe de fonctionnement du diffractomètre.....	42
III.4.2 Détermination structurale par les méthodes de Patterson.....	44
III.4.3 L'appareillage utilisé.....	45
III.5 Analyse spectroscopique EDS.....	45
III.5.1 Principe de fonctionnement.....	45
III.5.2 Appareillage EDS.....	46

III.5.3	Capteurs utilisés dans EDS.....	46
III.5.4	Applications.....	47
III.5.5	Avantages et Limites d'EDS.....	47
III.6	Analyse Spectroscopique WDS.....	47
III.6.1	Principe de fonctionnement.....	47
III.6.2	Appareillage.....	48
III.6.3	Application.....	48
III.6.4	Comparaison entre EDS et WDS.....	49
Chapitre IV: Méthodes d'essais et d'analyse mécanique.....		50
IV.1	Introduction.....	51
IV.2	Les essais mécaniques conventionnels.....	51
IV.2.1	Essais statiques.....	51
IV.2.1.1	Traction.....	51
IV.2.1.1.1	Principe.....	51
IV.2.1.1.2	Appareillage.....	51
IV.2.1.1.3	Capteurs utilisés.....	52
IV.2.1.2	Compression.....	53
IV.2.1.2.1	Principe.....	53
IV.2.1.2.2	Objectifs principaux.....	53
IV.2.1.2.3	Appareillage.....	53
IV.2.1.2.4	Capteurs utilisés.....	54
IV.2.1.3	Flexion.....	55
IV.2.1.3.1	Principe de l'essai de flexion.....	55
IV.2.1.3.2	Objectifs principaux.....	55
IV.2.1.3.3	Appareillage utilisé.....	55
IV.2.1.3.4	Capteurs utilisés.....	56
IV.2.1.3.5	Application.....	56
IV.2.1.4	Pliage.....	57
IV.2.1.4.1	Principe de fonctionnement.....	57
IV.2.1.4.2	Appareillage utilisé pour le pliage.....	57
IV.2.1.4.3	Capteurs utilisés dans le pliage.....	58
IV.2.1.5	Dureté.....	59

IV.2.1.5.1	Principe de fonctionnement de la mesure de dureté.....	59
IV.2.1.5.2	Appareillage utilisé.....	59
IV.2.1.5.3	Capteurs utilisés dans les essais de dureté.....	60
IV.2.1.6	Torsion.....	61
IV.2.1.6.1	Principe de fonctionnement de l'essai de torsion.....	61
IV.2.1.6.2	Objectif.....	61
IV.2.1.6.3	Principe de fonctionnement.....	61
IV.2.1.6.4	Appareillage utilisé pour l'essai de torsion.....	62
IV.2.1.6.5	Capteurs utilisés dans les essais de torsion.....	62
IV.2.2	Essais dynamiques.....	63
IV.2.2.1	Fatigue.....	63
IV.2.2.1.1	Principe de fonctionnement de l'essai de fatigue.....	63
IV.2.2.1.2	Objectif.....	63
IV.2.2.1.3	Principe.....	63
IV.2.2.1.4	Appareillage utilisé pour l'essai de fatigue.....	63
IV.2.2.1.5	Capteurs utilisés dans les essais de fatigue.....	64
IV.2.2.2	DMA (Analyse Dynamique Mécanique).....	65
IV.2.2.2.1	Principe de fonctionnement de la DMA.....	65
IV.2.2.2.2	Objectif.....	65
IV.2.2.2.3	Principe général.....	65
IV.2.2.2.4	Appareillage utilisé en DMA.....	66
IV.2.2.2.5	Capteurs utilisés dans la DMA.....	66
IV.2.2.2.6	Données mesurées.....	67
IV.2.3	Essais d'énergie.....	67
IV.2.3.1	Résilience.....	67
IV.2.3.1.1	Définition de l'essai de résilience.....	67
IV.2.3.1.2	Principe général de l'essai.....	68
IV.2.3.1.3	Appareillage utilisé pour l'essai de résilience.....	68
IV.2.3.1.4	Spécifications des éprouvettes (selon norme ISO ou ASTM)..	68
IV.2.3.1.5	Capteurs utilisés dans les essais de résilience modernes.....	68
IV.2.3.2	Ténacité.....	69
IV.2.3.2.1	Définition de la ténacité.....	69
IV.2.3.2.2	Principe général.....	69

IV.2.3.2.3	Appareillage utilisé pour mesurer la ténacité.....	70
IV.2.3.2.4	Capteurs utilisés dans l'essai de ténacité.....	70
IV.2.4	Essais de chocs.....	71
IV.2.4.1	Définition des essais de choc.....	71
IV.2.4.2	Principe général.....	71
IV.2.4.3	Appareillage utilisé dans les essais de choc.....	72
IV.2.4.4	Capteurs utilisés dans les essais de choc.....	73
IV.2.5	Essais rhéologiques.....	74
IV.2.5.1	Rhéomètres.....	74
IV.2.5.1.1	Définition des essais rhéologiques.....	74
IV.2.5.1.2	Principe général.....	74
IV.2.5.1.3	Appareillage utilisé en rhéologie.....	75
IV.2.5.1.4	Capteurs utilisés dans un rhéomètre.....	75
IV.2.5.2	Fluage.....	76
IV.2.5.2.1	Principe du fluage.....	76
IV.2.5.2.2	Appareillage utilisé.....	77
IV.2.5.2.3	Capteurs utilisés.....	77
IV.2.5.3	Relaxation.....	78
IV.2.5.3.1	Principe de la relaxation.....	78
IV.2.5.3.2	Objectifs.....	78
IV.2.5.3.3	Appareillage utilisé.....	78
IV.2.5.3.4	Capteurs utilisés.....	79
IV.2.5.4	Recouvrance.....	79
IV.2.5.4.1	Principe de la recouvrance.....	79
IV.2.5.4.2	Objectifs.....	79
IV.2.5.4.3	Appareillage utilisé pour l'étude de la recouvrance.....	80
IV.2.5.4.4	Capteurs et méthodes de mesure associés.....	80
IV.2.6	Essais de tribologie.....	81
IV.2.6.1	Principe des essais de tribologie.....	81
IV.2.6.2	Appareillage utilisé.....	82
IV.2.6.3	Capteurs utilisés.....	82
IV.2.6.4	Méthodes complémentaires d'analyse.....	83
IV.2.6.5	Applications industrielles.....	83
	Références bibliographiques.....	84

Chapitre I: Principe de l'analyse thermique

I.1 Introduction

L'analyse thermique est une série de techniques qui mesure l'évolution, en fonction de la température, du temps et de l'atmosphère, d'une grandeur physique ou chimique d'un matériau minéral ou organique.

L'analyse thermique est largement utilisée à la fois en contrôle qualité et dans les applications de recherche sur les produits industriels :

- Génie des procédés de matériaux (modification des structures et des formes), génien climatique et bâtiment (production, stockage et isolation du chaud ou de froid), aérospatial et aéronautique (protection thermique), électronique (propriétés de conduction, protection des composants, capteurs nano- et microélectronique), agriculture et agroalimentaire (production et conservation des aliments, cuisson), pharmacie (production et conservation)...

La température traduit l'entropie d'un système. Elle est l'une des grandeurs qui caractérisent l'état d'un corps à l'équilibre thermodynamique et se mesure à l'échelle macroscopique. Dans son sens le plus commun, elle s'exprime en présence d'un grand nombre de particules car elle est générée par l'interaction des particules entre elles : vibration des atomes dans les solides et agitation moléculaire dans les liquides et les gaz.

Il existe plusieurs types d'analyse thermiques, le tableau 1 présente quelques exemples.

Tableau I.1: Exemple de techniques d'analyse thermique.

Technique	Paramètre mesuré	Instrument utilisé
Thermogravimétrie (TG)	Masse	Thermo balance
Analyse Thermique Différentielle (DTA)	Différence de températures	Appareil DTA
Calorimétrie Différentielle Programmée (DSC)	Différence de flux de chaleur	Calorimètre DSC
Analyse Thermomécanique (TMA)	Volume ou longueur	Dilatomètre

I.2 Analyse thermique

I.2.1 Analyse thermique simple ATS

I.2.1.1 But de l'ATS

Tracé de la courbe donnant, la variation de la température d'un corps préalablement chauffé, en fonction du temps.

I.2.1.2 Utilisation de l'ATS

L'étude des transformations liquide-solide permet de :

- Tracer les liquidus et solidus des diagrammes d'équilibre ;
- Déterminer la composition d'un alliage.

I.2.1.3 Principe général du dispositif de mesure

Un creuset contenant le métal ou l'alliage est placé dans un four.

Un couple thermoélectrique est relié à un enregistreur. Il permet de tracer la courbe donnant la variation de température en fonction du temps.

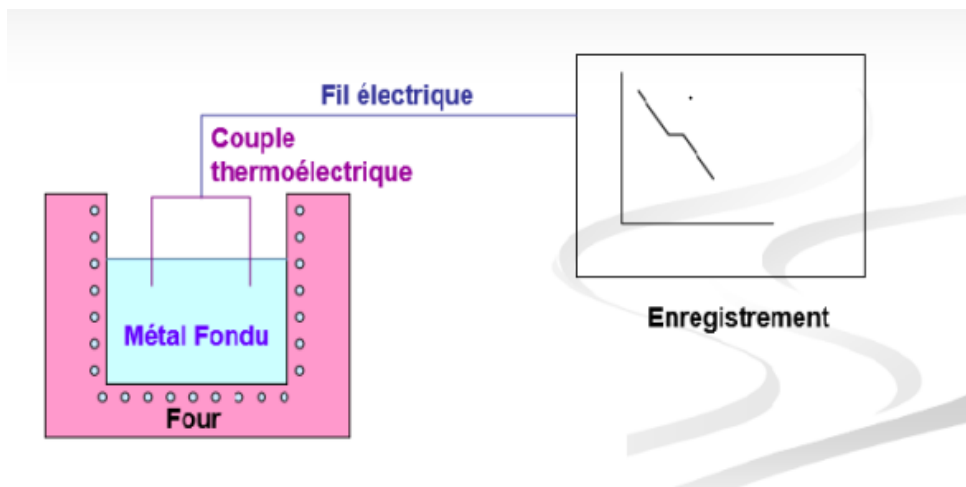


Figure I.1: Schéma du dispositif de mesure de l'ATS.

I.2.1.4 Les capteurs de température (Thermocouples)

L'**effet Seebeck** est un effet thermoélectrique, découvert par le physicien allemand Thomas Johann Seebeck en 1821. Celui-ci remarqua que l'aiguille d'une boussole est déviée lorsqu'elle est placée entre deux conducteurs de natures différentes et dont les jonctions ne sont pas à la même température T , figure 1.2.

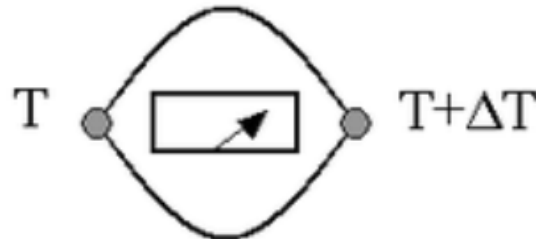


Figure 1.2: L'effet Seebeck.

Les capteurs de température sont des dispositifs, grâce à l'effet Seebeck, permettent de transformer l'effet du réchauffement ou du refroidissement sur leurs composants en signal électrique. Ces capteurs de température sont dits " Thermocouple".

Si on réunit à une extrémité deux fils métalliques de natures différentes et que l'on élève la température de cette extrémité, il apparaît une tension e_{AB} aux extrémités restées libres suite à un courant électrique dans ce circuit. Il est possible de déterminer la température de l'extrémité chauffée à partir de la mesure de e_{AB} .

On appelle :

Soudure chaude : Jonction de l'ensemble thermocouple soumis à la température à mesurer : c'est la jonction Capteur.

Soudure froide : Jonction de l'ensemble thermocouple maintenu à une température connue ou à $0\text{ }^{\circ}\text{C}$: c'est la jonction Référence.

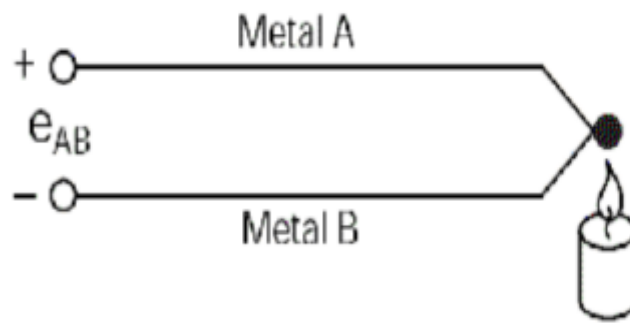


Figure I.3 : Principe de fonctionnement d'un thermocouple.

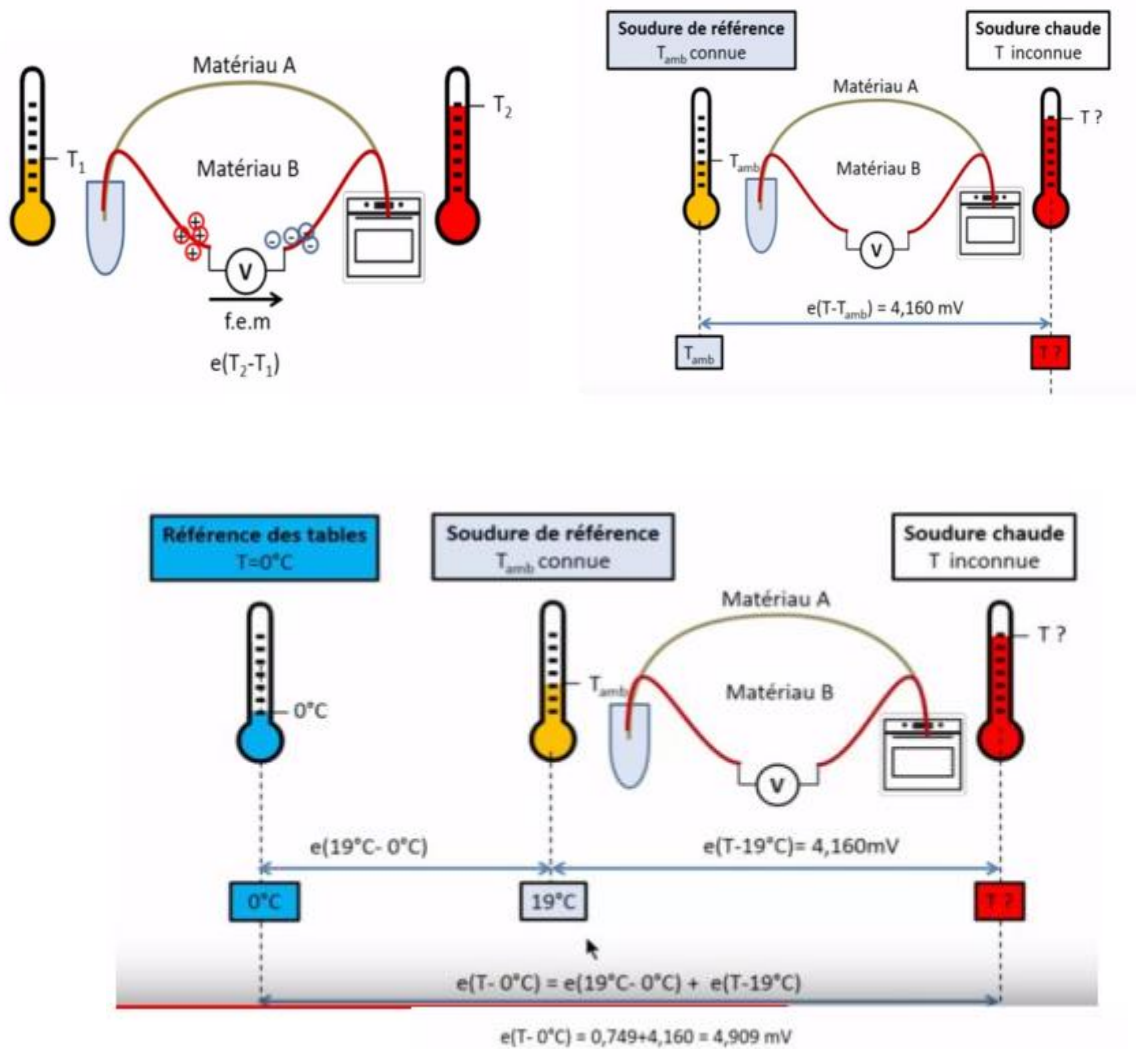


Figure I.4: Principe de fonctionnement d'un thermocouple.

I.2.2 Analyse thermique différentielle (ATD)

I.2.2.1 Principe de l'analyse thermique différentielle

La méthode consiste à mesurer la différence de température ΔT entre un échantillon (T_e) et une substance de référence (T_r), tous deux soumis à une même loi d'échauffement ou de refroidissement généralement linéaire.

La référence est « inerte » c'est à dire qu'elle ne subit aucune transformation physique ou chimique dans le domaine de température considéré.

L'enregistrement de ΔT en fonction de la température ou du temps représente le pic d'ATD, pic qui peut être **endothermique** (les transitions de phase et l'évaporation de solvants) **exothermique** (la cristallisation, l'oxydation et certaines de décompositions) selon la nature de la transformation considérée.

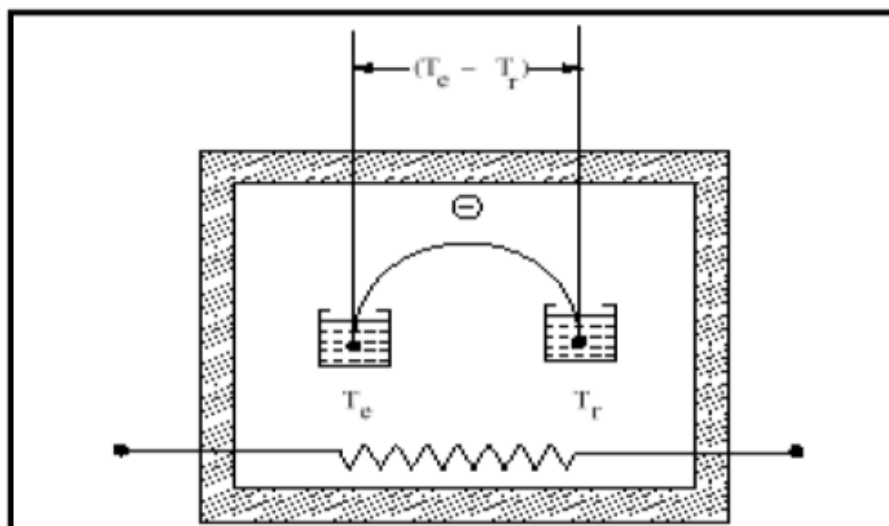


Figure I.5 : Principe de l'analyse ATD.

I.2.2.2 Transformation endothermique

Transformation au cours de laquelle le système absorbe de la chaleur venue de l'extérieur. Cette chaleur est comptée positivement : c'est un gain d'énergie pour le système.

Exemples de transformation exothermique :

- Transitions de phases (état de la matière) (vapeur, solide, liquide);
- Transitions de liquide à gazeux (vaporisation)
- Transitions de solide à liquide (fusion)
- Transitions de solide à gazeux (sublimation).

I.2.2.3 Transformation exothermique

Transformation au cours de laquelle un système libère de la chaleur vers l'extérieur. Cette chaleur est comptée négativement: c'est une perte d'énergie pour le système.

✚ Exemples de transformation exothermique :

La cristallisation, l'oxydation et certaines décompositions.

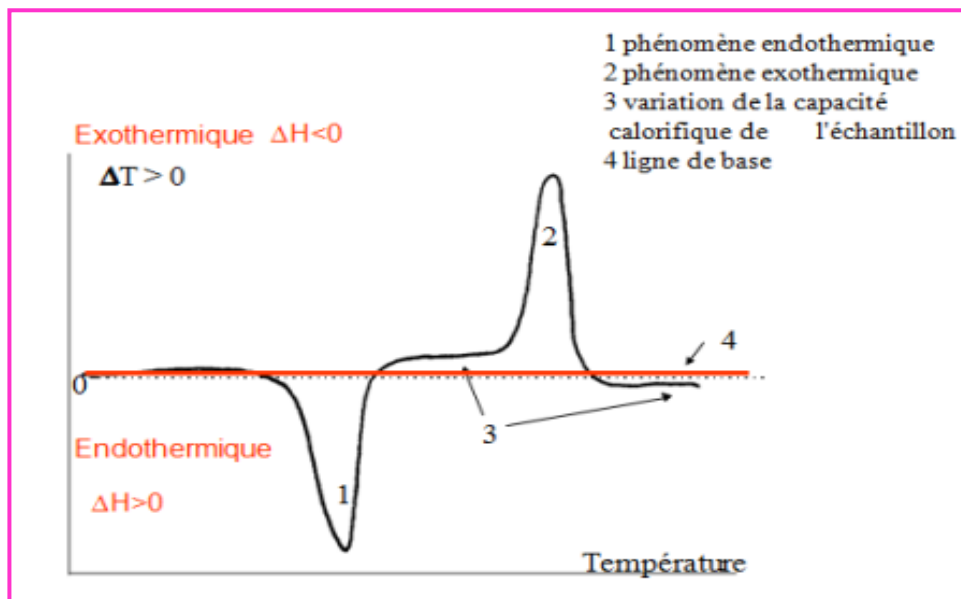


Figure I.6: Courbe obtenue par ATD.

I.2.2.4 Application de l'analyse thermique

- Déterminer les températures de transformation de phases telles que la fusion, la solidification ;
- Tracer les courbes de solidus et liquidus des alliages métalliques ;
- Détection des transitions de phase (fusion, cristallisation) ;
- Réactions chimiques exothermiques ou endothermiques.

I.3 Analyse enthalpique différentielle (DSC)

I.3.1 Principe de l'analyse DSC

L'analyse enthalpique différentielle ou D.S.C est une technique d'analyse thermique basée sur la mesure du flux de chaleur différentiel entre un échantillon et une référence inerte soumis à une même loi d'échauffement ou de refroidissement linéaires.

La technique est la même que pour la DTA si ce n'est que les températures sont mesurées à partir de plateaux de grande surface sur lesquels reposent le creuset de référence (par exemple l'alumine, mais peut aussi être de l'air) et le creuset contenant l'échantillon.

I.3.2 Appareillage utilisé

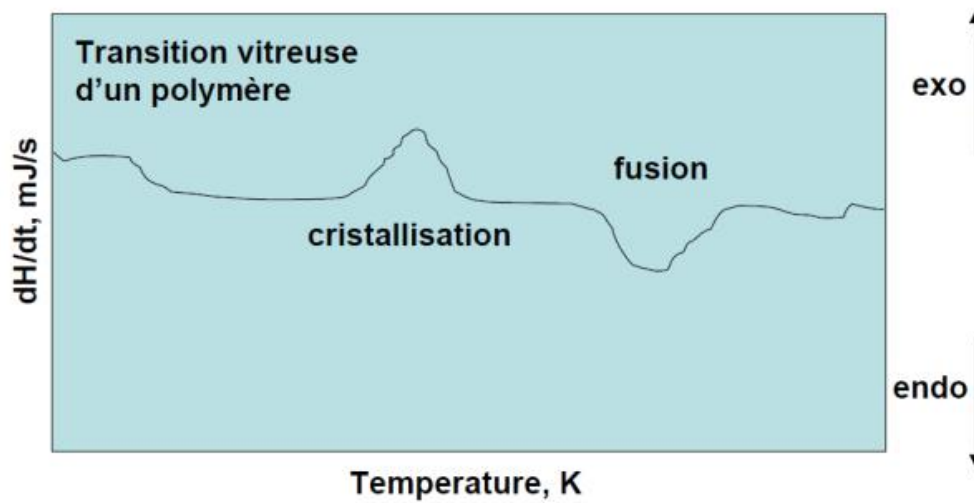
L'équipement utilisé dans l'analyse enthalpique différentielle composé de :

- **Four de haute précision** : contrôle de la température.
- **Capteurs de flux de chaleur** : placés sous les creusets.
- **Système de régulation et d'enregistrement** : permet de tracer les courbes de flux de chaleur.
- **Gaz inerte** : pour éviter les réactions d'oxydation.

I.3.3 Capteurs utilisés

- ✚ Capteurs thermiques intégrés ou thermopiles pour détecter la différence de flux de chaleur.
- ✚ Thermocouples pour la température absolue.

I.3.4 Courbe DSC



I.3.5 Applications de DSC

- + Détermination des transitions de phase ;
- + La température de transition vitreuse (T_g) ;
- + Les enthalpies de réaction;
- + Détermination d'une chaleur de transformation (réaction, fusion, ...) ;
- + Détermination des chaleurs spécifiques C_p .

I.3.6 Comparaison avec l'analyse thermique différentielle

La calorimétrie différentielle à balayage et l'analyse thermo-différentielle sont très souvent confondues. Il existe pourtant une différence fondamentale entre ces deux méthodes. Avec un appareil de **DSC**, on mesure des différences d'énergie, tandis qu'avec l'**ATD**, on mesure des différences de température.

I.4 L'analyse thermogravimétrique (ATG)

En anglais: *thermogravimetric analysis* (TGA), est une technique d'analyse thermique qui consiste en la mesure de la variation de d'un échantillon en fonction du temps, pour une ou un profil de température donné.

I.4.1 Dispositif expérimental

Les mesures s'effectuent à l'aide de thermobalance qui comporte trois parties fondamentales:

- La balance pour la pesée,
- Le four,
- Le dispositif d'enregistrement.

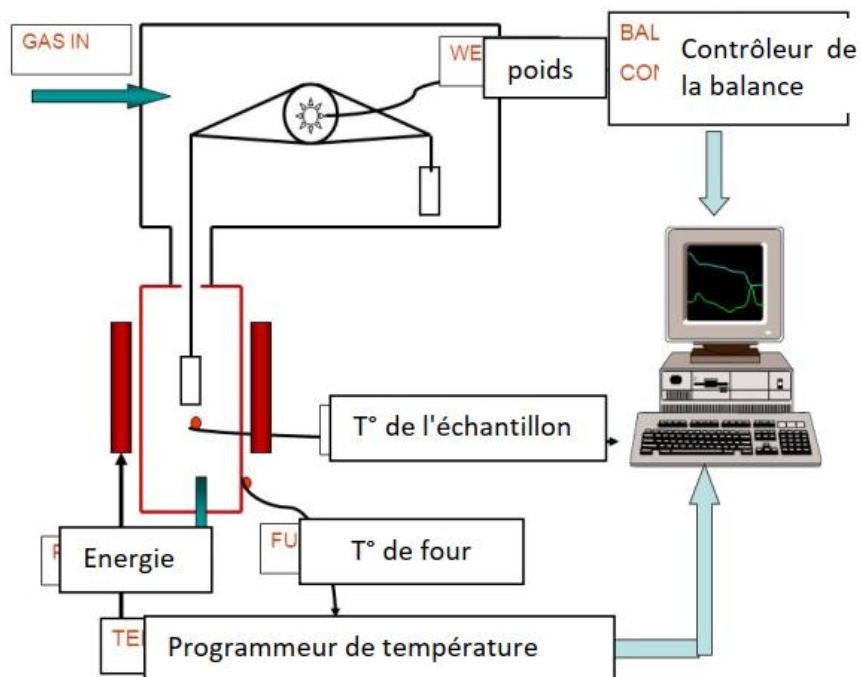


Figure I.7 : Présentation schématique d'un dispositif d'analyse thermogravimétrique.

I.4.2 Résultats de l'analyse ATG

Les résultats d'une expérience se traduisent par le tracé d'une courbe thermogravimétrique où la masse de l'échantillon est portée en ordonnée et le temps en abscisse.

I.4.3 Applications d'ATG

On fait appel à cette technique pour:

- Déterminer la stabilité thermique d'un composé,
- Connaitre l'hydratation des composés;
- Isoler les phases intermédiaires qui prennent naissance pendant le traitement thermique;
- Déceler d'éventuelles impuretés;
- Suivre une oxydation ou une réduction.

I.5 Analyse Thermomécanique (TMA)

I.5.1 Principe de TMA

L'analyse thermomécanique mesure de façon précise les changements dimensionnels (déformations) d'un échantillon en fonction de la température, du temps, et de la force appliquée. Lorsqu'il est soumis à une programmation de température, sous atmosphère contrôlée. La contrainte peut correspondre à une compression, une traction ou une flexion. L'analyse thermomécanique est une technique mesurant la déformation d'un échantillon sous contrainte non oscillatoire lorsqu'il est soumis à une programmation de température, sous atmosphère contrôlée. La contrainte peut correspondre à une compression, une traction ou flexion.

I.5.2 Appareillage de TMA

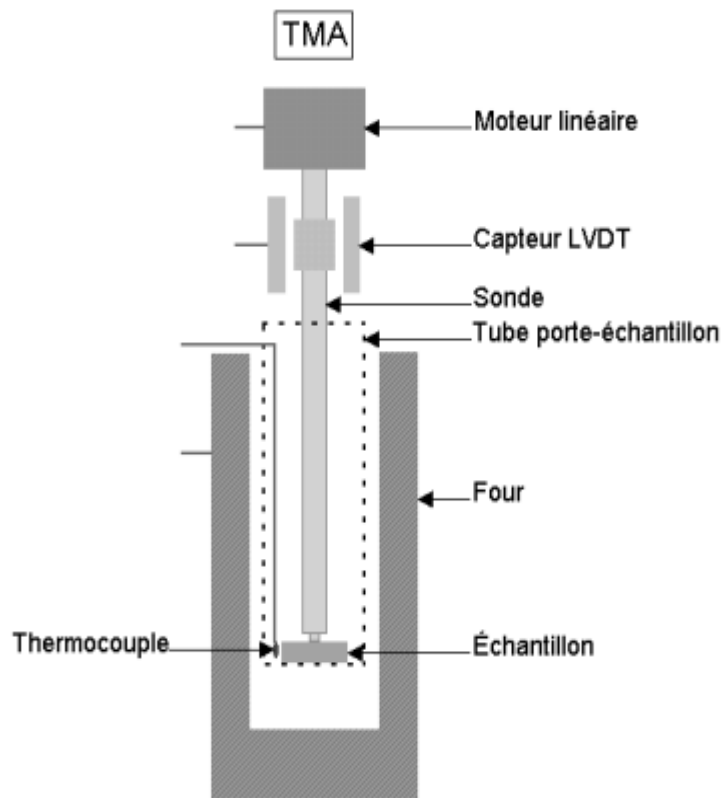


Figure I.8 : Schéma de principe d'un analyseur thermomécanique TMA.

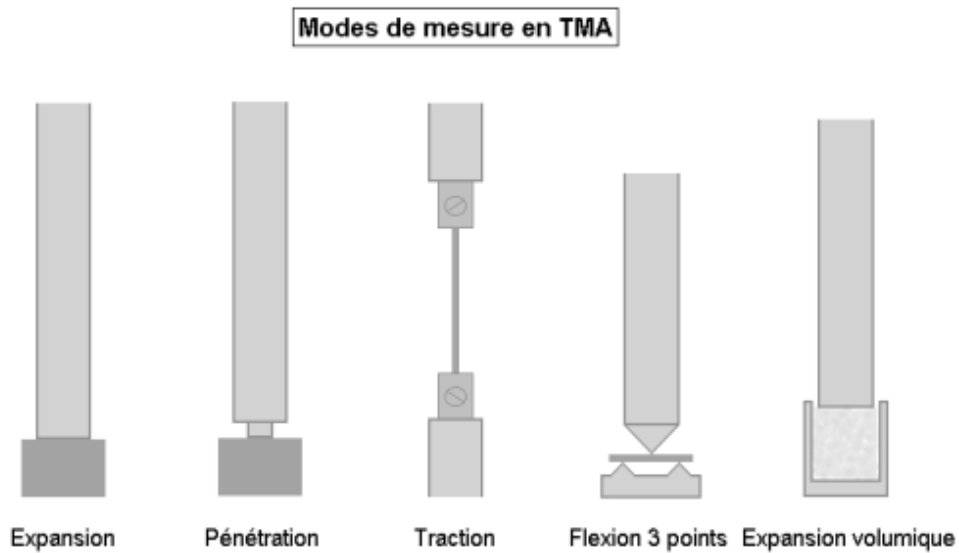


Figure I.9 : Mode de mesure en TMA.

I.5.3 Applications de TMA

- Mesure du coefficient de dilatation;
- Détection des transitions (transition vitreuse, fusion, décomposition, etc.);
- Tenue thermomécanique ;
- Gonflement
- Fluage (déformation irréversible d'un matériau mesurée en fonction du temps sous charge appliquée constante);
- Contrôle de revêtements;
- Température de frittage (de céramiques, par exemple);

I.5.4 Exemple de courbe TMA

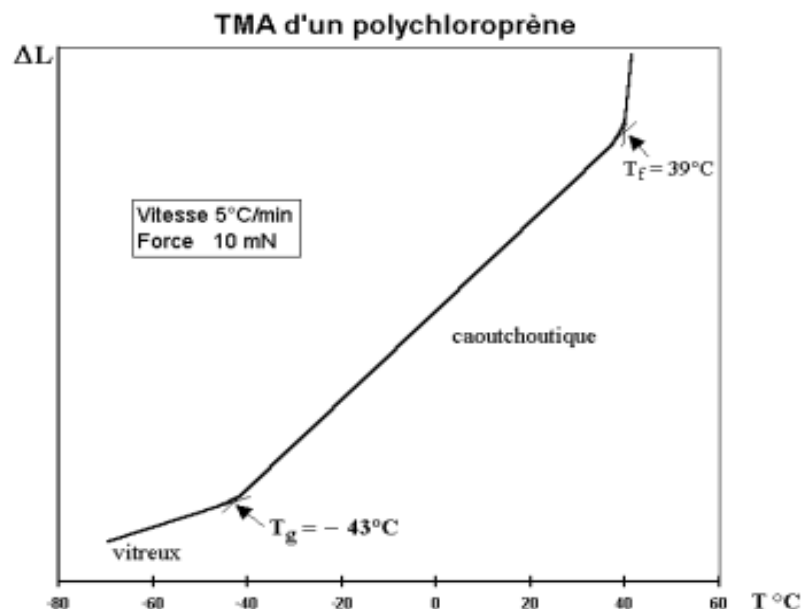


Figure I.10 : Courbe TMA d'un polychloroprène.

La courbe illustre l'évolution de la longueur en fonction de la température pour un élastomère: le polychloroprène qui subit une **transition vitreuse** accompagnée par une augmentation du volume libre, donc du coefficient de dilatation.

Le coefficient de dilatation thermique variant brusquement au voisinage de la **température de transition vitreuse**, T_g , il sera possible de déterminer en TMA la température de cette transition.

(TF) indique la température de fusion du polymère.

Pour un polymère donné, le coefficient α (coefficient de dilatation thermique) mesuré à une température supérieure à la transition vitreuse est environ trois fois plus élevé que celui mesuré à l'état vitreux.

Pour ce polymère, dans la région caoutchoutique, la dilatométrie a permis de mesurer

$$\alpha_{\text{caout}} = 200 \times 10^{-6} \text{ C}^{-1}.$$

La **transition vitreuse** est un phénomène réversible de transition entre la forme dure et relativement cassante et la forme « fondue » ou caoutchouteuse d'un polymère.

I.6 Propriétés mesurées

I.6.1 Propriétés physiques

- **Transition vitreuse (Tg)** : caractéristique des matériaux amorphes, transition entre état rigide et état caoutchouteux (détectée par DSC).
- **Fusion (Tf)** : changement d'état solide \rightarrow liquide, mesuré par DSC ou DTA.
- **Cristallisation** : passage d'un état amorphe ou liquide à un état ordonné (DSC).
- **Transitions de phase solides** : transformations polymorphiques (DSC, DTA).
- **Décomposition thermique** : perte de masse ou changement chimique (TGA).
-

I.6.2 Propriétés thermodynamiques

- **Chaleur spécifique (Cp)** : capacité d'un matériau à absorber de la chaleur (mesurée par DSC).
- **Enthalpie de transition (ΔH)** : énergie absorbée ou dégagée pendant une transition thermique (fusion, cristallisation, réaction...).
- **Température de dégradation** : température à partir de laquelle un matériau commence à se décomposer (TGA).
- **Cinétique de réaction thermique** : en couplant TGA avec modélisation.

I.6.3 Comparaison synthétique des méthodes

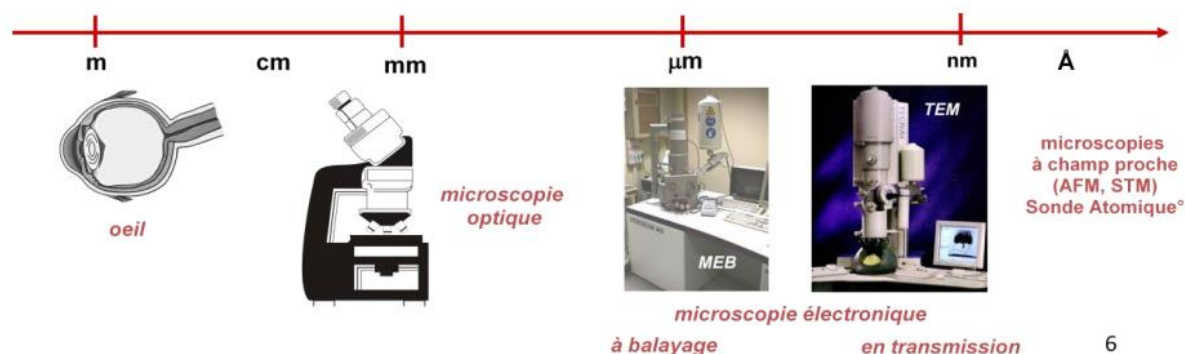
Tableau I.2: Comparaison synthétique des méthodes d'analyse.

Méthode	Paramètre mesuré	Capteurs utilisés	Informations obtenues
DTA	ΔT (différence de température)	Thermocouples	Température des transitions, qualitative
DSC	Flux de chaleur, ΔH	Thermopiles, thermocouples	Température, enthalpie, C_p
TGA	Variation de masse	Balance, thermocouples	Dégradation, stabilité, pertes volatiles

Chapitre II: Méthodes d'analyse et d'observation des matériaux

II.1 Introduction

Pour comprendre et améliorer le comportement des matériaux métalliques, il faut établir la liaison entre des phénomènes qui se déroulent à l'échelle microscopique et les propriétés macroscopiques. La structure interne des matériaux est composée de grains ou de particules de taille microscopique, qui constituent la microstructure. Celle-ci est observable par microscopie (optique ou électronique).



II.2 La Métallographie

C'est la technique qui consiste à déterminer la structure d'un métal en l'observant avec un microscope optique. On peut déterminer ainsi, selon les cas :

- La taille et la forme des cristallites (ou grains) ;
- La répartition des phases ;
- La direction des lignes de glissement (intersection des plans de glissement avec la surface), dans le cas d'un échantillon déformé.

II.3 Préparation des éprouvettes

La préparation des éprouvettes destinées à l'étude microscopique est divisée en plusieurs étapes:

- ✚ Le prélèvement de l'échantillon (préparation des échantillons)
- ✚ L'enrobage,
- ✚ Le polissage,
- ✚ L'attaque révélatrice de la micro structure (l'attaque chimique).

II.3.1 Prélèvement de l'échantillon (préparation des échantillons)

Il est tout d'abord nécessaire de souligner l'importance du *prélèvement* de l'échantillon. En effet, une étude micro-structurale n'a de valeur que dans la mesure où l'échantillon représente bien l'ensemble d'où il provient, tant par sa composition chimique que par ses caractéristiques physiques.

Dans le cas de la préparation des échantillons, l'échantillon est coupé à l'aide d'une scie ou d'une meule le plus doucement possible en lubrifiant un maximum de telle sorte que l'échantillon ne présente pas d'échauffement ou de déformation qui peuvent brouiller ou modifier la microstructure et qui rend l'échantillon non-représentatif de la vraie microstructure de celui-ci.

II.3.2 L'enrobage

On effectue un *enrobage* au moyen de résine ou d'un polymère renforcé, afin de permettre une manipulation plus aisée de l'échantillon et d'assurer la planéité de la surface.

II.3.3 Le polissage

Le *polissage* a pour buts principaux l'obtention d'une surface plane de rugosité minimale, mais également l'élimination de la couche superficielle de l'échantillon dont la microstructure pourrait être non-représentative du matériau (couches d'oxydes ou écrouissage provenant de la découpe...).

Il s'effectue généralement en deux étapes. La première consiste en un polissage grossier de la surface à l'aide de papiers recouverts de poudre abrasive de granulométrie décroissante (typiquement de 150 à 15 μ m).

La seconde, appelée polissage fin, est effectuée à l'aide d'un drap contenant une pâte de diamant de l'alumine ou de la silice dont les particules ont un diamètre de 1 à 10 μ m. Pour ces deux stades, l'utilisation d'un lubrifiant est indispensable afin d'éviter tout échauffement du matériau.

Le rinçage de l'échantillon, voir son passage dans un bain à ultrasons, est requis à chaque changement de papier ou de drap afin d'éviter que des particules de grand diamètre ne polluent le stade de polissage à plus faible granulométrie. Il existe d'autres types de polissage tels que le polissage électrolytique ou chimique qui ne sont utilisés que pour des cas et des matériaux bien précis.

II.3.4 L'attaque chimique (mise en évidence de la microstructure)

L'attaque des échantillons met en évidence la morphologie des grains, les défauts ou irrégularités de la surface, la sous-structure, les précipités, les inclusions, etc. Les méthodes d'attaque peuvent être classées en deux principales catégories:

- **l'attaque chimique**, provoquant une dissolution différentielle des cristaux suivant leur orientation, des phases suivant leur nature ou une attaque spécifique aux joints de grains,
- **l'attaque électrolytique** où une source extérieure de courant est utilisée. L'échantillon (qui doit être conducteur) est placé à l'anode du circuit électrique provoquant une oxydation des éléments de certaines zones de la surface. Il est également possible d'imposer un potentiel à l'échantillon de façon à attaquer une seule phase du matériau.

Le tableau suivant donne un aperçu de quelques réactifs principaux permettant une attaque chimique révélatrice de la microstructure.

Tableau II.1: Principaux réactifs utilisés en attaque métallographique.

Réactifs	Composition chimique	Matériaux
Nital	HNO ₃ (4%) + alcool éthylique	Aciers
Eau régale	HCl (66%) +HNO ₃ (34%)	Aciers alliés
Villela	HCl(5%) + ac.Picrique C ₆ H ₃ N ₃ O ₇ (5%) + H ₂ O	Aciers
Acide nitrique	HNO ₃ (10-60%) + H ₂ O	Cuivre
Keller	HF (10%) + HCl (15%) +HNO ₃ (25%) + H ₂ O	Aluminium

II.4 Microscope optique

II.4.1 Principe du microscope optique de base

Le microscope optique est un système optique à lentilles dont le but est d'obtenir une image agrandie de l'échantillon à observer.

❖ Le premier groupe de lentilles, dirigé vers l'objet à examiner, constitue l'**objectif**. Il donne une image réelle, inversée et agrandie de l'objet. Cette image n'est pas formée sur un verre dépoli, mais se trouve quelque part dans le tube optique, c'est l'image intermédiaire.

❖ Le deuxième groupe de lentilles, dirigé vers l'œil de l'observateur, est appelé l'**oculaire** ; il fonctionne comme une simple loupe et grossit l'image précédente. On obtient alors l'image définitive virtuelle, plus ou moins fortement grossie et renversée de l'objet initial.

Grandissement de l'objectif	Grossissement de l'oculaire	Grossissement total du microscope	Nom commun donné à l'observation
4	10	40	Faible grossissement
10	10	100	Faible grossissement
20	10	200	grossissement moyen
40	10	400	grossissement moyen
100	10	1000	Fort grossissement

Le grossissement total du microscope est égal au produit du grandissement de l'objectif et du grossissement de l'oculaire.

II.4.2 Constituants du microscope optique

De bas en haut :

- **miroir** : sert à réfléchir la lumière ambiante pour éclairer l'échantillon par en dessous;

- **source de lumière** : artificielle de meilleure température de couleur et de stabilité et par l'usage d'un condenseur qui permet à cette lumière de remplir d'une façon homogène et régulière le champ observé,

- **diaphragme** : ouverture de diamètre variable permettant de restreindre la quantité de lumière qui éclaire l'échantillon.

• **platine porte-échantillon** : où l'on pose l'échantillon ; les « valets » servent à tenir l'échantillon lorsque celui-ci est mince (par exemple une lame).

• **objectifs** : lentille ou ensemble de lentilles réalisant le grossissement. Il y a en général plusieurs objectifs, correspondant à plusieurs grossissements, montés sur un barillet.

• **mise au point rapide et micrométrique** ; pour que l'image soit nette, il faut que l'objet soit dans le plan focal de l'objectif ; ces molettes font monter et descendre l'ensemble objectif-oculaire avec un système de crémaillère, afin d'amener le plan focal sur la zone de l'échantillon à observer ;

• **oculaire** : lentille ou ensemble de lentilles formant l'image d'une manière reposante pour l'œil.

L'oculaire peut être remplacé par un appareil photographique, ou par une caméra vidéo pour faire une acquisition numérique.

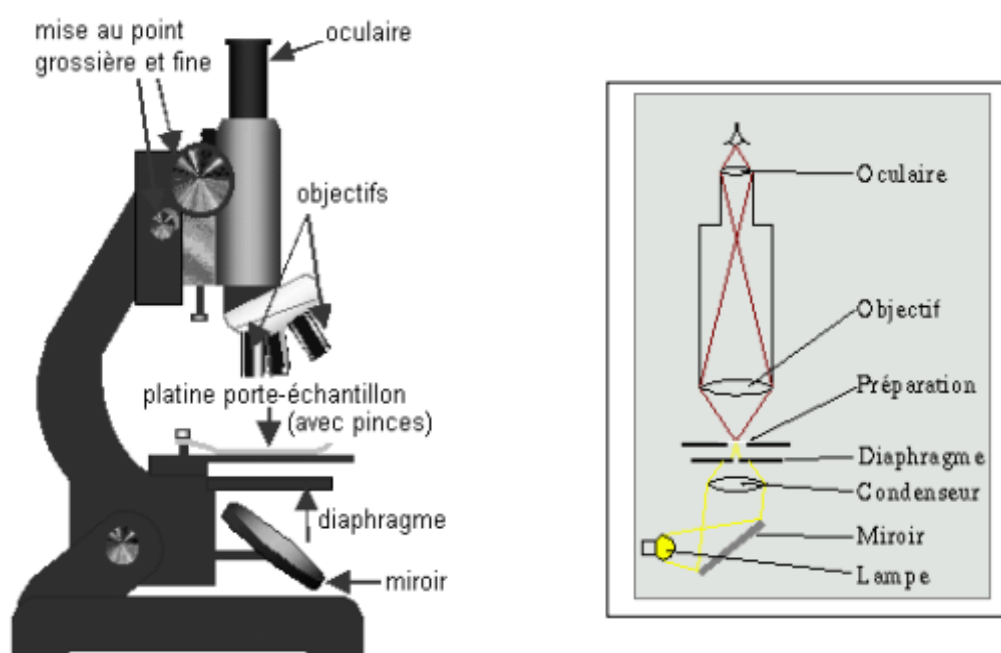


Figure II.1: Schéma d'un microscope optique.

II.4.3 Exemple de microscopie optique

Il existe différents types de microscopie optique sont regroupés dans le tableau suivant avec leur particularités.

Tableau II.1 : Exemple de microscopie optique.

Type	Particularités
Optique à fond clair	Structure interne des objets
Optique à fond noir	Echantillons non colorés, structures vivantes et en déplacement.
Optique à fluorescence	Marquage et détection simultanée de structures et composés chimiques.
Optique à contraste de phase	Mise en valeur des différences d'indices de réfraction et de contrastes.

II.4.4 Microscope Optique à fond clair

Le microscope optique à fond clair caractérisé par ses caractérisations suivant:

- Utilise des rayons lumineux
- Épaisseur de coupe (1-5 μm)
- Observation vitale et colorée
- C'est le plus courant et le plus ancien
- Il permet de recueillir la lumière de la source directement dans les objectifs, après avoir été transmise par l'échantillon
- L'échantillon est éclairé par-dessous et observé par-dessus.
- Peut améliorer l'observation en colorant les échantillons
- Visualiser des objets vivants variés (bactéries, unicellulaires...) ou fixés (coupes histologiques...)

II.4.5 Le microscope à fond noir

Le microscope optique à fond noir caractérisé par ses caractérisations suivant:

- Utilise les rayons lumineux dans un fond noir.
- Utilisé pour les éléments trop transparents.
- Les éléments observés apparaissent très brillants.
- N'est pas utilisé pour l'observation d'objets colorés.

II.5 Microscope métallographique

II.5.1 Définition du Microscope métallographique

Le microscope métallographique permet d'examiner par réflexion les surfaces métalliques, et de nombreux procédés d'illumination sont utilisés pour interpréter les structures non seulement de façon qualitative, mais aussi, et de plus en plus, de manière quantitative.

Un microscope métallographique (que l'on retrouve également sous le terme microscopes métallurgiques) est un outil essentiel dans le domaine de la métallographie, une branche de la science des matériaux qui étudie la structure des métaux et des alliages. Ces microscopes sont conçus pour examiner les échantillons métalliques à des niveaux de détail microscopiques, permettant aux chercheurs, aux ingénieurs et aux techniciens de comprendre la structure interne des matériaux métalliques.

II.5.2 Caractéristiques principales d'un microscope métallographique

Les caractéristiques principales d'un microscope métallographique typique sont:

- ✚ **Optique** : Les microscopes métallographiques sont équipés d'optiques de haute qualité permettant une visualisation claire et détaillée des échantillons. Ils peuvent être équipés d'objectifs de différentes puissances pour offrir des niveaux de grossissement variés, allant généralement de 50x à 1000x ou plus.
- ✚ **Éclairage** : Ils disposent d'un système d'éclairage adapté pour l'observation des échantillons métalliques. Ceci peut inclure des sources lumineuses halogènes ou à LED, ainsi que des dispositifs d'éclairage polarisé pour des observations spécifiques.
- ✚ **Platine** : Les microscopes métallographiques sont équipés de platines robustes pour maintenir les échantillons en place pendant l'observation.
- ✚ **Caméras numériques et logiciels de traitement d'images** : De nombreux microscopes métallographiques peuvent être couplés à des caméras externes grâce à leur sortie photo trinoculaire pour capturer des images haute résolution des échantillons observés. Cela permet de documenter les observations et de les partager facilement avec d'autres chercheurs ou collègues. Ces caméras sont dotées de logiciels

d'analyse d'images permettant de mesurer et d'analyser quantitativement diverses caractéristiques des échantillons, telles que la taille des grains, la porosité, l'inclusion.

Les microscopes métallographiques sont des outils polyvalents et essentiels pour l'étude des matériaux métalliques à l'échelle microscopique. Leur combinaison d'optique avancée, d'éclairage adapté, de fonctionnalités d'imagerie numérique et d'analyse d'images en fait des instruments indispensables pour la recherche, le développement et le contrôle qualité dans de nombreux domaines industriels, y compris l'aérospatiale, l'automobile, l'électronique et la métallurgie.

II.6 Microscopie confocal: la microscopie en contraste de phase

II.6.1 Définition de microscopie confocal

Un microscope confocal, appelé plus rarement microscope monofocal, est un microscope optique qui a la propriété de réaliser des images de très faible profondeur de champ (environ 400 nm) appelées « sections optiques ». En positionnant le plan focal de l'objectif à différents niveaux de profondeur dans l'échantillon, il est possible de réaliser des séries d'images à partir desquelles on peut obtenir une représentation tridimensionnelle de l'objet. L'objet n'est donc pas directement observé par l'utilisateur ; celui-ci voit une image recomposée par ordinateur.

Le microscope confocal fonctionne en lumière réfléchie ou en fluorescence. La plupart du temps, on utilise un laser comme source de lumière. On parle alors de microscope confocal à balayage laser- MCBL (en anglais CLSM pour *confocal laser scanning microscope*).

II.6.2 Principe de fonctionnement

Le microscope confocal agit comme un microtome optique, son principe consiste à focaliser, par l'intermédiaire d'un objectif, un faisceau laser qui va exciter les fluorochromes en un point de l'échantillon, puis à récupérer, sur un photomultiplicateur, le signal lumineux émis en ce point.

La microscopie de fluorescence sous excitation biphotonique (ou multiphotonique) basée sur des interactions non linéaires lumière-matière, elle a la particularité d'effectuer des coupes

optiques en confinant l'excitation au volume focal, restreignant ainsi la photodégradation uniquement à ce volume.

II.6.3 Appareillage de Microscopie confocal

Une microscopie confocale, l'appareillage clé est le microscope confocal lui-même, qui utilise un laser comme source de lumière, un diaphragme confocal, et un détecteur pour former des images en coupes optiques nettes et de haute résolution. L'échantillon est scanné point par point, et le diaphragme confocal permet d'éliminer la lumière parasite provenant des zones hors foyer, offrant ainsi des images plus précises et contrastées, notamment pour les études en trois dimensions et en biologie.

Voici les principaux éléments de l'appareillage d'un microscope confocal:

Source lumineuse laser

Un laser (souvent un laser à balayage) est utilisé pour illuminer l'échantillon. Les lasers à plusieurs longueurs d'onde permettent d'utiliser des colorants fluorescents pour améliorer le contraste.

Objectif

L'objectif focalise la lumière laser sur l'échantillon et collecte la lumière réfléchie.

Diaphragme confocal (pinhole)

Ce diaphragme, situé devant le détecteur, permet de ne laisser passer que la lumière provenant du point focal de l'échantillon, bloquant ainsi la lumière hors foyer.

Détecteur

Un photomultiplicateur ou un autre détecteur sensible reçoit la lumière transmise à travers le diaphragme confocal et génère le signal électrique correspondant à l'intensité lumineuse.

Système de balayage

Le faisceau laser est balayé sur l'échantillon, point par point, pour obtenir une image complète. Ce balayage peut être effectué par des miroirs galvanométriques ou un système de miroirs.

Ordinateur

L'ordinateur contrôle le système de balayage, acquiert les données du détecteur et traite les images, permettant la reconstruction en trois dimensions de l'échantillon.

Logiciel

Le logiciel utilisé permet de contrôler les paramètres d'acquisition, de traiter les images (par exemple, la reconstruction 3D) et d'analyser les données.

II.7 La microscopie à fluorescence

II.7.1 Définition de la microscopie à fluorescence

Une microscopie en fluorescence (ou en *épi*fluorescence) est une technique utilisant un microscope optique en tirant profit du phénomène de fluorescence et de phosphorescence, au lieu de, ou en plus de l'observation classique par réflexion ou absorption de la lumière visible naturelle ou artificielle.

On peut ainsi observer divers objets, substances (organiques ou inorganiques) ou échantillons d'organismes morts ou vivants.

Elle fait désormais partie des méthodes de recherche classiques et de la biologie et continue à se développer avec l'imagerie moléculaire.

II.7.2 Principe de fonctionnement de la microscopie à fluorescence

La fluorescence est la propriété que possèdent certains corps d'émettre de la lumière après avoir absorbé des photons de plus haute énergie. La microscopie en fluorescence repose sur la formation d'une image par détection de cette lumière émise.

Le déplacement de Stokes décrit la différence entre la longueur d'onde absorbée par l'objet (émise par la source lumineuse du microscope) et émise par l'objet. Plus la différence entre les deux longueurs d'onde est grande plus il est facile d'observer la fluorescence.

II.7.3 Appareillage de microscopie à fluorescence

L'appareillage d'un microscope à fluorescence comprend plusieurs éléments clés : une source de lumière, des filtres, un miroir dichroïque, un objectif et une caméra.

Composants principaux d'un microscope à fluorescence:

Source de lumière

Une source lumineuse intense, souvent une lampe à mercure ou une LED, émet une lumière dans une gamme de longueurs d'onde spécifique.

Filtres d'excitation

Ces filtres sélectionnent la lumière d'excitation qui correspond aux longueurs d'onde absorbées par les fluorophores (molécules fluorescentes) utilisés dans l'échantillon.

Miroir dichroïque

Ce miroir semi-transparent réfléchit la lumière d'excitation vers l'échantillon tout en laissant passer la lumière fluorescente émise par l'échantillon vers le détecteur.

Objectif

L'objectif focalise la lumière d'excitation sur l'échantillon et collecte la lumière fluorescente émise.

Filtre d'émission

Ce filtre sélectionne la lumière fluorescente émise, bloquant la lumière d'excitation qui pourrait interférer avec l'image.

Détecteur (caméra)

Une caméra, souvent CCD ou CMOS, détecte la lumière fluorescente et crée une image de l'échantillon.

II.7.4 Limites de la microscopie en fluorescence

❖ Comme toute technique de microscopie optique classique, la microscopie en fluorescence est limitée par la diffraction de la lumière. Son *pouvoir de résolution* est donc de 200 nm environ.

Cette limite de résolution restreint l'utilisation de la microscopie en fluorescence pour l'étude des interactions protéines-protéines. En effet, les protéines ont une taille caractéristique de 0,1 à 1 nm, on ne peut donc pas montrer par cette technique qu'il y a contact entre deux protéines. C'est pourquoi, pour étudier l'interaction protéine-protéine, il faut s'en remettre à d'autres techniques exploitant le phénomène de la fluorescence (FRET) ou bioluminescence (BRET).

- ❖ Les colorants organiques visibles dans le proche infrarouge (les plus utiles pour observer à travers les tissus) sont peu nombreux et assez faiblement fluorescents.
- ❖ Les colorants organiques perdent leur fluorescence en vieillissant (phénomène dit de « photoblanchiment »).
- ❖ Les colorants sont observés avec des filtres et ont des propriétés spectrales telles qu'il est difficile d'observer simultanément plusieurs couleurs ; et leurs maxima d'émission sont spectralement proche de leurs maxima d'absorption.
- ❖ Les nanocristaux de semi-conducteurs sont très fluorescents, et feraient sans doute des sondes très performantes, mais ils sont probablement « nanotoxiques ».

II.8 Microscopie à force atomique

II.8.1 Définition de microscopie à force atomique

Le microscope à force atomique (AFM pour *atomic force microscope*) est un type de microscope à sonde locale permettant de visualiser la topographie de la surface d'un échantillon. Inventé en 1985, par Gerd Binnig, Calvin Quate et Christoph Gerber, ce type de microscopie repose essentiellement sur l'analyse d'un objet point par point au moyen d'un balayage via une sonde locale, assimilable à une pointe effilée.

Ce mode d'observation permet alors, de réaliser la cartographie locale des grandeurs physiques caractéristiques de l'objet sondé (force, capacité, intensité de rayonnement, courant...), mais également de travailler dans des environnements particuliers tels que les milieux sous vide, liquides ou ambiants.




II.8.2 Principe de fonctionnement

La technique AFM exploite l'interaction (attraction/répulsion) entre les atomes de l'apex nanométrique d'une pointe et les atomes surfaciques d'un échantillon. Elle permet d'analyser des zones allant de quelques nanomètres à quelques microns de côtés et de mesurer des forces de l'ordre du nanonewton.

Le microscope à force atomique permet donc de balayer la surface d'un échantillon grâce à une pointe très fine, positionnée à l'extrémité libre d'un micro-levier flexible, pouvant se déplacer dans toutes les directions de l'espace, grâce à un tube piézoélectrique.

L'analyse des flexions du micro-levier permet de déterminer le parcours exact de la pointe, ainsi que la mesure des forces d'interactions intervenant entre elle et l'échantillon. Capable de définir la topographie de surface, l'AFM est dans ce cas assimilable à un profilomètre.

La microscopie à force atomique se décline sous trois modes principaux qui sont :

-  Le mode contact ;
-  Le mode contact intermittent ou mode Tapping ;
-  Le mode non contact.

Les différents types de forces mesurées dépendent de la variation de la distance entre la pointe et la surface analysée. C'est la raison pour laquelle, en fonction de ces trois modes découlent différents types de mesures et ainsi différentes applications.

- Le mode contact consiste à utiliser les forces répulsives: la pointe appuie sur la surface, elle est donc repoussée du fait du principe de Pauli, et le levier est dévié. La rétroaction s'effectue sur la mesure de la direction de la déviation.
- Le mode Tapping, de loin le plus utilisé, consiste à faire vibrer le levier à sa fréquence propre de résonance (typiquement de l'ordre de la centaine de kHz), avec une certaine amplitude. Lorsque la pointe interagit avec la surface, l'amplitude décroît (parce que la fréquence de résonance change). La rétroaction se fait alors sur l'amplitude d'oscillation du levier.
- Le mode modulation de fréquence a été initialement utilisé avec en moyenne des forces attractives, avec des exemples de résolution atomique. Plus délicat à gérer, il permet contrairement au mode modulation d'amplitude de séparer directement l'effet des forces conservatives et dissipatives. Il est essentiellement utilisé sous vide. La rétroaction s'effectue soit sur la déviation soit sur la fréquence de résonance.

II.8.3 Appareillage de microscopie à force atomique

La microscopie à force atomique (AFM) est une technique d'imagerie qui permet d'obtenir des images de surfaces à l'échelle nanométrique, voire atomique, en détectant les forces entre une pointe très fine et la surface de l'échantillon. L'appareil d'AFM se compose de plusieurs éléments clés : une pointe, un levier, un système de détection de la déviation du levier, un système de balayage et un système d'affichage.

Voici les principaux composants d'un appareil AFM:

La pointe

Une pointe très fine, généralement en silicium ou en nitrure de silicium, montée sur un levier. La résolution de l'image dépend de la taille de l'apex de la pointe.

Le levier (cantilever)

Une petite poutre flexible sur laquelle est fixée la pointe.

Le système de détection de la déviation du levier

Un système laser et un photodétecteur qui mesurent la déviation du levier lorsqu'il interagit avec la surface.

Le système de balayage (piézoélectrique)

Des éléments piézoélectriques qui permettent de déplacer la pointe avec précision sur la surface de l'échantillon, créant ainsi une image point par point.

Le système d'affichage

Un système qui convertit les données de déviation du levier en une image topographique de la surface.

II.8.4 Capteur utilisée

En microscopie à force atomique (AFM), le capteur principal est la pointe (ou sonde) montée sur un levier flexible appelé cantilever. Ce cantilever, assimilé à un ressort, détecte les forces entre la pointe et la surface de l'échantillon, et sa déflexion (courbure) est mesurée pour obtenir des informations sur la topographie de la surface.

Voici plus de détails sur le capteur utilisé en AFM :

❖ **La pointe (ou sonde)**

La pointe est généralement très fine, avec un apex de l'ordre de quelques nanomètres. Elle est fixée à l'extrémité du cantilever.

❖ **Le cantilever**

C'est un levier flexible, souvent en silicium ou en nitrure de silicium, qui agit comme un ressort. Il est conçu pour se déformer en réponse aux forces exercées par la surface de l'échantillon sur la pointe.

❖ **Détection de la déflexion**

Un laser est généralement utilisé pour suivre la déflexion du cantilever. Le faisceau laser est réfléchi sur le dos du cantilever et dirigé vers un détecteur de position (par exemple, des photodiodes). Les variations de la position du faisceau réfléchi indiquent la déflexion du cantilever, qui est ensuite utilisée pour reconstruire la topographie de la surface.

II.9 Microscope électronique à balayage

II.9.1 Définition de Microscope électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour *Scanning Electron Microscopy* en anglais) est une technique de microscopie électronique capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon.

Le MEB est généralement utilisé pour étudier la morphologie en 3D d'une surface ou d'un objet et également la composition chimique (microanalyse X). Aujourd'hui, la microscopie électronique à balayage est utilisée dans des domaines allant de la biologie à la science des matériaux, et un grand nombre de constructeurs proposent des appareils de série équipés de détecteurs d'électrons secondaires et dont la résolution peut aller jusqu'à 1 nm.

II.9.2 Principe de fonctionnement

Un faisceau d'électrons balaye la surface de l'échantillon. Les interactions produisent des électrons secondaires ou rétrodiffusés formant une image.

II.9.3 Application du Microscope électronique à balayage

Il existe divers applications utilisé de Microscope électronique à balayage tel que :

- **Science des matériaux** : caractérisation microstructurale (morphologie, répartition des constituants dans des mélanges ou composites), information cristallographique, cartographie chimique, mesures dimensionnelles.
- **Microélectronique** : technologie des semiconducteurs et microfabrication.
- **Biologie** : observation des micro-organismes.

II.9.4 Appareillage de Microscope électronique à balayage

Un microscope électronique à balayage constitué de :

- Canon à électrons (tungstène, LaB6, émission de champ)
- Lentilles électromagnétiques
- Détecteurs (SE, BSE, EDS)
- Chambre sous vide

II.9.5 Capteurs utilisés

- Détecteurs d'électrons secondaires (SE)
- Détecteurs d'électrons rétrodiffusés (BSE)
- Spectromètre EDS (analyse chimique)

II.9.6 Modes d'utilisation et spécifications

✚ **Imagerie 3D** : elle permet une visualisation de la topographie de l'échantillon par la détection des électrons secondaires.

✚ **Imagerie en contraste de composition** : elle fournit des images dont le contraste est fonction du numéro atomique par la détection des électrons rétrodiffusés.

✚ **Microanalyse X** : elle permet l'analyse élémentaire (typiquement à partir du carbone) d'un point de l'échantillon par la détection des rayons X (RX) émis. Les RX sont issus d'un volume de l'ordre du μm^3 (fonction de la tension d'accélération et de la nature de

l'échantillon). Les éléments en quantité inférieure à environ 0.2 % en masse ne seront pas détectés.

✚ **Imagerie X** : elle permet d'imager la répartition d'un ou plusieurs éléments sur la surface. La résolution latérale de l'ordre d'1 micron.

II.10 Microscope électronique à transmission

II.10.1 Définition de Microscope électronique à transmission

Le microscope électronique en transmission (MET ou TEM en anglais) utilise un faisceau d'électron à haute tension, émis par un canon à électrons.

Des lentilles électromagnétiques sont utilisées pour focaliser le faisceau d'électrons sur l'échantillon. En traversant l'échantillon et les atomes qui le constituent, le faisceau d'électrons produit différentes sortes de rayonnements. Les électrons transmis sont alors analysés par le détecteur, qui traduit le signal en image contrastée.

Les échantillons doivent être préparés selon un protocole précis, qui doit à la fois conserver sa structure et être conducteur pour laisser passer le faisceau d'électrons. Des coupes très fines de l'échantillon sont réalisées.

II.10.2 Principe de fonctionnement

Un faisceau d'électrons très énergétiques traverse un échantillon ultrafin (<100 nm), fournissant des images de la structure interne jusqu'à l'échelle atomique.

II.10.3 Appareillage de microscope électronique à transmission

- Source d'électrons (émission de champ, haute tension jusqu'à 300 kV)
- Lentilles électromagnétiques
- Écrans fluorescents, caméras numériques
- Analyse spectroscopique (EDS, EELS)

II.10.4 Capteurs utilisés

- Caméra CCD/CMOS
- Écrans scintillants
- Détecteurs EELS, EDX pour la composition chimique

Chapitre III: Méthodes spectroscopiques

III.1 Introduction

Les méthodes spectroscopiques jouent un rôle fondamental dans l'analyse et l'identification des substances chimiques. Elles reposent sur l'interaction entre la matière et les différentes formes de rayonnement électromagnétique. En étudiant la manière dont une molécule absorbe, émet ou diffuse la lumière, il est possible d'obtenir des informations précieuses sur sa structure, sa composition, ou encore son environnement.

III.2 Analyse par ultra violet

Cette méthode est une technique de caractérisation optique. Elle nous fournit plusieurs paramètres importants des couches étudiées, aussi elle permet de mesurer l'épaisseur des couches minces qui ont une réflexion détectable. En effet, les couches ayant des surfaces très diffuses ne peuvent être caractérisées par cette méthode. L'un des avantages majeurs de cette technique est que la réflectométrie est une méthode non destructive et ne nécessite aucune préparation préalable des échantillons. Mais généralement dans le domaine de la spectroscopie il existe des intervalles de longueurs d'ondes dans lesquels les mesures sont effectuées; telles que: Ultraviolet, Infrarouge, Micro-onde.

III.2.1 Principe de fonctionnement d'un spectrophotomètre

La spectroscopie UV-Vis repose sur l'absorption de la lumière dans la région ultraviolette (200-400 nm) et visible (400-800 nm) du spectre électromagnétique.

Les molécules contenant des électrons π (π) ou non-liants (n) peuvent absorber cette énergie lumineuse et passer à un état électronique excité.

L'intensité de cette absorption est proportionnelle à la concentration de la substance selon la loi de Beer-Lambert :

$$A = \varepsilon \cdot l \cdot C$$

où :

- A : est l'absorbance,
- ε : est le coefficient d'absorption molaire,
- l : est la longueur de la cuve (en cm),
- C : est la concentration (mol/L).

Le principe de fonctionnement d'un spectrophotomètre est illustré par la figure suivante (figure. 3.1).

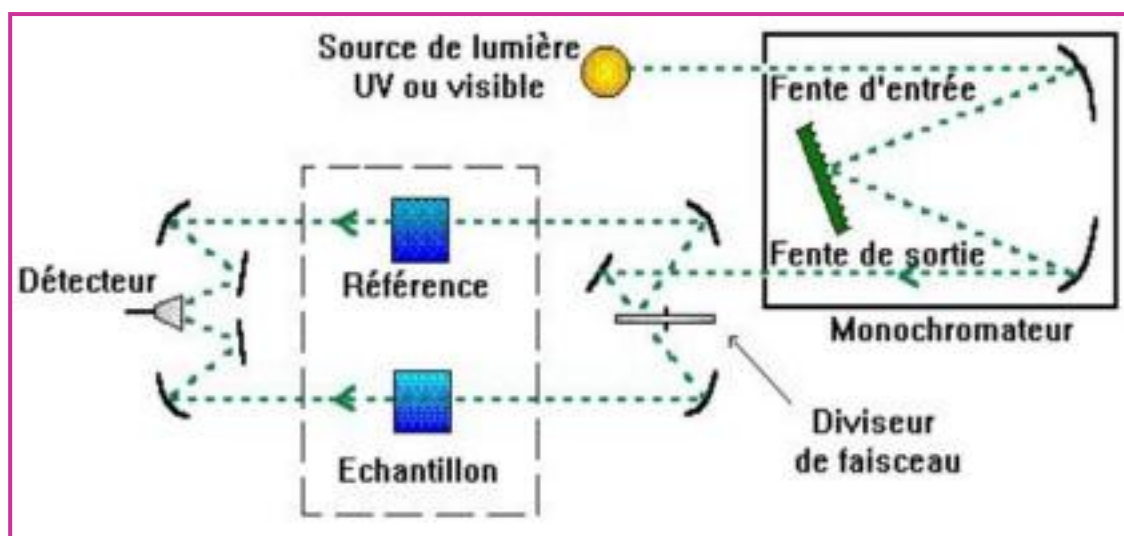
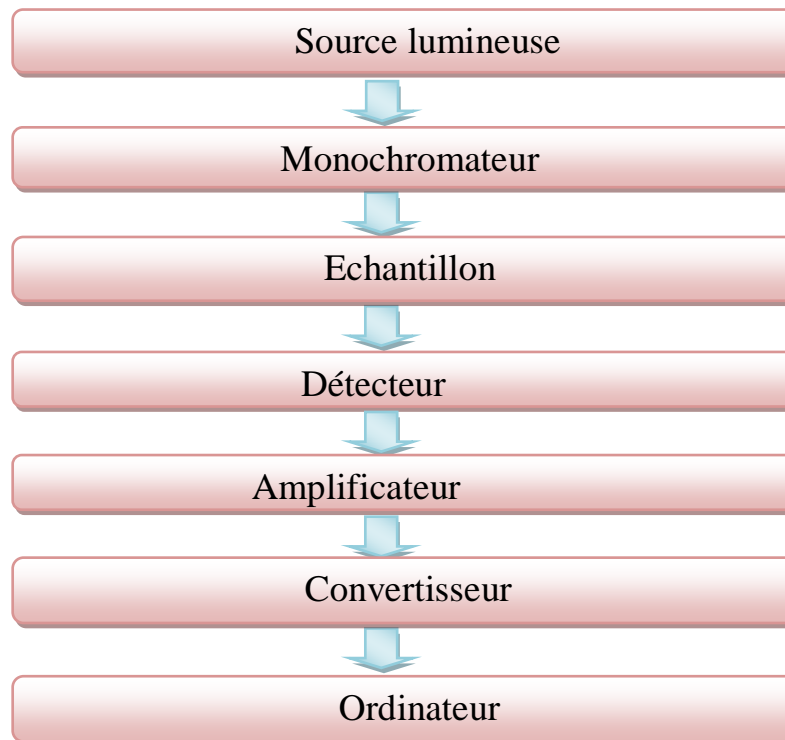


Figure III.1: Principe de fonctionnement d'un spectrophotomètre.

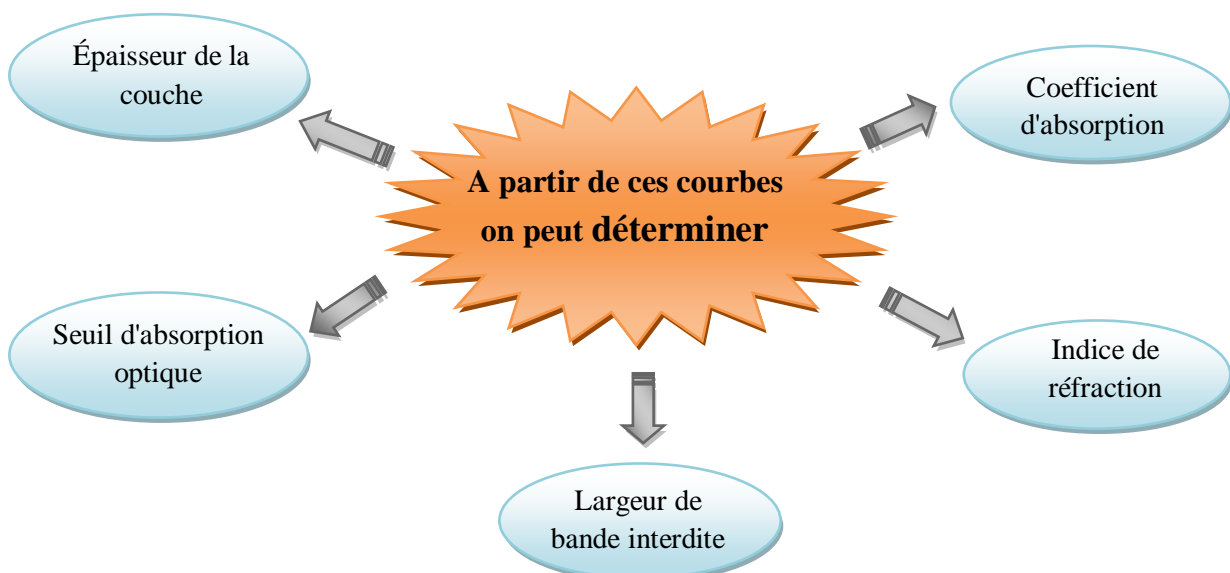
III.2.2 Appareillage utilisée

Cet appareil fonctionne selon le principe de doubles faisceaux. A la sortie du monochromateur, un diviseur de faisceau envoie le faisceau incident alternativement dans le compartiment de mesure où est placé l'échantillon et dans le compartiment de référence. Ces deux faisceaux sont reçus alternativement par le détecteur qui fait le rapport entre leurs intensités, ce qui permet de s'affranchir de tous les effets spécifiques à l'appareil (en particulier les fluctuations d'intensité des lampes). Le Spectrophotomètre est entièrement commandé par ordinateur, et permet de visualiser les spectres de transmission ou de réflexion pendant la mesure.

L'analyse spectrophotométrique est très intéressante car elle est non destructive vis-à-vis de l'échantillon, elle se base sur la démarche suivante:



Les spectres obtenus donnent la variation relative de la transmittance (%) en fonction de la longueur d'onde (nm).



III.2.3 Capteurs utilisés

Les principaux capteurs ou détecteurs d'un spectromètre ultra violet sont :

- ✚ **Photodiode** : détecteur simple et rapide, courant dans les spectrophotomètres de routine.
- ✚ **Photomultiplicateur** : très sensible, utilisé pour des mesures à faible concentration.
- ✚ **Array de photodiodes (Diode Array Detector - DAD)** : permet d'enregistrer **simultanément** l'absorption sur un **large spectre**.

III.2.4 Applications

- Dosage de composés organiques et inorganiques ;
- Suivi de réactions chimiques ;
- Contrôle de pureté ;
- Analyse pharmaceutique et biomédicale.

III.3 Interprétation des spectres infrarouge

III.3.1 Interaction rayonnement-matière

De nombreux points de cette partie théorique ne sont pas utiles pour pouvoir analyser un spectre infrarouge et peuvent être traités dans la partie « Energie, matière, rayonnement », transferts quantiques d'énergie et dualité onde-corpuscule.

III.3.2 Description de la lumière

- La lumière se comporte dans certains cas comme une onde électromagnétique ;
- La lumière est en général la superposition d'ondes électromagnétiques de différentes longueurs d'ondes ;
- Une lumière monochromatique est une onde sinusoïdale de fréquence bien déterminée.

Grandeurs caractéristiques d'une onde monochromatique dans le vide	
Période : T en s	Vitesse : c en $m \cdot s^{-1}$
Fréquence : $f = 1/T$ en s^{-1} (notée aussi ν)	Longueur d'onde : $\lambda = cT = c/\nu$ en m

Une autre grandeur leur sera utile: le nombre d'onde en cm^{-1}

$$\sigma = \frac{1}{\lambda} = \frac{\nu}{c}$$

La lumière se comporte dans certains cas comme si elle était composée de corpuscules : les photons

- Le photon est un corpuscule de masse nulle
- Le photon se déplace à la vitesse de la lumière
- Le photon transporte un quantum d'énergie : $E = h\nu$ avec h la constante de Planck ($h = 6,62 \cdot 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s}$)

On parle de dualité onde-corpuscule:

The diagram illustrates the wave-particle duality of light. A central box contains the equation $E = h\nu = \frac{hc}{\lambda}$. An arrow points from the text 'Quantum d'énergie (aspect corpusculaire)' on the left to the equation. Another arrow points from the text 'Longueur d'onde (aspect ondulatoire)' on the right to the equation.

$$E = h\nu = \frac{hc}{\lambda}$$

Quantum d'énergie
(aspect corpusculaire)

Longueur d'onde
(aspect ondulatoire)

III.3.3 Principe de la spectroscopie infrarouge

Comme chaque espèce chimique aura ses vibrations propres et à des fréquences différentes, le spectre résultant de chaque composé sera unique. Cela signifie que la spectroscopie IR crée une « empreinte chimique » qui peut être utilisée pour identifier et quantifier presque toutes les espèces chimiques.

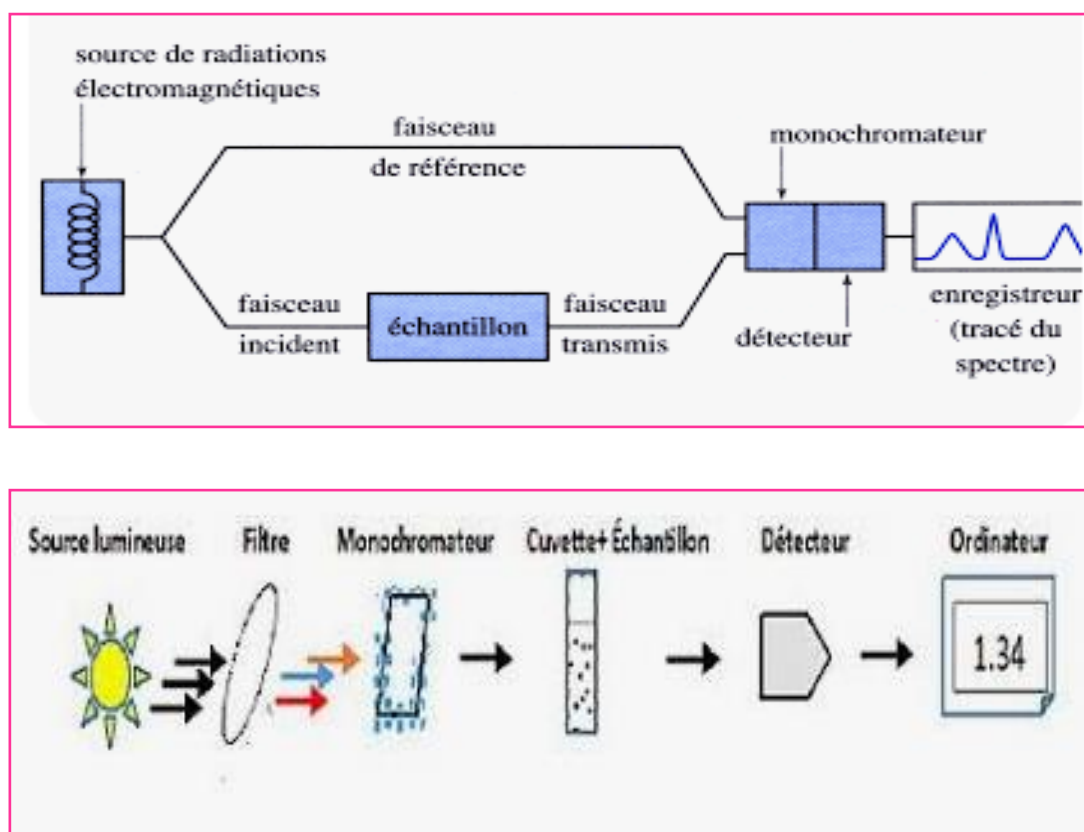


Figure III.2 : Principe de la spectroscopie infrarouge.

III.3.4 Appareillage utilisée

La spectroscopie infrarouge (parfois désignée comme spectroscopie IR) est une classe de spectroscopie qui traite de la région infrarouge du spectre électromagnétique. Elle recouvre une large gamme de techniques, la plus commune étant un type de spectroscopie d'absorption. Comme pour toutes les techniques de spectroscopie, elle peut être employée pour l'identification de composés ou pour déterminer la composition d'un échantillon. Les tables de corrélation de spectroscopie infrarouge sont largement présentes dans la littérature scientifique.

III.3.5 Capteurs utilisé

Les capteurs infrarouges (IR) sont des dispositifs qui détectent le rayonnement infrarouge émis par des objets. Ils sont largement utilisés dans des domaines comme la détection de mouvement, la vision nocturne, les systèmes de télémétrie, la thermographie, etc.

III.3.5.1 Types de Capteurs IR

Capteurs IR Actifs

- ❖ **Fonctionnement** : Ils émettent un rayon infrarouge et détectent la réflexion sur un objet.
- ❖ **Composants** :
 - **Émetteur IR** (LED IR)
 - **Récepteur IR** (photodiode ou phototransistor)
- ❖ **Utilisation** : Détection de proximité, télécommandes, barrières infrarouges.

Capteurs IR Passifs (PIR – Passive Infrared Sensor)

- ❖ **Fonctionnement** : Ils détectent le rayonnement IR naturellement émis par les corps chauds (humains, animaux...).
- ❖ **Composants** : Matériau sensible au rayonnement thermique (ex. : pyrosensor).
- ❖ **Utilisation** : Détecteurs de mouvement, alarmes, systèmes d'éclairage automatique.

III.3.5.2 Technologies de détection IR

- Thermopiles
- Bolomètres
- Photodiodes InGaAs (Indium Gallium Arsenide)
- Photoconducteurs HgCdTe (Mercure-Cadmium-Tellure)

III.4 Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X est la première caractérisation qui suit l'élaboration des échantillons. Cette technique expérimentale très importante qui a été pour longtemps l'outil essentiel aboutissant aux informations sur la structure cristalline des solides: l'identification des matériaux inconnus, les constantes et la géométrie de la maille, l'orientation des monocristaux, l'orientation préférentielle des poly-cristallins et les contraintes. La diffraction des rayons X a l'avantage d'être non destructive et n'exige pas une préparation spécifique de la couche à caractériser. Cette technique repose sur la loi de Bragg dont le principe est le suivant.

III.4.1 Principe de fonctionnement du diffractomètre

Un diffractomètre est composé:

- ✚ d'une source de rayon X;
- ✚ d'un monochromateur;
- ✚ d'une platine goniométrique assurant le déplacement angulaire de l'échantillon;
- ✚ et d'un détecteur associé à la chaîne de mesure (figure III.3).

Quand le faisceau de rayon X monochromatique est dirigé sur un matériau une partie de l'énergie est diffusée, c'est à dire qu'un rayonnement de même longueur d'onde que le rayonnement incident est émis dans des directions différentes de celles du faisceau primaire. Ces rayonnements émis sont la source des informations à récolter sur le matériau en question.

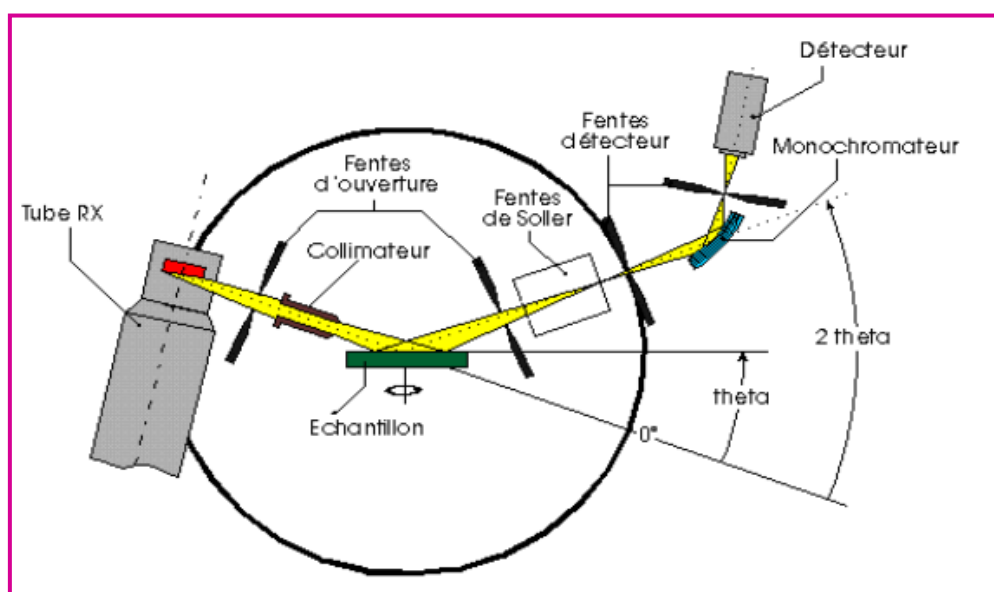


Figure III.3: Schéma d'un diffractomètre.

Chaque atome va alors être la source d'un rayonnement diffusé. Toutes les sources sont cohérentes, donc susceptibles d'interférer. Le signal obtenu suivant une direction donnée sera la résultante des ondes émises par chaque atome.

Si les atomes sont repartis irrégulièrement, comme dans le cas des couches amorphe, l'accord de phase entre les ondes diffusées ne peut être réalisé que partiellement. Au contraire, la régularité des dispositions des atomes dans les cristaux fait que cette condition d'accord peut être effective, d'où la possibilité d'obtenir des phénomènes de diffraction intenses avec les cristaux.

Les ondes diffractées en phase donnent des amplitudes constructives des ondes détectables par le détecteur de l'appareil. L'état cristallin est caractérisé par une distribution périodique des atomes que l'on peut grouper en famille de plans réticulaires comme le montre la figure III.4.

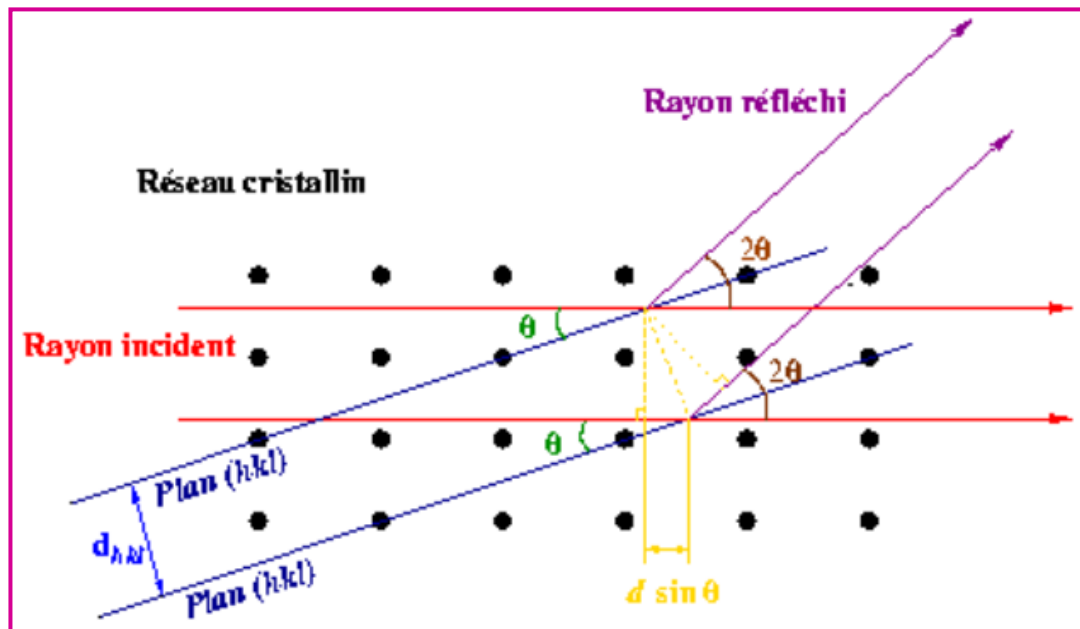


Figure III.4: Principe de diffraction de rayons X.

Comme les plans cristallographiques peuvent être repérés par les indices de Miller (hkl), on peut indexer les pics de diffraction selon ces indices. L'intérêt de cette méthode est qu'elle permet de distinguer les différentes formes de cristallisation d'un même composé. En effet, cette méthode permet l'identification des phases présentes dans la couche et leurs orientations éventuelles par comparaison des distances inter-réticulaires et des intensités relatives avec celles des fichiers de références établis par le Joint Committee for Powder Diffraction File (JCPDF). Cette technique permet de savoir l'état cristallin des couches

minces obtenues et de fournir de précieuses informations sur les différents composés et/ou phases présents.

La diffraction est obtenue si la condition de Bragg est vérifiée:

$$2. d \sin (\theta) = n \lambda$$

Où: d : la distance réticulaire séparant les plans définis par les indices de Miller (h, k, l),

θ : l'angle d'incidence des rayons X sur l'échantillon

λ : la longueur d'onde des photons X

n : est l'ordre de diffraction.

III.4.2 Détermination structurale par les méthodes de Patterson

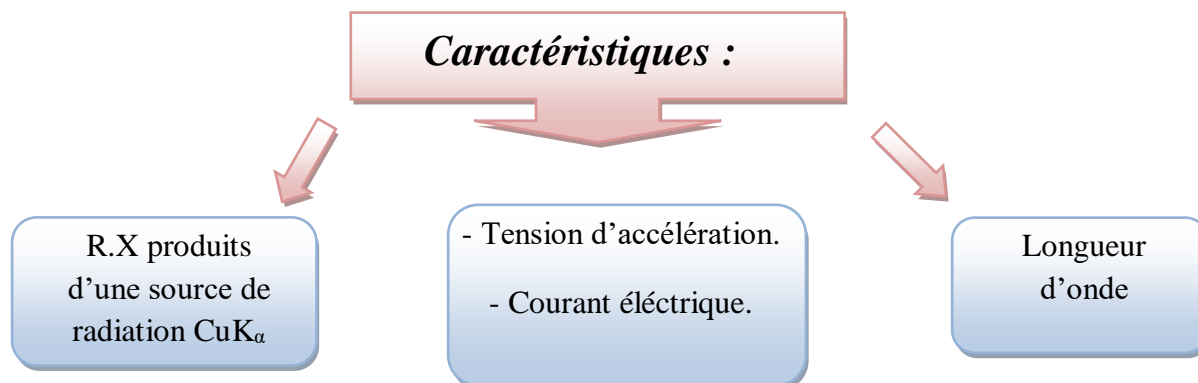
En cristallographie, la méthode de Patterson est une méthode de solution du problème de phase lors de la détermination d'une structure cristalline. Elle fut développée par Patterson en 1934 et est utilisée pour la diffraction des rayons X.

La méthode de Patterson utilise les propriétés des séries de Fourier dont les coefficients sont les produits des facteurs de structure avec leurs conjugués, afin de déterminer les vecteurs entre atomes dans un cristal. Elle n'utilise que les intensités mesurées et ne prend pas en compte les phases des facteurs de structure. Plus précisément, elle utilise le théorème de convolution: la transformée de Fourier inverse du produit des facteurs de structure avec leurs conjugués est égale à la fonction d'autocorrélation de la densité électronique, aussi appelée fonction de Patterson.

La fonction de Patterson, calculée dans l'espace direct, est constituée de maxima qui correspondent aux vecteurs entre atomes dans la structure, centrés à l'origine de la maille. Ces vecteurs sont pondérés: d'après l'expression de la fonction de Patterson, chaque maximum est obtenu par convolution des densités électroniques individuelles de deux atomes et sa valeur dépend du nombre d'électrons des atomes. Les contributions des atomes lourds (à grand numéro atomique relativement aux autres atomes du cristal) sont donc particulièrement visibles.

III.4.3 L'appareillage utilisé

Pour la caractérisation structurale on utilise le diffractomètre de RX qui est caractérisé par les paramètres suivants :



III.5 Analyse spectroscopique EDS

L'EDS est une technique analytique utilisée pour identifier et quantifier les éléments chimiques présents dans un échantillon en analysant les rayons X caractéristiques émis lorsque le matériau est bombardé par un faisceau d'électrons.

Elle est souvent couplée à un microscope électronique à balayage (MEB) ou une microsonde électronique.

III.5.1 Principe de fonctionnement

Lorsqu'un échantillon est frappé par un faisceau d'électrons, des électrons internes (couche K, L, M...) des atomes du matériau peuvent être expulsés. Pour combler cette vacance, un électron d'une couche supérieure descend, et la différence d'énergie est libérée sous forme de rayon X caractéristique.

Chaque élément a un spectre énergétique unique, ce qui permet de déterminer sa nature et sa concentration.

❖ Différence avec WDS

EDS mesure l'énergie des rayons X émis, tandis que WDS mesure leur longueur d'onde.

III.5.2 Appareillage EDS

+ Source d'électrons (intégrée au MEB ou microsonde)

- Génère le faisceau d'électrons qui excite l'échantillon.

+ Détecteur EDS

- Capte les rayons X émis et mesure leur énergie.
- Convertit les signaux en un **spectre énergie/intensité**.

+ Fenêtre mince (entrance window)

- Laisse passer les rayons X tout en protégeant le détecteur.
- Peut être en béryllium, polymère ultrafin (SiN) ou fenêtre sans fenêtre ("windowless") pour détecter les éléments légers.

+ Système de refroidissement

- Les anciens détecteurs utilisaient azote liquide, mais les nouveaux utilisent souvent des systèmes Peltier (refroidissement thermoélectrique).

+ Unité d'acquisition & logiciel d'analyse

- Analyse les pics du spectre et identifie les éléments présents.

III.5.3 Capteurs utilisés dans EDS

Le détecteur est un élément clé. Il est généralement constitué de matériaux semi-conducteurs sensibles aux rayons X :

Types de capteurs courants :

- **Si(Li)** (Silicium dopé au lithium)
 - Ancienne génération, nécessite refroidissement à l'azote liquide.
- **SDD (Silicon Drift Detector)**
 - Moderne, rapide, résolution élevée (~125 eV à Mn K α), refroidi par Peltier.
 - Meilleure sensibilité, particulièrement aux faibles concentrations.
- **CdTe / CdZnTe** (Cadmium Telluride / Cadmium Zinc Telluride)
 - Parfois utilisés pour des rayons X d'énergie plus élevée (moins courant en EDS classique).

III.5.4 Applications

Tableau III.1: Applications typiques d'EDS.

Domaine	Applications typiques
Science des matériaux	Analyse de phases, défauts, interfaces
Métallurgie	Étude des alliages, inclusions, corrosion
Géologie	Identification de minéraux, micro-structures
Électronique	Analyse des couches minces, dopages, pannes de composants
Biologie	Analyse d'échantillons biologiques métallisés ou encrés

III.5.5 Avantages et Limites d'EDS

Tableau III.2: Avantages et Limites d'EDS.

Avantages EDS	Limites EDS
Rapide et facile à utiliser	Moins bonne résolution spectrale que WDS
Compatible avec MEB et MET	Sensibilité limitée aux éléments légers ($Z < 5$)
Détection multi-éléments simultanée	Pics qui peuvent se chevaucher
Pas besoin de cristal analyseur	Résolution ≈ 125 eV (moins précise que WDS)

III.6 Analyse Spectroscopique WDS

La spectroscopie dispersive en longueur d'onde (WDS) (Wavelength Dispersive Spectroscopy) est une technique d'analyse chimique basée sur la mesure des rayons X caractéristiques émis par un échantillon lorsqu'il est bombardé par un faisceau d'électrons (souvent dans un microscope électronique à balayage - MEB ou microsonde électronique).

III.6.1 Principe de fonctionnement

Les longueurs d'onde des rayons X émis sont dispersées (séparées) à l'aide d'un cristal analyseur selon la loi de Bragg :

$$n \lambda = 2 d \sin \theta$$

avec :

- λ = longueur d'onde du rayon X
- d = espacement interréticulaire du cristal
- θ = angle de diffraction
- n = ordre de diffraction

Chaque élément chimique a une signature spectrale unique (longueur d'onde spécifique), ce qui permet son identification et sa quantification.

III.6.2 Appareillage

Un système WDS est généralement couplé à un MEB (microscope électronique à balayage) ou une microsonde électronique. Les principaux éléments sont :

Source d'électrons

Génère un faisceau qui excite l'échantillon.

Cristal analyseur

Sélectionne une longueur d'onde spécifique des rayons X par diffraction.

Goniomètre

Positionne précisément le cristal à l'angle θ selon la loi de Bragg.


Détecteur de rayons X

Mesure l'intensité des rayons X diffractés (souvent un compteur à scintillation).

Système de vide et électronique de traitement

III.6.3 Application

La WDS est utilisée pour des analyses qualitatives et quantitatives très précises. Elle est particulièrement efficace pour détecter des éléments à faible concentration ou proches en énergie.

 Les domaines d'application sont :

- **Géologie / Minéralogie** : identification de phases minérales
- **Métallurgie** : analyse d'alliages et de défauts
- **Science des matériaux** : cartographie chimique à haute résolution
- **Électronique** : analyse de couches minces et semi-conductrices
- **Environnement** : détection de traces de métaux lourds

III.6.4 Comparaison entre EDS et WDS

Tableau III.3: Comparaison entre EDS et WDS.

Caractéristique	WDS	EDS
Résolution spectrale	Très élevée (~5 eV)	Moyenne (~100–150 eV)
Sensibilité	Plus sensible, meilleure détection	Moins sensible
Temps d'analyse	Plus lent	Plus rapide
Coût	Plus coûteux	Moins cher

Chapitre IV: Méthodes d'essais et d'analyse mécaniques

IV.1 Introduction

La caractérisation mécanique des matériaux est une étape essentielle pour comprendre leur comportement en service et garantir leur performance dans diverses applications industrielles. Les matériaux utilisés dans la construction, le transport, l'aéronautique, le médical ou encore l'énergie doivent répondre à des exigences précises en termes de résistance, de déformation, de durabilité ou de tenue aux chocs.

IV.2 Les essais mécaniques conventionnels:

IV.2.1 Essais statiques

IV.2.1.1 Traction

IV.2.1.1.1 Principe

L'essai de traction consiste à appliquer une force croissante de traction (étirement) sur un matériau jusqu'à sa rupture, afin de déterminer ses propriétés mécaniques fondamentales. Il permet de tracer une courbe contrainte-déformation, à partir de laquelle on déduit plusieurs paramètres :

- Limite d'élasticité (R_e)
- Résistance maximale à la traction (R_m)
- Allongement à la rupture
- Module d'élasticité longitudinal (E ou Young)
- Ténacité (énergie absorbée)
- Striction (réduction de section en %)

IV.2.1.1.2 Appareillage

a) Machine de traction universelle (UTM – Universal Testing Machine)

Composée de :

- **Deux mâchoires ou "grips"** : pour maintenir fermement l'échantillon.
- **Une traverse mobile** : qui applique la charge.
- **Un vérin ou système de vis motorisé** : pour déplacer la traverse.
- **Un cadre rigide** : structure de la machine.
- **Un système de commande et d'acquisition** : pour piloter l'essai et enregistrer les données.

b) Échantillon

- Forme normalisée (selon norme ISO 6892 ou ASTM E8) :
 - Dogbone (forme en "os de chien") : zone centrale réduite pour concentrer la déformation.
 - Dimensions précises : longueur de jauge, diamètre ou largeur, épaisseur.

IV.2.1.1.3 Capteurs utilisés**❖ Capteur de force (ou cellule de charge)**

- Placé entre le vérin et le grip supérieur.
- Mesure l'effort axial (F) appliqué en temps réel.
- Très précis, souvent basé sur des jauges de déformation.
- Unités : N, kN.

❖ Extensomètre

- Sert à mesurer la déformation longitudinale (ΔL) de la zone utile.
- Deux types principaux :
 - **Extensomètre mécanique ou à couteaux** : contact direct avec l'éprouvette.
 - **Extensomètre optique (sans contact)** : par caméra, utilise des marques de référence (par exemple DIC – corrélation d'image numérique).
- Précision essentielle pour déterminer le module d'élasticité.

❖ Capteur de déplacement de la traverse

- Donne le déplacement total, moins précis pour les petites déformations (car inclut des jeux mécaniques).
- Utilisé lorsque l'extensomètre n'est pas installé.

❖ Capteur de température (si l'essai est réalisé à température contrôlée)

- Par thermocouple ou sonde PT100.
- Utilisé dans les essais à chaud.

IV.2.1.2 Compression

IV.2.1.2.1 Principe

L'essai de compression consiste à soumettre un échantillon à une force axiale de compression (écrasement), appliquée progressivement jusqu'à déformation permanente ou rupture.

Il permet de mesurer la résistance du matériau à la compression, mais aussi d'étudier son comportement mécanique sous charge.

IV.2.1.2.2 Objectifs principaux

- Déterminer la contrainte maximale supportée en compression (R_c)
- Mesurer la déformation longitudinale et transversale
- Calculer le module d'élasticité (E)
- Évaluer les phénomènes de fluage ou flambage (selon géométrie et matériau)

IV.2.1.2.3 Appareillage

a) Machine de compression universelle

- Très similaire à la machine de traction (UTM), mais adaptée à l'écrasement.
- Composants principaux :
 - Châssis rigide avec deux plateaux de compression (platines parallèles)
 - Traverse mobile inférieure ou supérieure (selon conception)
 - Système hydraulique ou électromécanique pour appliquer la charge
 - Dispositif de centrage de l'échantillon
 - Système d'acquisition de données

b) Échantillon

- Formes normalisées :
 - **Cylindre** (ex. : béton – norme ASTM C39, NF EN 12390-3)
 - **Cube** (ex. : matériaux de construction)
 - **Prisme** (polymères, bois...)
- L'échantillon doit avoir des **faces bien parallèles** pour une bonne répartition de la charge.

IV.2.1.2.4 Capteurs utilisés

❖ Capteur de force (cellule de charge)

- Intégré dans la machine.
- Mesure l'effort de compression (en N ou kN).
- Basé sur des jauges de déformation collées à un élément métallique.
- Résolution élevée (essentiel pour détecter l'apparition de microfissures).

❖ Capteur de déplacement / LVDT

- Mesure le déplacement axial de la platine ou de la traverse.
- Donne une indication globale de la déformation.
- Moins précis qu'un extensomètre pour les faibles déformations.

❖ Extensomètre axial (optionnel)

- Utilisé pour mesurer précisément la déformation longitudinale (ΔL).
- Se fixe directement sur l'échantillon.
- Peut être mécanique ou optique.

❖ Jauges de déformation (collées)

- Placées sur l'échantillon pour mesurer :
 - Déformation longitudinale (ϵ_z)
 - Déformation transversale (ϵ_x, ϵ_y) : utile pour calculer le coefficient de Poisson
- Très utilisées pour les matériaux à comportement non linéaire.

❖ Capteur de température (*si essai à chaud ou en environnement contrôlé*)

- Type : thermocouple ou PT100.
- Nécessaire pour les essais à haute température (béton, céramique, polymère thermoplastique).

IV.2.1.3 Flexion

IV.2.1.3.1 Principe de l'essai de flexion

L'essai de flexion consiste à soumettre une éprouvette à une charge perpendiculaire à son axe longitudinal, créant un moment fléchissant.

Ce test permet d'évaluer la résistance mécanique d'un matériau en flexion, ainsi que son module d'élasticité, sa ductilité, et sa capacité à absorber l'énergie avant rupture.

On distingue principalement :

- **Flexion 3 points** : charge appliquée au centre, deux appuis.
- **Flexion 4 points** : charge répartie sur deux points entre les appuis.

IV.2.1.3.2 Objectifs principaux

- Déterminer la résistance à la flexion (σ_f) ou module de rupture.
- Calculer le module d'élasticité en flexion (E_f).
- Observer le comportement ductile ou fragile du matériau.

IV.2.1.3.3 Appareillage utilisé

a) Machine d'essai de flexion

Généralement une machine universelle d'essai équipée d'un dispositif de flexion.

Elle se compose de :

- **Deux appuis fixes** : sur lesquels repose l'échantillon.
- **Un (ou deux) couteaux de chargement** : appliquent la charge verticale au centre (flexion 3 points) ou sur deux points (flexion 4 points).
- **Traverse mobile** : déplace le couteau de chargement avec une force contrôlée.
- **Système d'acquisition de données** : enregistre la force et le déplacement.

b) Échantillon normalisé

- **Forme** : barre rectangulaire ou cylindrique (prisme ou tige).
- **Dimensions selon normes** (ex. ISO 178, ASTM D790, NF EN ISO 14125).
- **Exemple pour flexion 3 points** :
 - Longueur : 80–160 mm
 - Section : 10×4 mm
 - Portée : 64 mm (exemple)

IV.2.1.3.4 Capteurs utilisés

- ❖ **Capteur de force (cellule de charge)**
 - Placé sur la traverse ou au niveau du dispositif de chargement.
 - Mesure la force appliquée (F) sur l'échantillon.
 - Précision nécessaire pour détecter la charge maximale avant rupture.

- ❖ **Capteur de déplacement (LVDT ou capteur linéaire)**
 - Mesure la flèche centrale (δ) : déplacement vertical du point de chargement.
 - Sert à tracer la courbe Force – Flèche (ou contrainte – déformation).
 - Installé directement au contact de la zone fléchie ou intégré à la machine.

- ❖ **Extensomètre (moins fréquent en flexion)**
 - Parfois utilisé pour mesurer les déformations locales sur la surface.
 - Surtout dans les tests de matériaux composites ou à comportement anisotrope.

- ❖ **Capteur de rupture (optionnel)**
 - Utilisé dans les essais où il faut détecter la fissuration (acoustique ou optique).
 - Par exemple : caméra à haute vitesse, ou capteur de vibration.

IV.2.1.3.5 Application

- **Polymères** : rigidité, ductilité.
- **Composites** : flexibilité et rupture en traction/compression.
- **Métaux** : détection de fissures ou ductilité.
- **Bois et matériaux de construction** : résistance à la flexion sous charge.

✚ Flexion 3 points vs 4 points

Tableau IV.1 Comparaison entre flexion 3 points et 4 points.

Type d'essai	Localisation de la contrainte maximale	Avantage
3 points	Sous le point de chargement	Simplicité, utilisé pour la plupart des matériaux
4 points	Zone constante entre les deux couteaux	Meilleure répartition, utile pour matériaux fragiles ou composites

IV.2.1.4 Pliage

IV.2.1.4.1 Principe de fonctionnement

Le pliage consiste à appliquer une force sur une pièce (généralement une tôle) pour la déformer plastiquement le long d'un axe afin de former un angle ou une courbure. Cela se fait sans enlever de matière.

Le pliage est souvent utilisé pour créer des boîtiers, des supports, des cadres, etc.

- **Déformation plastique** : Le métal est courbé au-delà de sa limite d'élasticité pour qu'il conserve la forme souhaitée.
- **Sens de pliage** : Pli vers le haut ou vers le bas selon la configuration de la machine.
- **Ressuage** : Le métal a tendance à revenir légèrement après la déformation (appelé "retour élastique"), ce qu'il faut compenser dans le calcul.

IV.2.1.4.2 Appareillage utilisé pour le pliage

a. Presse plieuse (ou plieuse hydraulique, mécanique ou électrique)

C'est la machine la plus utilisée. Elle applique une force importante via un poinçon qui presse la tôle contre une matrice.

- **Composants principaux** :
 - **Poinçon** : outil supérieur qui appuie sur la tôle.
 - **Matrice (ou V)** : outil inférieur en forme de "V" qui supporte la tôle.
 - **Table de pliage** : surface sur laquelle la tôle repose.
 - **Système de commande CNC** : contrôle précis des mouvements, de la force et de l'angle.
 - **Butées arrière (backgauges)** : permettent de positionner précisément la pièce.

b. Pliage par rouleaux (ou cintreuse)

Utilisé pour des courbures progressives (tubes, profils). Trois rouleaux ou plus déforment progressivement la tôle.

c. Pliage manuel ou à la presse manuelle

Utilisé pour des travaux simples ou en prototypage.

IV.2.1.4.3 Capteurs utilisés dans le pliage

Les capteurs assurent la précision, la sécurité et l'automatisation du procédé.

a. Capteurs de position (ou encodeurs linéaires/rotatifs)

- **Fonction** : Mesurent la position du poinçon et de la matrice.
- **Utilité** : Contrôle précis de la profondeur de pliage.

b. Capteurs de force

- **Fonction** : Mesurent la force appliquée pendant le pliage.
- **Utilité** : Assurent que la force est suffisante mais pas excessive.

c. Capteurs de proximité (inductifs, capacitifs, optiques)

- **Fonction** : Détectent la présence ou absence de la tôle.
- **Utilité** : Sécurité et détection de pièce mal positionnée.

d. Capteurs d'angle (inclinomètres ou gyroscopes)

- **Fonction** : Mesurent l'angle exact du pli en cours.
- **Utilité** : Correction en temps réel du retour élastique.

e. Capteurs de sécurité (barrières immatérielles, lasers)

- **Fonction** : Protègent l'opérateur.
- **Utilité** : Arrêt de la machine en cas de détection d'un objet (main, bras...) dans la zone de danger.

IV.2.1.5 Dureté

IV.2.1.5.1 Principe de fonctionnement de la mesure de dureté

La dureté est la résistance d'un matériau à la pénétration, à la rayure ou à la déformation. Le principe général repose sur l'application d'une force à l'aide d'un indenteur sur la surface du matériau, puis la mesure de l'empreinte laissée.

- **Trois grands types de tests de dureté illustrée dans le tableau suivant.**

Tableau IV.2: types de dureté et leur principe.

Type de dureté	Principe	Exemple
Dureté par pénétration	Un indenteur pénètre le matériau avec une force donnée	Brinell, Vickers, Rockwell
Dureté par rebond (ou dynamique)	Mesure du rebond d'un projectile	Leeb
Dureté par rayure	Résistance du matériau à être rayé	Échelle de Mohs

IV.2.1.5.2 Appareillage utilisé

A. Essai Brinell

- **Indenteur** : bille en acier trempé ou carbure (\varnothing 2,5, 5 ou 10 mm)
- **Charge** : de 500 N à 3000 N
- **Principe** : mesure du diamètre de l'empreinte laissée
- **Usage** : métaux tendres à mi-durs (alu, cuivre, aciers doux)

B. Essai Vickers

- **Indenteur** : pyramide à base carrée en diamant
- **Charge** : de 1 gf à 100 kgf
- **Principe** : mesure des diagonales de l'empreinte
- **Usage** : matériaux très fins, très durs, couches minces

C. Essai Rockwell

- **Indenteur** :
 - bille acier (échelle B)
 - cône diamant (échelle C)
- **Charge** : charge initiale (10 kgf) + charge principale (60, 100, 150 kgf)

- **Principe** : mesure de la profondeur de pénétration
- **Usage** : rapide, industriel, contrôle qualité

D. Essai Leeb (rebond)

- **Principe** : Un projectile est projeté contre la surface → le rebond est mesuré.
- **Usage** : essais portables, sur grandes pièces ou en production.

IV.2.1.5.3 Capteurs utilisés dans les essais de dureté

❖ Capteurs de force

- **Type** : jauges de contrainte, cellules de charge
- **Utilité** : garantir que la charge appliquée est correcte et stable
- **Emplacement** : dans le bras d'application de charge

❖ Capteurs de déplacement / position

- **Type** : LVDT (transducteur de déplacement linéaire), codeur optique
- **Utilité** : mesurer la profondeur de pénétration (Rockwell), ou déplacement de l'indenteur
- **Précision** : très fine (micron ou sub-micron)

❖ Capteurs optiques (microscopes / caméras numériques)

- **Utilité** : mesurer les dimensions de l'empreinte (Vickers, Brinell)
- **Zoom numérique** : permet une mesure automatique par traitement d'image
- **Systèmes automatiques** : intègrent IA ou reconnaissance de forme

❖ Capteurs de vitesse (essai Leeb)

- **Type** : capteur de vitesse magnétique ou optique
- **Utilité** : mesure la vitesse d'impact et de rebond du projectile

❖ Capteurs de température (moins courant)

- **Utilité** : pour corriger les effets thermiques, surtout en environnement industrie

IV.2.1.6 Torsion

IV.2.1.6.1 Principe de fonctionnement de l'essai de torsion

L'essai de torsion permet de déterminer le comportement d'un matériau ou d'une pièce soumise à une charge de torsion, c'est-à-dire une force qui cherche à faire tourner une section autour de son axe longitudinal.

IV.2.1.6.2 Objectif

- Étudier la résistance au cisaillement, la ductilité, la rigidité en torsion et la limite d'élasticité.
- Utilisé pour des matériaux et pièces qui travaillent en torsion : arbres, vis, ressorts, cardans, etc.

IV.2.1.6.3 Principe de fonctionnement

1. La pièce à tester est fixée aux deux extrémités.
2. Une extrémité est immobile, l'autre est soumise à une rotation contrôlée.
3. La torsion entraîne une déformation angulaire (appelée angle de torsion).
4. On mesure le moment de torsion (couple) appliqué en fonction de l'angle de rotation.
5. Le test peut être mené jusqu'à :
 - **Déformation élastique**
 - **Déformation plastique**
 - **Rupture**

IV.2.1.6.4 Appareillage utilisé pour l'essai de torsion

C'est l'équipement principal. Il existe en version manuelle, électromécanique ou hydraulique.

✚ Principaux composants

Tableau IV.3: principaux composants.

Élément	Fonction
Mandrins / mors	Maintiennent la pièce en place à ses extrémités
Moteur / vérin rotatif	Applique un mouvement de rotation (vitesse contrôlée)
Bras de levier / plateau tournant	Permet d'appliquer le couple
Structure rigide	Supporte les efforts sans se déformer
Système de commande (CNC ou logiciel)	Contrôle la vitesse, l'angle et enregistre les données

IV.2.1.6.5 Capteurs utilisés dans les essais de torsion

- ❖ **Capteur de couple (ou dynamomètre de torsion)**
 - **Mesure** : le moment de torsion appliqué à la pièce.
 - **Technologie** : jauges de contrainte montées sur un arbre.
 - **Plage de mesure** : varie selon le matériau et la taille de la pièce.
 - **Utilité** : données pour courbes "couple vs angle".
- ❖ **Capteur de déplacement angulaire / capteur de rotation**
 - **Mesure** : l'angle de rotation entre les deux extrémités.
 - **Type** : encodeur rotatif optique ou magnétique.
 - **Utilité** : connaître la déformation angulaire.
- ❖ **Capteur de position linéaire (optionnel)**
 - Si l'essai comprend une composante axiale, un capteur linéaire (LVDT) peut mesurer un déplacement axial.
- ❖ **Capteur de température (si essai à chaud)**
 - Thermocouples pour les essais thermomécaniques.
 - Utile pour analyser la torsion à haute température.
- ❖ **Extensomètre (angulaire ou par imagerie)**
 - Utilisé pour mesurer très précisément la **déformation angulaire** ou locale.

IV.2.2 Essais dynamiques

IV.2.2.1 Fatigue

IV.2.2.1.1 Principe de fonctionnement de l'essai de fatigue

L'essai de fatigue permet d'évaluer la résistance d'un matériau ou d'une pièce à des sollicitations répétées ou cycliques, généralement en traction, compression, flexion ou torsion.

IV.2.2.1.2 Objectif

- Déterminer le nombre de cycles qu'un matériau peut supporter avant la rupture.
- Trouver la limite de fatigue : contrainte maximale qu'un matériau peut supporter indéfiniment sans se rompre.

IV.2.2.1.3 Principe

1. Une **charge cyclique** (sinusoïdale, triangulaire, etc.) est appliquée à une éprouvette.
2. Le **type de sollicitation** peut être : traction-compression, flexion, torsion.
3. La pièce est soumise à **un nombre élevé de cycles** (de 10^3 à 10^9 cycles).
4. On enregistre le **nombre de cycles jusqu'à la fissuration ou la rupture**.

IV.2.2.1.4 Appareillage utilisé pour l'essai de fatigue

A. Machine d'essai de fatigue (fatigue testing machine)

Il existe plusieurs types de machines selon la sollicitation (axiale, rotative, de flexion, etc.).

Composants principaux :

Tableau IV.4 : Composants principaux et leur fonction.

Élément	Fonction
Système d'entraînement	Applique la charge cyclique (servo-hydraulique, moteur électromagnétique, vibreur)
Système de fixation	Maintient l'éprouvette en place (mors, brides, axes)
Contrôleur	Pilote la fréquence, la forme d'onde et l'amplitude
Banc rigide	Résiste aux contraintes mécaniques
Système d'arrêt automatique	Déclenche en cas de rupture ou de dépassement

B. Types de tests de fatigue

Tableau IV.5 : Types de tests de fatigue.

Type	Description
Essai rotatif	L'éprouvette tourne à haute vitesse, une force de flexion est appliquée
Essai axial	Charge alternée en traction/compression
Essai de flexion 4 points	Force cyclique appliquée sur deux points centraux
Essai de fatigue par vibration	Utilisé pour les pièces aéronautiques ou mécaniques (soudures, assemblages, composites...)

IV.2.2.1.5 Capteurs utilisés dans les essais de fatigue

❖ Capteur de force (cellule de charge)

- **Utilité** : mesure la charge appliquée en temps réel
- **Type** : jauges de contrainte, cellule piézoélectrique
- **Précision** : nécessaire pour cycles très rapides

❖ Capteur de déplacement / position

- **Utilité** : mesure l'amplitude du mouvement (allongement, compression, flèche)
- **Type** : LVDT, capteur optique

❖ Compteur de cycles / tachymètre

- **Utilité** : enregistre le nombre exact de cycles jusqu'à la rupture
- **Type** : encodeur rotatif, électronique numérique

❖ Extensomètre / jauges de déformation

- **Utilité** : mesure la déformation locale de l'éprouvette
- **Fixation** : souvent collé à la surface ou tenu par ressorts

❖ Capteurs de température (thermocouple, IR)

- **Utilité** : surveillent l'échauffement de la pièce due à la dissipation d'énergie
- **Important** : en fatigue à haute fréquence

❖ Capteurs d'accélération (en vibration)

- **Utilité** : dans les tests dynamiques (turbines, moteurs), pour mesurer la réponse vibratoire

❖ Capteurs acoustiques (AE – Acoustic Emission)

- **Utilité** : détectent les micro-fissures ou débuts de rupture en écoutant les "cliquetis" internes du matériau

❖ Caméras thermiques ou de suivi de fissure (en R&D)

- Pour le suivi de fissuration en temps réel, surtout sur matériaux composites

IV.2.2.2 DMA (Analyse Dynamique Mécanique)**4.2.2.2.1 Principe de fonctionnement de la DMA**

La DMA est une technique qui permet de mesurer les propriétés mécaniques viscoélastiques d'un matériau en fonction de la température, du temps, de la fréquence et/ou de l'amplitude.

IV.2.2.2.2 Objectif

- Étudier la rigidité et l'amortissement d'un matériau.
- Identifier les transitions thermiques (comme la température de transition vitreuse T_g).
- Évaluer les modifications du comportement mécanique sous sollicitations dynamiques.

IV.2.2.2.3 Principe général

1. Un échantillon est soumis à une sollicitation mécanique oscillante (sinusoïdale).
2. Cette contrainte dynamique est appliquée à différentes températures ou fréquences.
3. On mesure la réponse du matériau (déformation) pour en extraire :
 - **Module de stockage (E')** : élasticité
 - **Module de perte (E'')** : amortissement, pertes d'énergie
 - **Facteur de perte ($\tan \delta = E''/E'$)** : caractère viscoélastique
4. Le tout est analysé en fonction de la température ou fréquence.

IV.2.2.2.4 Appareillage utilisé en DMA

Une machine DMA se compose de plusieurs éléments conçus pour appliquer un effort contrôlé et enregistrer la réponse du matériau avec haute précision.

✚ Composants principaux

Tableau IV.6: Composants principaux de DMA.

Élément	Fonction
Système d'entraînement	Applique la force oscillante (électromagnétique ou moteur linéaire)
Fixation de l'échantillon	Configuration selon le mode de sollicitation (flexion, traction, cisaillement, etc.)
Four / chambre thermique	Contrôle la température de l'essai (de -150 °C à +600 °C typiquement)
Système de mesure de déformation	Enregistre la réponse mécanique
Unité de contrôle et d'analyse	Logiciel d'acquisition et traitement de données

✚ Types de modes de sollicitation

- Flexion 3 points
- Flexion simple (cantilever)
- Traction
- Cisaillement
- Compression
- Torsion (plus rare)

IV.2.2.2.5 Capteurs utilisés dans la DMA

❖ Capteur de force

- **Type** : Jauge de contrainte, capteur piézoélectrique
- **Rôle** : Mesure la force dynamique appliquée à l'échantillon
- **Précision** : Haute résolution pour faibles amplitudes (micro-Newton à Newton)

❖ Capteur de déplacement / déformation

- **Type** : LVDT, capteur optique, inductif ou capacitif

- **Rôle** : Mesure la déformation ou le déplacement imposé/répondu
- ❖ **Capteur de phase (temps/déphasage)**
 - **Utilité** : Mesure le décalage de phase entre la force appliquée et la réponse du matériau (nécessaire pour calculer $\tan \delta$)
- ❖ **Capteur de température**
 - **Type** : Thermocouple, platine (Pt100), IR
 - **Rôle** : Mesure la température exacte de l'échantillon pendant le test
 - **Critique** : Pour analyser les transitions thermiques (T_g , fusion, etc.)
- ❖ **Capteur d'environnement (optionnel)**
 - Pour DMA sous gaz inerte (azote, argon), humidité contrôlée, pression...

IV.2.2.2.6 Données mesurées

Tableau IV.7: Propriétés des données mesurées.

Propriété	Signification
E' (module de stockage)	Comportement élastique, rigidité
E'' (module de perte)	Dissipation d'énergie, amortissement
$\tan \delta = E''/E'$	Rapport amortissement/élasticité
Tg (transition vitreuse)	Pic de $\tan \delta$, changement de phase amorphe
Courbes	E', E'' et $\tan \delta$ vs température ou fréquence

IV.2.3 Essais d'énergie

IV.2.3.1 Résilience

IV.2.3.1.1 Définition de l'essai de résilience

La résilience est la capacité d'un matériau à absorber de l'énergie lors d'un choc (déformation rapide), avant de rompre.

- C'est une mesure de la tenacité à la rupture en dynamique.
- Exprimée en joules (J), elle correspond à l'énergie absorbée par le matériau avant fracture.

IV.2.3.1.2 Principe général de l'essai

1. Un marteau pendule (ou masselotte) est lâché depuis une hauteur déterminée.
2. Il frappe une éprouvette entaillée placée à la base.
3. Une partie de l'énergie cinétique du pendule est absorbée par la pièce → elle se casse.
4. Le pendule monte de l'autre côté avec une hauteur réduite.
5. La différence d'énergie (entre avant et après l'impact) est l'énergie absorbée → résilience.

IV.2.3.1.3 Appareillage utilisé pour l'essai de résilience

✚ Machine de résilience (ou pendule de Charpy/Izod)

Deux normes courantes :

- **Essai Charpy** (éprouvette posée horizontalement, appui sur deux points)
- **Essai Izod** (éprouvette tenue verticalement, encastrée à une extrémité)

✚ Composants principaux

Tableau IV.8: Eléments principaux des composants et leurs fonction.

Élément	Fonction
Pendule	Masse suspendue en rotation (produit l'impact)
Éprouvette	Pièce standardisée (souvent entaillée en V ou U)
Support	Maintient l'éprouvette en place
Butées / enclume	Points d'appui pour la transmission du choc
Graduation circulaire	Indique l'énergie résiduelle après fracture
Système de verrouillage / déclenchement	Libère le pendule depuis une hauteur prédéfinie

IV.2.3.1.4 Spécifications des éprouvettes (selon norme ISO ou ASTM)

- **Dimensions standards** : 55 mm × 10 mm × 10 mm (Charpy ISO)
- **Entaille** : en V (2 mm de profondeur, 45°) ou en U
- **Matériaux testés** : métaux, composites, plastiques, etc.

IV.2.3.1.5 Capteurs utilisés dans les essais de résilience modernes

Les machines modernes de résilience peuvent intégrer des capteurs numériques pour une mesure plus précise et un suivi automatique.

❖ Capteur angulaire / encodeur rotatif

- **Utilité** : mesure l'angle de montée du pendule après l'impact
- **But** : calculer l'énergie restante → énergie absorbée = énergie initiale – énergie restante

❖ Capteur de force (optionnel, sur certains modèles)

- **Utilité** : mesure le pic de force d'impact au moment du contact
- **Type** : jauges de contrainte, capteur piézoélectrique

❖ Capteur de vitesse

- **Utilité** : mesure la vitesse d'impact au moment du choc
- **Technique** : capteur optique (barrière infrarouge), capteur laser ou magnétique

❖ Capteur de température ambiante (ou de l'échantillon)

- **Utilité** : certains matériaux (polymères, métaux ductiles) ont un comportement très dépendant de la température

❖ Système d'acquisition de données (DAQ)

- Connecté au PC ou intégré à la machine → enregistre les mesures, trace des courbes.

IV.2.3.2 Ténacité**IV.2.3.2.1 Définition de la ténacité**

La ténacité est la capacité d'un matériau à résister à la propagation d'une fissure. Elle combine résistance et ductilité, et s'exprime comme l'énergie nécessaire pour rompre un matériau fissuré.

Elle se mesure souvent via des essais de mécanique de la rupture (fracture mechanics).

IV.2.3.2.2 Principe général

1. On utilise une éprouvette pré-fissurée.
2. Une charge mécanique croissante est appliquée jusqu'à propagation de la fissure.
3. On mesure la charge critique au moment de l'initiation de la fissure.
4. Le calcul donne la ténacité à la rupture $KICK_{IC}$ KIC, exprimée en $MPa \cdot \sqrt{m}$.

IV.2.3.2.3 Appareillage utilisé pour mesurer la ténacité

L'essai de ténacité se réalise sur une machine de traction, équipée pour appliquer une charge lente et contrôlée à une éprouvette fissurée.

Tableau IV.9 : Composants principaux.

Élément	Fonction
Machine de traction	Applique la charge (hydraulique ou électromécanique)
Éprouvette entaillée	Pré-fissurée selon normes ASTM E399 ou ISO 12135
Mors / fixation	Maintiennent fermement l'éprouvette
Extensomètre / jauge de déplacement	Mesure la déformation au niveau de la fissure
Logiciel d'acquisition	Enregistre la force, déplacement, calcule $KICK_{\{IC\}}KIC$

✚ Types d'éprouvettes utilisées

- CT (Compact Tension)
- SENB (Single Edge Notched Beam)
- DCB (Double Cantilever Beam) – surtout pour matériaux composites

IV.2.3.2.4 Capteurs utilisés dans l'essai de ténacité

❖ Capteur de force (cellule de charge)

- **Mesure** : la force appliquée à l'éprouvette
- **Précision** : très élevée, car la propagation de fissure peut dépendre d'une variation faible de charge

❖ Extensomètre / Capteur de déplacement

- **Type** : LVDT, jauges de contrainte, capteur optique
- **Mesure** : l'ouverture de la fissure (COD – Crack Opening Displacement)
- Permet d'identifier précisément le moment de propagation

❖ Capteur de déformation (jauge de contrainte)

- Utilisé sur ou près de la fissure pour mesurer la déformation locale
- Permet d'analyser la zone plastique autour de la fissure

❖ Caméra haute résolution (optionnelle)

- Pour suivre la propagation de la fissure en temps réel, utile dans les matériaux composites ou recherches avancées

❖ Capteur de température (si essai à température contrôlée)

- Contrôle les effets de la température sur la ténacité (surtout dans les polymères ou alliages sensibles)

IV.2.4 Essais de chocs**IV.2.4.1 Définition des essais de choc**

Un essai de choc consiste à appliquer une charge très rapide (soudaine) à un matériau ou une structure pour observer sa réaction dynamique, sa rupture, ou sa capacité à absorber de l'énergie.

C'est un test important pour évaluer :

- La résistance aux impacts
- La résilience
- La rupture fragile
- La sécurité des matériaux dans des environnements réels (ex. : crash, chute, explosion)

IV.2.4.2 Principe général

1. Le matériau est soumis à un impact soudain, généré par :
 - Un marteau pendulaire
 - Un projectile balistique
 - Une masse tombante
2. On mesure :
 - L'énergie absorbée
 - La déformation
 - Le mode de rupture
3. Le test peut être :
 - Destructif (fracture, fissure)
 - Non destructif (seuil de déformation)

IV.2.4.3 Appareillage utilisé dans les essais de choc

Le choix de l'appareillage dépend du type d'essai de choc :

A. Machines classiques :

a) Pendule de Charpy / Izod

→ Pour les essais de résilience sur métaux ou plastiques.

- Pendule frappe une éprouvette entaillée.
- L'énergie absorbée à la rupture est mesurée.

b) Machine à chute de masse (Drop Weight Tester)

→ Pour les composites, plastiques, emballages, pare-chocs, etc.

- Une masse est lâchée d'une hauteur donnée sur l'échantillon.
- Permet de tester la capacité à résister à un choc localisé.

c) Essais balistiques (Haute vitesse)

→ Pour verres, blindages, casques, composites militaires.

- Un projectile est lancé à haute vitesse sur la cible.
- Analyse de la perforation, du traumatisme résiduel, ou de la vitesse limite.

d) Presse instrumentée pour essai dynamique (Split Hopkinson Bar, SHPB)

→ Pour les matériaux soumis à des vitesses de déformation extrêmes (métaux, céramiques, composites).

Composants communs à tous les appareils

Tableau IV.10: Composants communs et leurs fonctions.

Élément	Fonction
Système d'impact	Masse, pendule, projectile
Support de l'échantillon	Maintient fermement la pièce testée
Système de mesure d'énergie ou force	Enregistre l'effet du choc
Système de déclenchement / commande	Libère le projectile ou le pendule
Chambre de contrôle thermique (optionnel)	Contrôle de la température du test
Système d'acquisition	Enregistre les signaux et génère des courbes

IV.2.4.4 Capteurs utilisés dans les essais de choc

Les capteurs varient selon le niveau de précision souhaité et la technologie utilisée :

❖ **Capteur de force (cellule de charge)**

- **Mesure** : la force exercée lors de l'impact
- **Type** : piézoélectrique ou à jauge de contrainte
- Utilisé dans les machines **instrumentées** (drop test ou SHPB)

❖ **Capteur de déplacement / vitesse**

- **Type** : laser, LVDT, capteur optique
- **Mesure** :
 - Vitesse initiale du projectile
 - Déplacement/déformation de la pièce
- Très utile pour déterminer l'énergie absorbée (par $E = 1/2mv^2$)

❖ **Capteur d'accélération**

- **Type** : accéléromètre MEMS ou piézoélectrique
- Mesure l'accélération de la masse ou de la pièce
- Utilisé pour comprendre la réponse dynamique du matériau

❖ **Capteur de rupture (détecteur de fissure)**

- **Type** : jauge de contrainte, acoustique (AE), capteur optique
- Permet de détecter l'initiation ou propagation d'une fissure

❖ **Caméras à haute vitesse (optionnelle)**

- Pour filmer l'impact à des milliers d'images/seconde.
- Permet l'analyse visuelle du mode de rupture (fragile, ductile, délaminage, etc.)

❖ **Capteurs de température (si choc à chaud/froid)**

- Thermocouple ou infrarouge pour mesurer l'effet de la température sur le comportement au choc.

IV.2.5 Essais rhéologiques

IV.2.5.1 Rhéomètres

IV.2.5.1.1 Définition des essais rhéologiques

La rhéologie est l'étude du comportement d'écoulement et de déformation des matériaux sous l'effet de contraintes mécaniques (cisaillement, compression, traction).

Elle permet de mesurer comment un matériau fluide ou semi-solide réagit à des sollicitations mécaniques dans le temps.

IV.2.5.1.2 Principe général

1. On applique à un échantillon une contrainte mécanique contrôlée (tension, vitesse de cisaillement, fréquence).
2. On mesure sa réponse en déformation, ou inversement.
3. Cela permet de déterminer :
 - **Viscosité** (résistance à l'écoulement)
 - **Modules viscoélastiques** (élasticité + amortissement)
 - **Comportement thixotrope, plastique, pseudoplastique**, etc.

Types d'essais rhéologiques

Tableau IV.11: Types d'essais rhéologiques.

Type d'essai	Objectif
Rhéométrie rotative	Mesure de la viscosité en fonction de la vitesse ou du taux de cisaillement
Oscillation (DMA)	Mesure des propriétés viscoélastiques (G' , G'' , $\tan \delta$)
Temps de relaxation / fluage	Mesure du comportement dans le temps
Température contrôlée	Analyse des transitions thermiques (gel, fusion, durcissement)
Tension-compression	Pour gels, pâtes, mousses

IV.2.5.1.3 Appareillage utilisé en rhéologie

Il en existe plusieurs types selon le matériau :

A. Rhéomètre à contrainte ou à taux de cisaillement imposé

- Applique un effort ou une vitesse de déformation et mesure la réponse.
- Permet de tracer les courbes viscosités vs taux de cisaillement.

B. Rhéomètre en oscillation

- Applique une déformation sinusoïdale → mesure la réponse en phase et hors phase.
- Permet de déterminer les modules viscoélastiques G' (stockage) et G'' (perte).

C. Configurations mécaniques de l'échantillon :

Tableau IV.12 : Configurations mécaniques de l'échantillon.

Géométrie	Utilisation
Plaques parallèles	Pâtes, gels, polymères
Cône-plan	Fluides homogènes
Cylindres coaxiaux (Couette)	Liquides très fluides ou thixotropes
Piston / capillaire	Mélanges fondus, polymères

IV.2.5.1.4 Capteurs utilisés dans un rhéomètre

❖ Capteur de couple (Torque sensor)

- **Mesure** : le couple nécessaire pour faire tourner l'outil → déduit la contrainte de cisaillement
- Très haute précision, souvent $< 1 \mu\text{Nm}$

❖ Capteur de déplacement angulaire / vitesse

- **Mesure** : la déformation ou la vitesse de rotation (déformation imposée ou résultante)

❖ Capteur de force normale

- **Mesure** : les efforts axiaux (ex. : pour étudier les effets d'expansion, de tassement ou de décollement)

❖ **Capteur de température (thermorégulation)**

- Type : PT100, thermocouple, ou capteur infrarouge
- Permet de tester les matériaux à chaud ou froid (de -150 °C à +600 °C)

❖ **Capteurs d'environnement (optionnels)**

- Pour contrôler l'humidité, l'atmosphère (argon, azote) ou appliquer une pression (essais sous pression)

✚ **Grandeurs mesurées***Tableau IV.13: Grandeurs mesurées et leurs unités et signification.*

Propriété	Symbole	Unité	Signification
Viscosité dynamique	η	Pa·s	Résistance à l'écoulement
Module de stockage	G'	Pa	Élasticité (énergie stockée)
Module de perte	G''	Pa	Amortissement (énergie dissipée)
Facteur de perte	$\tan \delta = G''/G'$	-	Ratio amortissement/élasticité
Contraintes / déformation	τ / γ	Pa / -	Relation entre l'effort appliqué et la réponse
Temps de relaxation / fluage	-	s	Comportement à long terme

IV.2.5.2 Fluage

Le fluage est un phénomène de déformation lente et irréversible d'un matériau soumis à une contrainte constante, généralement à température élevée (souvent $> 0,4 \times$ température de fusion en Kelvin). C'est un aspect critique dans la conception de pièces soumises à des sollicitations prolongées, comme les turbines, les chaudières ou les structures aéronautiques.

IV.2.5.2.1 Principe du fluage

L'essai de fluage permet de mesurer la déformation d'un matériau en fonction du temps, sous une contrainte constante et à température constante. Il met en évidence trois phases :

1. **Fluage primaire** : la vitesse de déformation diminue avec le temps (écrouissage).
2. **Fluage secondaire** : vitesse constante — c'est cette phase qui permet de caractériser le matériau.

3. **Fluage tertiaire** : la vitesse augmente jusqu'à la rupture du matériau (endommagement).

IV.2.5.2.2 Appareillage utilisé

Un appareil d'essai de fluage se compose typiquement des éléments suivants, voir tableau ci-dessous.

Tableau IV.14 : Description des éléments de fluage.

Élément	Description
Four	Maintient la température constante autour de l'éprouvette (typiquement entre 300°C et 1200°C selon le matériau).
Système de charge	Applique une contrainte constante. Il peut être à contrepoids, à levier, ou hydraulique (servo-commandé).
Eprouvette	Souvent cylindrique (ex: 10 mm de diamètre, 50 mm de long), en matériau à tester.
Chambre de mesure	Assure la stabilité thermique et l'isolation.

IV.2.5.2.3 Capteurs utilisés

Pour mesurer précisément la déformation au cours du temps, on utilise :

a) Capteurs de déplacement (extensomètres haute température)

- Mesurent l'allongement de l'éprouvette avec grande précision.
- Deux types :
 - **Extensomètre mécanique** avec tiges céramiques (résistantes à la chaleur).
 - **Extensomètre optique ou laser** (sans contact, utilisé à très haute température).

b) Thermocouples

- Placés au contact de l'éprouvette ou à proximité pour assurer que la température reste constante.
- Types courants : K, N, R ou S selon la gamme de température.

c) Cellule de charge (si la charge n'est pas purement gravitaire)

- Mesure la force réelle appliquée sur l'éprouvette.
- Utile dans les machines servo-hydrauliques ou électromécaniques.

d) Capteurs de temps et système d'acquisition

- Enregistrement automatique des données : temps, allongement, température.
- Logiciel de traitement pour tracer les courbes de fluage (déformation vs temps).

IV.2.5.3 Relaxation**IV.2.5.3.1 Principe de la relaxation**

L'essai de relaxation consiste à maintenir une déformation constante (généralement imposée par un allongement initial), puis à observer la diminution de la contrainte (ou force) dans le matériau au fil du temps. Cela permet d'étudier le relâchement des contraintes internes dans les matériaux viscoélastiques ou viscoplastiques.

IV.2.5.3.2 Objectifs

- Déterminer la cinétique de relaxation de contrainte.
- Identifier les propriétés viscoélastiques ou rhéologiques.
- Estimer la perte de force dans des éléments mécaniques (boulons, joints, etc.) sur la durée.

IV.2.5.3.3 Appareillage utilisé

L'appareillage de relaxation ressemble à celui utilisé pour les essais mécaniques classiques, mais modifié pour imposer une déformation constante.

Tableau IV.15: Description du composant de relaxation.

Composant	Description
Système de serrage ou de traction	Applique et maintient une déformation constante. Peut être électromécanique, hydraulique ou à vis manuelle.
Éprouvette	Souvent cylindrique, plate ou en forme de vis, selon l'application.
Environnement thermique contrôlé	Si nécessaire (par exemple, four ou enceinte climatique) pour des essais à température constante.
Système de mesure de force	Pour suivre la baisse de force (contrainte) dans le temps.
Système de blocage	Mécanisme pour empêcher le retour de l'éprouvette et garantir que la déformation est bien constante.

IV.2.5.3.4 Capteurs utilisés

a) Cellule de charge (capteur de force)

- Élément central de l'essai.
- Mesure la force qui diminue dans le temps sous déformation constante.
- Haute précision nécessaire, car les variations peuvent être lentes et faibles.

b) Extensomètre ou vérin de position (utilisé pour imposer la déformation au début)

- Sert à imposer l'allongement initial.
- Il peut être déconnecté après la mise en contrainte si un système mécanique prend le relais pour bloquer la déformation.

c) Thermocouple ou capteur de température

- Assure une température constante si l'essai est fait à chaud.
- Important car la relaxation est très sensible à la température.

d) Système d'acquisition de données

- Enregistre en continu ou par intervalle les données de force (et température).
- Permet d'obtenir la courbe de relaxation : contrainte (ou force) en fonction du temps.

IV.2.5.4 Recouvrance

IV.2.5.4.1 Principe de la recouvrance

La recouvrance est un processus de restauration partielle des propriétés d'un matériau métallique déformé plastiquement (souvent à froid), sans modification de sa microstructure globale (pas de recristallisation).

Elle intervient à température modérée, inférieure à celle de la recristallisation, typiquement entre $0,2$ et $0,4 \times$ la température de fusion (en Kelvin).

IV.2.5.4.2 Objectifs

- Réduire les contraintes internes générées par la déformation plastique.
- Améliorer la conductivité électrique et thermique.
- Diminuer l'écroutissage sans modifier la taille des grains.

✚ Mécanismes internes

- Réorganisation et annihilation partielle des dislocations.
- Diminution des densités de dislocations.
- Pas de formation de nouveaux grains, contrairement à la recristallisation.

IV.2.5.4.3 Appareillage utilisé pour l'étude de la recouvrance

La recouvrance est étudiée indirectement à travers l'observation des propriétés physiques ou mécaniques avant et après traitement thermique.

✚ Appareils typiques

Tableau IV.16: Description du composant de recouvrance.

Composant	Description
Four à température contrôlée	Chauffe les échantillons à une température bien définie pendant un temps donné.
Échantillons déformés plastiquement	Préalablement écrouis par laminage, traction à froid, etc.
Four sous atmosphère contrôlée (optionnel)	Pour éviter l'oxydation (argon, vide, etc.).
Refroidissement contrôlé	Pour figer l'état métallurgique après le traitement.

IV.2.5.4.4 Capteurs et méthodes de mesure associés

Les mesures visent à caractériser les effets de la recouvrance. Ce sont surtout des instruments de caractérisation indirecte.

a) Dureté (microduromètre ou duromètre Vickers, Brinell, etc.)

- Mesure la diminution de la dureté après recouvrance.
- La dureté diminue car les dislocations se réorganisent et la densité diminue.

b) Résistivité électrique (pont de Wheatstone, 4 points)

- La résistivité diminue après recouvrance (moins de dislocations = moins de diffusion électronique).
- Méthode sensible et non destructive.

c) Diffraction des rayons X (DRX)

- Permet de mesurer les contraintes internes résiduelles.
- Donne des informations sur la densité de dislocations via l'élargissement des pics.

d) Microscopie électronique (MET ou MEB)

- Observation directe de la réorganisation des sous-structures (cellules de dislocations).
- MET permet de visualiser les dislocations.

e) Dilatométrie

- Permet de détecter des changements de volume infimes lors des réarrangements internes.

f) Analyse thermique différentielle (ATD) ou DSC

- Pour repérer les transformations énergétiques liées à la recouvrance (modifications internes des dislocations, faible dégagement d'énergie).

IV.2.6 Essais de tribologie

Les essais de tribologie permettent d'étudier le comportement des matériaux en contact, notamment au niveau de :

- La **friction (frottement)**,
- L'**usure**,
- Et La **lubrification**.

La tribologie est cruciale dans les secteurs comme l'automobile, l'aéronautique, les biomatériaux (prothèses), et la mécanique de précision.

IV.2.6.1 Principe des essais de tribologie

L'objectif est de caractériser les interactions de surfaces en contact relatif, sous certaines conditions de charge, vitesse et environnement (air, liquide, vide, température, etc.).

✚ On étudie notamment :

- Le **coefficient de frottement μ** (rapport entre la force de friction et la force normale).
- Le **volume d'usure** ou la perte de masse du matériau.
- L'effet des **lubrifiants**, des traitements de surface, ou des conditions climatiques.
- Les **mécanismes d'usure** (adhésive, abrasive, corrosive, etc.).

IV.2.6.2 Appareillage utilisé

Les essais de tribologie se réalisent avec des machines tribomètres, selon différents montages normalisés :

Tableau IV.17: Description du type d'essai de tribologie.

Type d'essai	Description
Bille sur disque	Une bille (acier, céramique...) glisse ou roule sur un disque rotatif.
Broche sur disque	Une broche cylindrique appuie sur un disque en rotation.
Anneau sur disque	Monté pour tester l'usure de composants réels.
Pointe sur plan	Simulation de contacts très localisés.
Machine 4 billes	Utilisée pour tester la lubrification.
Essai de frottement linéaire réciproque	Mouvement alternatif rectiligne.

Ces tribomètres contrôlent :

- la **charge normale** (N),
- la **vitesse de glissement** ou rotation (mm/s ou tr/min),
- l'**atmosphère** (air, argon, vide, lubrifiant...),
- la **température** (essais à chaud possibles).

IV.2.6.3 Capteurs utilisés

Pour collecter les données durant l'essai, les tribomètres sont équipés de capteurs spécifiques :

a) Capteur de force normale (F_n)

- Généralement une **cellule de charge**.
- Contrôle et mesure la force appliquée sur le contact.

b) Capteur de force de friction (F_f)

- Mesure la **force tangentielle** pendant le glissement.
- Permet de calculer le **coefficient de frottement** $\mu = F_f / F_n$.

c) Capteur de déplacement / position

- Sur les axes X ou Y.
- Utile pour contrôler la course du frottement (en glissement linéaire par ex.).

d) Capteur de couple (si rotation)

- Mesure le couple de friction sur des surfaces en rotation.

e) Capteur de température

- Souvent un **thermocouple** placé près du contact.
- Important car la température locale influence fortement l'usure et la lubrification.

f) Capteurs de vibrations ou acoustiques (optionnel)

- Utilisés pour détecter des transitions de régimes (passage d'un frottement fluide à un frottement sec).
- Indice d'endommagement ou de changement de mécanisme.

IV.2.6.4 Méthodes complémentaires d'analyse

Après l'essai, on mesure l'usure et on analyse les surfaces de contact.

Tableau IV.18: Objectif de la technique de tribologie.

Technique	Objectif
Balance de précision	Déterminer la perte de masse du matériau.
Microscopie optique ou MEB	Observer l'aspect de l'usure (striures, fissures, transfert de matière).
Profilométrie (optique ou à contact)	Mesure du volume d'usure (3D), rugosité.
Analyse chimique de surface (EDX, XPS)	Identifier les débris d'usure ou les produits d'oxydation.

IV.2.6.5 Applications industrielles

- Étude des revêtements anti-usure (PVD, nitruration...).
- Optimisation des lubrifiants (huiles moteurs, graisses, bio-lubrifiants).
- Validation de matériaux pour freins, roulements, engrenages.
- Conception de prothèses articulaires (genoux, hanches).

Références bibliographiques

-
- [1] R. Ouahas, (2005), "Radiocristallographie", 1^{ère} édition, Paris.
- [2] W.D. Callister, (2022), "Science et génie des matériaux", 10^{ème} édition, Paris.
- [3] S. Degallaix, B. Ischner, (2009), "Caractérisation expérimentale des matériaux", Paris.
- [4] M. Jean-Luc, G. Armand, (2006), "Traité des matériaux: Caractérisation expérimentale des matériaux, analyse par rayons X, électrons et neutrons", Vol. 3, 1^{ère} édition, Paris.
- [5] J.P. Bailon, J.M. Dorlot, (1992), "Des matériaux", 1^{ère} édition, Montréal.
- [6] C. Duval, (1990), "Analyse thermique-Principes et applications", Masson.
- [7] J. Rigaud, (2004), "Techniques d'analyse thermique, Techniques de l'Ingénieur".
- [8] M.E. Brown, (2001), "Introduction to Thermal Analysis: Techniques and Applications", Springer.
- [9] W. D. Callister, D. G. Rethwisch, (2024). "Materials science and engineering: New perspectives ", 11^{ème} édition, Wiley.
- [10] M. E. Brown, (2024). "Recent advances in thermal analysis techniques and applications", Springer.
- [11] J. Coates, (2025), "Infrared spectroscopy for materials analysis: New approaches and advancements". Wiley-VCH.
- [12] P. Echlin, (2024), "Electron microscopy in materials science: Trends and future directions", Springer.
- [13] G.F. Vander Voort, (1999), " Metallography: Principles and Practice", ASM International.
- [14] B. Reimer, (1998), "Scanning Electron Microscopy: Physics of Image Formation and Microanalysis", Springer.
- [15] D.B. Williams, C.B. Carter, (2009), "Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science", Springer.
- [16] B. D. Cullity, S. R. Stock, (2001). "Elements of X-ray diffraction", 3^{ème} édition. Pearson.
- [17] J. I. Goldstein, D. E. Newbury, P. Echlin, (2018). "Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis", 4^{ème} édition, Springer.



Ministry of Higher Education and Scientific Research

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Chadli Bendjedid University - El Tarf

جامعة الشاذلي بن جديد - الطارف

Faculty of Science and Technology

كلية العلوم والتكنولوجيا

Department of Civil Engineering

قسم الهندسة المدنية



الطارف في : 2026/05/24

المرجع رقم 18 / ج.ش.ب.ج.ك.ع.ت.ق.ه. م / 2026

إشهاد إداري بمطابقة مطبوعة بيداغوجية

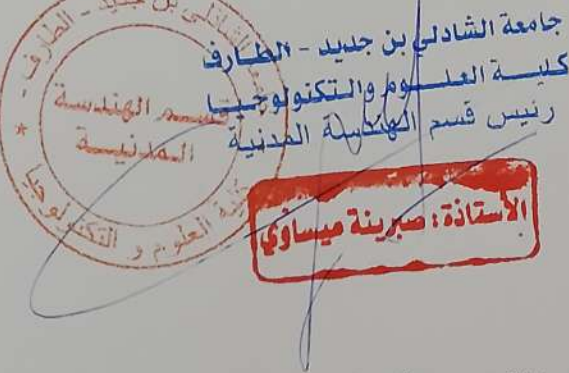
يشهد رئيس قسم الهندسة المدنية بكلية العلوم والتكنولوجيا - جامعة الشاذلي بن جديد الطارف، بناءً على:

- محضر اجتماع اللجنة العلمية للقسم المنعقدة بتاريخ: 2025/11/20
- مستخرج محضر مجلس الكلية رقم 12 المؤرخ 2026/04/15 .

أن المطبوعة البيداغوجية الموسومة بـ : **Méthodes d'analyses et de caractérisations**

والتي قامت بإعدادها الأستاذة : حويجي نوال برتبة أستاذ محاضر "ب" والموجهة لطلبة السنة الثالثة، تخصص هندسة المواد تتطابق تماماً مع البرنامج التكويني الوزاري المعتمد في عرض التكوين .

رئيس القسم



سُلمت هذه الشهادة للمعنية بالأمر لاستعمالها في حدود ما تسمح به القوانين والأنظمة المعمول بها.