

MEMOIRE

Présentée par

Fouzia SEMIAOUI

Pour l'obtention de diplôme de

Master

Filière : Physique

Spécialité : Physique des matériaux

Thème

Propriétés magnétiques et microstructurales de l'alliage nanostructuré Fe-Al synthétisé par broyage mécanique

Soutenu le : 30/09/2018

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom

Garde

Dr. BENSBAA Zohra

MCB Uni. CBET

Présidente

Dr. HAFS Ali

MCB Uni. CBET

Rapporteur

Dr. HAMDI Salah

MCB Uni. CBET

Examineur

Année universitaire 2017-2018

Remerciements

Nous remercions Dieu le tout puissant qui nous a donné le courage de surmonter toutes les difficultés durant la période de notre étude afin de terminer ce mémoire.

Nous tenons à exprimer nos remerciements les plus profonds à Mr. HAFS Ali (Maitre de conférences garde B, MCB), pour ses conseils précieux et pour tout le temps qu'elle a consacré à nous corriger et a nous orienter.

Je remercie, Madame BENSBAZ Zohra, Docteur à l'université chadli Bendjedid- el Tarf, de m'avoir fait l'honneur de présider le jury de ce mémoire.

J'adresse aussi mes remerciements à Monsieur HAMDI Salah, Docteur à l'université chadli Bendjedid- el Tarf, d'avoir accepté d'examiner ce travail.

Nous tenons à remercier également nos enseignants du département de physique.

En fin, à tous ceux qui nous ont aidés de près ou de loin à l'élaboration de ce modeste travail.



Dédicace

Je dédie ce mémoire A mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien et leurs prières tout au long de mes études.

A mes chères sœurs, Souhila et Ahlem et Wided pour leurs encouragements permanents, et leur soutien moral.

A mes chers frères, Khalil et Ayoub pour leur appui et leur encouragement.

Et les enfants de ma sœur, Djed allah et youcef.

Je le dédie particulièrement mon fiancé Gouasmia Aissa de rester avec moi et de mon guider Et son grand soutien pour moi. J'étais comme l'ange que Dieu m'a envoyé ; Peu importe le nombre de mots que j'ai dites, vous n'exprimerez pas à quel point je vous suis reconnaissant.

Enfin je le dédie mes amies Meriem, Khadidja, Dounia et Ines, Hanen et Roumaissa et Selma et Zahra.

et je le dédie aussi à tous ma famille Semiaoui et fadhlaoui et mes amis que je n'ai pas cités.



Liste des figures

Figures	Titres	Pages
Figure I.1	Représentation des quatre types de matériaux à nanostructure.	06
Figure I.2	Approche ascendante et approche descendante.	07
Figure I.3	Schéma de principe du broyage à haute énergie.	10
Figure I.4	Cycles d'hystérésis correspondants aux différents types de matériaux magnétique.	15
Figure I.5	Cycles d'hystérésis.	17
Figure I.6	Domaines magnétiques à l'intérieur d'un matériau ferromagnétique.	18
Figure I.7	Diagramme de phases du système Fe-Al.	20
Figure II.1	boite à gants.	24
Figure II.2	Broyeur planétaire Retsch PM400.	25
FigureII. 3	mouvement des billes à l'intérieur des jarres.	26
Figure II.4	Diffractomètre Bruker D8 Advance.	27
Figure II.5	Schéma d'un tube à rayons X. HT = Haute Tension et RX =Rayons X émis par l'anode.	28
Figure II.6	Représentation schématique du processus de diffraction des rayons X.	26
Figures II.7	Configuration du goniomètre en mode θ - θ .	30
Figure II.8	Illustration d'un pic de DRX.	32
Figure II.9	Magnétomètre à échantillon vibrant MICROSENSE de modèle EV7.	33
Figure II.10	Schéma simplifié du principe de la mesure par VSM.	33

Figure III.1	Evolution des diffractogrammes des rayons X de la poudre du $Fe_{70}Al_{30}$ en fonction du temps de broyage.	36
Figure III.2	Superposition de la réflexion de Bragg de l'intense (110) pour les différents temps de broyage.	37
Figure III.3	Evolution du paramètre de cristallin en fonction du temps de broyage.	38
Figure III.4	Evolution de la taille des grains en fonction du temps de broyage.	39
Figure III.5	Courbes d'aimantation en champ parallèle ($//$) mesurée au VSM (Cycles d'hystérésis) des poudres $Fe_{90}Al_{10}$.	41
Figure III.6	Courbes d'hystérésis enregistrées pour les échantillons broyés 0, 2, 3 et 4 heures, respectivement. Dans le détail est montrée la zone à bas champ, utilisé pour la détermination du champ coercitif.	42
Figure III.7	Variation de H_c en fonction du temps de broyage.	43
Figure III.8	Variations de l'aimantation rémanente, M_r , pour $Fe_{70}Al_{30}$ en fonction de la durée du broyage.	44
Figure III.9	Variations de l'aimantation à saturation, M_s , pour $Fe_{90}Sb_{10}$ en fonction de la durée du broyage.	45

Liste des tableaux

Tableaux	Titres	pages
Tableau I.1	Domaines d'applications par type de nanomatériaux	08
Tableau I.2	Les principales propriétés du Fer et l'Aluminium.	19
Tableau II.1	Paramètres de broyage d'alliage Fe ₇₀ Al ₃₀ .	26

Liste des symboles

VSM : Magnétomètre à Echantillon Vibrant.

DRX : Diffraction des Rayons X.

UV : Ultra Violet.

M : Aimantation.

H : Champ magnétique appliqué.

Ms : l'aimantation à saturation.

Hs : le champ à saturation.

Mr : aimantation rémanente.

Hc : le champ coercitif.

Oe : **œrsted** l'unité « électromagnétique » d'excitation magnétique ou de champ magnétique.

g : Gramme.

m : Mètre.

cm : Centimètre.

mm : Millimètre.

nm : Nanomètre.

pm : Pico mètre.

% : Pourcentage.

$\mu\Omega$: micro ohme.

S : Siemens.

W : watt.

K : Kelvin.

°C : degré Celsius.

Ω : vitesse angulaire.

ω : une vitesse dans la direction opposée.

H : Heur.

min : minute.

Tr, Trs : Tour.

HT : Haute Tension.

RX : Rayons X émis.

n : est un entier positif ($n=1, 2, 3, \dots$).

d : la distance réticulaire.

D:taille moyenne de cristallites.

λ : Longueur d'onde des rayons X.

θ : Angle de diffraction de Bragg.

K: constante ($K=0.9$).

β : la largeur à mi-hauteur de la raie.

cc : Cube centré.

Sommaire

Introduction Générale	2
Chapitre 1 : Etude Bibliographique	
Introduction.....	5
I.1 Les nanomatériaux	5
I.1.1 Définition des nanomatériaux	5
I.1.2 Classification des nanomatériaux	5
I.1.3 Synthèse des nanomatériaux	6
I.1.4 Domaine d'application des nanomatériaux	8
I.2 Fabrication des nanomatériaux	8
I.2.1 Broyage mécanique à haute énergie	9
I.2.1.1 Principe du broyage à haute énergie	9
I.2.1.2 Mécanisme physique de broyage et formation des phases	10
I.2.1.3 Paramètre de broyage	11
I.3 Propriétés magnétiques des nanomatériaux	12
I.3.1 Généralités sur les matériaux magnétiques	13
I.3.1.1 Matériaux magnétiques non ordonnés	13
I.3.1.2 Matériaux magnétiques ordonnés	14
I.3.1.3 Cycles d'hystérésis	14
I.3.1.4 Classification des matériaux magnétiques	16
I.3.1.5 Processus d'aimantation	17

I.4 Généralités sur le Fer et l'Aluminium	18
I.4 .1 Les propriétés du Fer et Aluminium	18
I.4 .2 Diagramme de phase des alliages Fe-Al	19
I.5 Conclusion	20
 Chapitre II : Procédure Expérimentale	
Introduction.....	23
II. 1. Synthèse des nanopoudres	23
II.1.1. Préparation des échantillons	23
II. 1. 2. Description de la boite à gants	24
II.1.3. Elaboration des échantillons par mécanosynthèse	24
II.1.3.1. Principe de fonctionnement (Broyeur planétaire à billes PM 400)	25
II.1.4.Conditions expérimentales de la mécanosynthèse de nos produits	26
II.2.Techniques de caractérisation	27
II. 2. 1. Analyse par diffraction des rayons X	27
II. 2. 1.1. Principe de la technique	27
II. 2. 1.2. Dispositif expérimental	30
II.2.1.3. Calcul des paramètres cristallins	30
II.2.1.4.Calcul de la taille des grains	31
II.2.2.Magnétométrie à échantillon vibrant	32
II.2.2.1.Intérêt	32
II.2.2.2.Principe de la technique	33

II.2.2.3. Equipement utilisé.....	33
II.3. Conclusion	34
 Chapitre III : Resultat et Discussion	
Introduction.....	36
III.1 Caractérisation des poudres par diffraction des rayons X.....	36
III.1.1 Propriétés structurales de l'alliage Fe ₇₀ Al ₃₀	36
III.1.1.1 Variations de la taille moyenne des cristallites.....	38
III.1.2 Etude microstructurales.....	39
III.2. propriétés magnétiques	39
III.2.1 Cycles d'hystérésis.....	39
III.2.2 Champ coercitif.....	41
III.2.3 Evolution du champ coercitif en fonction du temps de broyage.....	42
III.2.4 Evolution de l'aimantation rémanente en fonction du temps de broyage.....	43
III.2.5 Evolution de l'aimantation à saturation en fonction du temps de broyage.....	45
III.3. Conclusion.....	46
Conclusion Générale et Perspective	48
Références Bibliographiques	50



Introduction générale

Introduction Générale

Les matériaux nanostructurés appelés communément « nanomatériaux » sont des matériaux possèdent une taille des grains inférieure à 100nm. Ces matériaux, variant sur une échelle de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres, sont caractérisés par la présence d'une fraction d'atomes associés à une zone interfaciale avec un arrangement désordonné appelée communément joint de grain dans le cas des poudres nanostructurées. Cette fraction située aux joints de grains peut offrir aux nanomatériaux des propriétés intéressantes qui n'existent pas à l'état massif.

Les nanomatériaux ont fait l'objet d'études intensives ces dernières années en raison leurs applications potentielles et qui couvre plusieurs domaines de recherche, tel que le magnétisme, l'électronique, l'optique, ect...Récemment, les matériaux magnétiques nanocristallins ont été intensivement étudiés en raison de leurs propriétés remarquables à savoir l'aimantation à saturation et le champ coercitif.

Dans ce travail de mémoire, nous nous sommes intéressés à l'élaboration, par mécanosynthèse, des poudres nanostructurées $Fe_{70}Al_{30}$. L'objectif principal de cette étude est de voir la possibilité d'élaborer des nanostructurées $Fe_{70}Al_{30}$ possèdent des propriétés magnétiques douces.

Les caractérisations structurales des poudres nanostructurées ont été faites par diffraction de rayons X et le magnétomètre à échantillon vibrant (VSM) pour étudier les propriétés magnétiques.

Ce mémoire se compose de trois chapitres. Le premier chapitre, est une présentation générale des nanomatériaux, énonçant leurs classifications et une description des différents processus de fabrication notamment la voie mécanique (la mécanosynthèse ou broyage haute-énergie) et aussi les propriétés magnétiques des nanocomposites. Le second chapitre décrit les conditions expérimentales d'élaboration des poudres et dans lequel nous présentons l'ensemble des techniques d'analyses utilisées.

Le troisième chapitre, est consacré à l'étude des propriétés structurales, microstructurales et magnétiques en fonction du temps de broyage.

INTRODUCTION GENERALE

Enfin, ce manuscrit de mémoire se termine par une conclusion générale qui résume les principaux résultats obtenus à travers notre étude.



Chapitre I
Etude bibliographique

Introduction

Dès le début des années 60, des études et des recherches dans le domaine nanométrique mobilisent toute la communauté scientifique qui ne cesse de confirmer cette formidable intuition. Actuellement, les nanomatériaux suscitent un grand intérêt qui s'explique par plusieurs facteurs notamment les progrès des techniques de microscopie comme le microscope électronique à transmission ou encore le microscope à force atomique. Ces outils ultramodernes ont permis de voir la matière autrement, même jusqu'à la dimension de l'atome, ce qui a rendu l'univers des nanomatériaux et leur réalité plus palpable.

Ce chapitre fait le rappel de quelques notions fondamentales sur les nanomatériaux, ainsi que celles qui concernent leurs propriétés physiques les plus remarquables. Certains concepts de base relatifs aux propriétés magnétiques des matériaux nanocristallins sont introduits en indiquant brièvement leurs applications. La mécanosynthèse, en tant que procédé spécifique d'élaboration de nos propres échantillons fait également l'objet d'une attention particulière. Enfin, le diagramme d'équilibre des phases du système binaire Fe-Al fait l'objet du présent travail.

I.1 Les nanomatériaux

I.1.1 Définition des nanomatériaux

les nanomatériaux sont constitués d'un ensemble de particules nanométriques, dont la taille est inférieure à 100nm. La notion de nanomatériau est apparue lorsque les céramistes et les métallurgistes ont remarqué que l'affinement de la microstructure de leurs matériaux donnait lieu ainsi à des propriétés améliorées et différentes de celles des matériaux à grains micrométriques. [H. Gleiter, 1989]

I.1.2 Classification des nanomatériaux

D'après Siegel [H. Guernaut et al., 2000] (figure I.1), les nanomatériaux peuvent être classés en quatre familles selon leurs formes d'utilisation : nanomatériaux à zéro dimension, à une dimension, à deux dimensions et à trois dimensions.

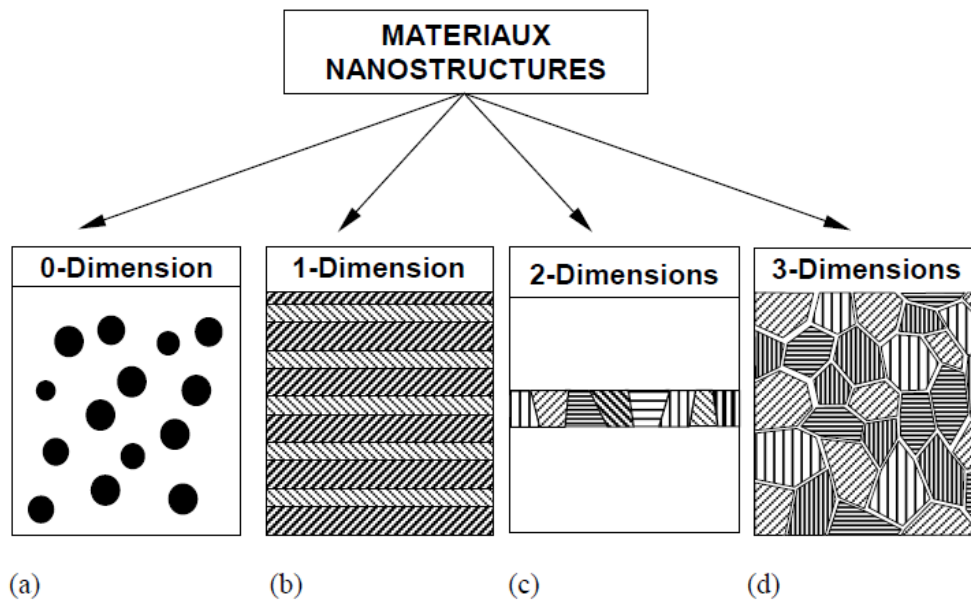


Figure .I.1 : Représentation des quatre types de matériaux à nanostructure

[H. Guerault et al., 2000].

* **Matériaux à zéro dimension :** Qui sont constitués de grains nanométriques dispersés de façon aléatoire ou organisée dans une matrice. On les retrouve par exemple dans les cristaux colloïdaux utilisés en optique et dans les fluides magnétiques.

* **Matériaux de dimension 1 :** Dans le domaine des nanomatériaux à une dimension, il convient de considérer les nanofils et les nanotubes.

* **Matériaux de dimension 2 :** Ce sont des matériaux sous forme de couches minces, comme dans les dépôts d'agrégats ou de revêtements.

* **Matériaux de dimension 3 :** Ce sont des matériaux sous forme compacte (nanocomposites) comme dans les céramiques et les métaux nanostructurés.

I.1.3 Synthèse des nanomatériaux

A l'échelle micrométrique, les matériaux présentent la plupart du temps les mêmes propriétés physiques qu'à l'échelle macroscopique. En revanche, à l'échelle nanométrique les matériaux peuvent présenter des propriétés physiques typiquement différentes de celles du

volume. Afin d'explorer de nouvelles propriétés et de nouveaux phénomènes physiques ainsi que d'envisager des applications potentielles des nanostructures et des matériaux, la capacité de fabriquer et de développer des nanomatériaux constitue la pierre angulaire en nanotechnologie.

Depuis un demi-siècle environ, sont apparues des techniques nouvelles (refroidissement rapide et techniques sol-gel) qui permettent d'accéder à des tailles de grains beaucoup plus faibles. D'autres méthodes de production sous arc électrique, laser, plasma, etc. ont permis d'accéder à des matériaux particuliers de très petite taille.

Toutefois, la façon la plus habituelle de grouper les techniques de fabrication est celle considérant les approches dites top-down et bottom-up (figure I.2). L'approche bottom-up fait allusion à l'édification d'un matériau à partir d'unités élémentaires: atome par atome, molécule par molécule ou agglomérat par agglomérat. Cependant, dans l'approche top-down, allant du plus grand au plus petit, les nanostructures sont réalisées par une succession d'étapes technologiques issues de la microélectronique. Parmi ces dernières, le broyage mécanique à haute énergie.

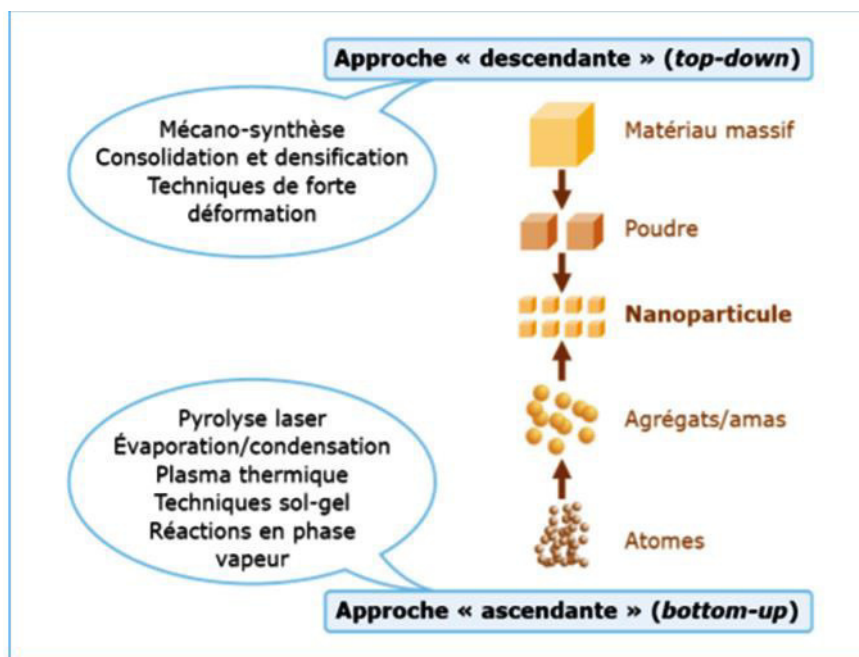


Figure .I.2 : Approche ascendante et approche descendante [Google, 2018].

I.1.4 Domaine d'application des nanomatériaux

Ces dernières années, grâce à ces nouvelles propriétés physico-chimiques, les structures à taille nanométrique ont été intensivement explorées par les chercheurs dans différents domaines scientifiques. Ici nous citerons quelques exemples de domaine où les nanostructures jouent un rôle très important (Tableau I. 1).

Nanomatériaux	Domaines d'applications
Nanocéramiques	Matériaux composites structuraux - Composants anti-UV – Polissage mécano-chimique des substrats (wafers) dans la microélectronique - Applications photocatalytiques
Nanométralliques	Secteurs antimicrobiens et/ou de la catalyse - Couches conductrices des écrans, les capteurs ou encore les matériaux énergétiques
Nanoporeux	Aérogels pour isolation thermique dans les domaines de l'électronique, de l'optique et de la catalyse - Domaine bio-médical pour des applications de type vectorisation ou encore implants
Nanotubes	Nanocomposites conducteurs électriques - Matériaux structuraux - Les nanotubes monofeuillets pour des applications dans le domaine de l'électronique, les écrans
Nanomatériaux massifs	Revêtements durs - Composants structuraux pour l'industrie aéronautique, l'automobile, les conduites pour les industries pétrolières et gazières, le domaine sportif ou encore le secteur anticorrosion

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

I.2 Fabrication des nanomatériaux

L'élaboration de poudres nanostructurées ou de poudres dont la taille des particules est nanométrique (poudres ultrafines) repose sur des voies d'élaboration extrêmement variées, on cite: la méthode de chimie douce (sol-gel, précipitation), évaporation-condensation, jets atomiques, broyage à haute énergie (Mécanosynthèse),... Cette dernière est une technique

d'élaboration hors équilibre puissante, qui permet la production des alliages nanostructurés à partir d'un mélange de poudres élémentaires.

I.2.1 Broyage mécanique à haute énergie

Cette méthode de synthèse a été développée par J. Benjamin dans les années 60 afin réaliser des dispersions d'oxydes (Al_2O_3 , Y_2O_3) dans des alliages de nickel dans le but d'améliorer leurs propriétés mécaniques [J. S. Benjamin, 1970]. A partir des années 80, cette technique fut utilisée pour réaliser des alliages amorphes [C. C. Koch et al., 1983 ; E. Hellstern et L. Schultz, 1987], des solutions solides sursaturées d'éléments immiscibles et des matériaux nanostructurés [R. B. Schwarz et al., 1985 ; H. Fecht et al., 1990].

Deux termes sont couramment utilisés dans la littérature anglo-saxonne pour désigner le processus de broyage à haute énergie: «mechanical alloying » qui est la mécanosynthèse proprement dite, puissant outil permettant la production de poudres nanostructurées métastables à partir d'un mélange de poudres élémentaires (les poudres initiales ont une composition différente de celle du produit), et « mechanical milling ou grinding » qui est la mécanosynthèse «directe», broyage mécanique non réactif qui consiste à confiner des poudres (de métal pur, intermétallique, ou alliages) de composition stœchiométrique pour obtenir un matériau nanostructuré non nécessairement homogène.

I.2.1.1 Principe du broyage à haute énergie

Le broyage à haute énergie consiste à agiter plus ou moins violemment, une poudre et des billes contenues dans une enceinte étanche. Sous l'effet des collisions, les grains de poudre sont alternativement déformés plastiquement, fracturés et recollés les uns aux autres, conduisant à un mélange des différents constituants. C'est le rapport des fréquences de fracture et de collage qui fixe la taille finale des agrégats de poudre. Ces trois phénomènes sont à l'origine de l'obtention d'une structure nanocristalline (Figure I.3). La poudre subit donc, au cours du broyage, de sévères déformations plastiques qui engendrent la formation de nombreux défauts ponctuels (lacunes, interstitiels...), ainsi que des bandes de cisaillement constituées de réseaux de dislocations. Les dislocations se réorganisent en parois par annihilation et recombinaison afin de former des sous-joints, et donc des sous-grains [Boukherroub, N. 2018 ; Villars, P et al., 1985].

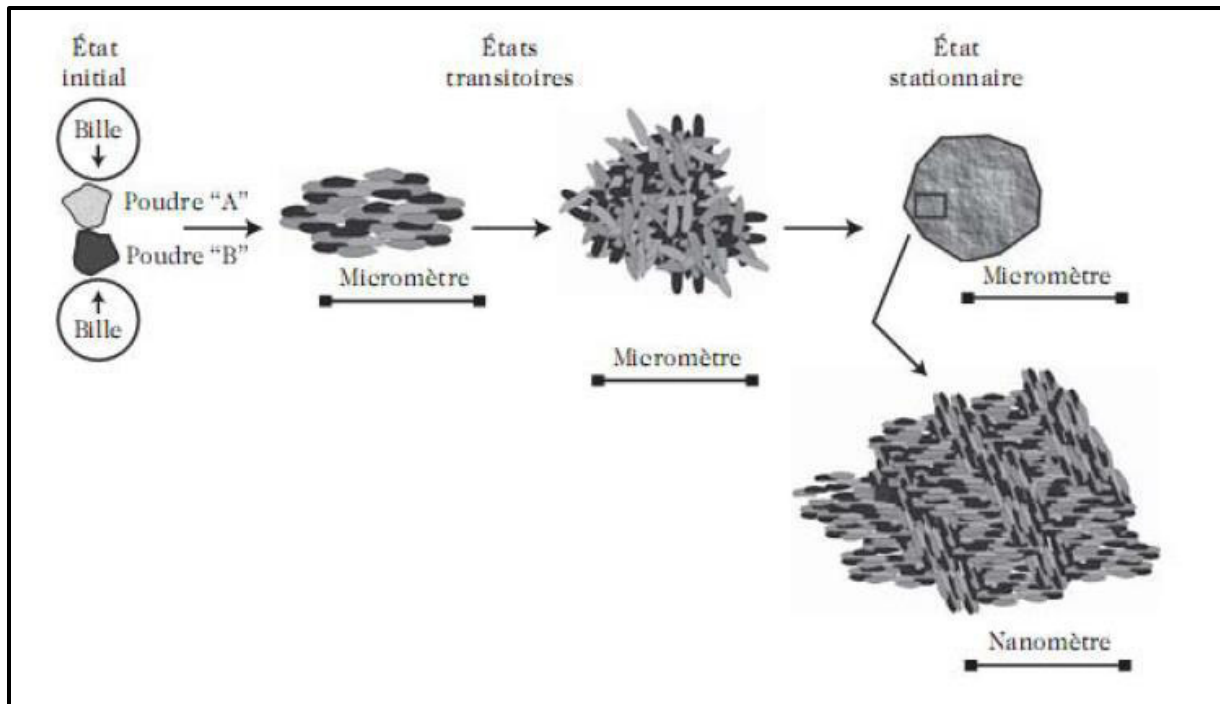


Figure .I.3 : Schéma de principe du broyage à haute énergie [Venturini, G, 2005].

I.2.1.2 Mécanisme physique de broyage et formation des phases

L'élaboration d'un composé à partir des éléments purs ou combinés, par broyage mécanique, est basé sur les phénomènes répétés de soudage et de fracture assurés par l'action des chocs billes-poudres-billes et billes-poudres-paroi de la jarre. Les phénomènes de soudage et de fracture des poudres assurent l'échange de la matière entre les particules durant le broyage, conduisant à un mélange intime, à l'échelle atomique, des éléments de départ. La conséquence de la fracture des particules de poudres est la formation de nouvelles surfaces qui peuvent coller sur d'autres particules ou sur lesquelles des grains peuvent être attachés. Le mélange au niveau atomique est assuré par la diffusion à froid des atomes du soluté dans le réseau du solvant par les défauts créés pendant l'action mécanique. L'énergie introduite dans les poudres peut conduire à la formation de nouvelles phases (amorphes, solutions solides, composés intermétalliques, etc.). En effet, le produit final est obtenu lorsqu'un équilibre entre les processus de fracture et de soudage est atteint, ce qui conduit à une dimension stable pour les particules. Cette dimension minimale des grains est donnée par l'impossibilité de la propagation et la nucléation des fissures dans la cristallite [W. C. Johnson et al., 2006]. La différence entre les procédés classiques et le broyage mécanique réside dans le fait que dans ce dernier, les transformations de phase ont lieu dans un processus dynamique sous l'action

continue des déformations mécaniques et de la chaleur générée par les chocs de déformation [C. Suryanarayana, 2001].

I.2.1.3 Paramètre de broyage

Le broyage mécanique est un processus qui met en jeu un grand nombre de paramètres qui ont un effet considérable sur la nature du produit final. On peut distinguer les paramètres contrôlables et les paramètres non contrôlables ou mal maîtriser.

Les paramètres contrôlables

- ❖ **L'énergie du broyeur** : elle dépend de chaque type de broyeur. En principe une énergie élevée conduit à une obtention plus rapide du produit final [C. Suryanarayana, 2001]. L'énergie du broyeur nous donne un autre paramètre important : la vitesse de broyage. Une vitesse trop grande fait que les billes restent collées sur les parois sans agir sur la poudre et fait croître la température de la jarre, avec des effets négatifs sur le produit final (par exemple oxydation) [C. Suryanarayana, 2004].
- ❖ **La nature des billes et des jarres** : elle considère le type d'acier des billes, leur dimension et leur nombre qui ont des influences sur l'efficacité du broyage [E. Gaffet et al., 2004] **Le rapport masse bille/masse poudre** : il influence la formation des phases dans les poudres broyées. Il peut varier entre 1/1 jusqu'à 220/1, avec la croissance de ce rapport il est possible de réduire le temps nécessaire pour obtenir le produit final. [E. Gaffet et al., 2004] **Le degré de remplissage (billes+ jarre)** : c'est un autre facteur important dans le broyage mécanique. Un remplissage trop faible ou trop grand diminue l'efficacité du processus; un taux optimal de remplissage est trouvé à 50 – 60 % du volume du jarre. Le produit final peut dépendre du taux de remplissage de la jarre avec les billes. [C. Suryanarayana, 2004]
- ❖ **Temps de broyage** : c'est le paramètre qui décrit l'intervalle de temps nécessaire pour obtenir le produit final. Il dépend du type de broyeur utilisé, du mode d'action des billes sur la poudre (collisions élastiques ou frottements) et de la température de broyage broyage [E. Gaffet et al., 2004].

- ❖ **Broyage continu ou séquentiel** : le broyage continu peut conduire à l'obtention d'un produit différent de celui obtenu pour un broyage avec des pauses [Z. Sparchez ; I. Chicinas, 2005].

Les paramètres non contrôlables :

L'atmosphère dans laquelle se poursuit le broyage : elle peut influencer la nature du produit final, mais aussi sa taille. En général, des gaz inertes sont utilisés (Ar, He) pour éviter la contamination, mais aussi l'air, N₂ ou H₂ pour produire des nitrures, hydrures, oxydes, etc [C. Suryanarayana, 2004].

- ❖ Il a été trouvé que les gaz inertes peuvent créer des défauts dans la poudre finale, mais aussi qu'ils peuvent être « emprisonnés » dans le composé final [Z. Sparchez ; I. Chicinas, 2004]. En fonction de la nature de l'atmosphère de broyage la mécanosynthèse peut être réalisée en environnement sec (air, Ar, He, N₂ ou H₂) ou humide (des composés organiques peuvent être introduits par exemple dans l'atmosphère de gaz inerte).

La température de broyage : elle a une influence sur la formation de l'état final du produit. Une température élevée fait que la taille des cristallites augmente mais réduit leurs contraintes et la solubilité dans l'état solide. [C. Suryanarayana, 2004]

- ❖ La température varie pendant le processus de broyage; une température plus haute pendant la période de formation du produit final est observée. Il est constaté l'existence d'une différence entre la température des billes et celle de la paroi et entre différents types des poudres broyées (ductiles, fragiles). [Y. S. Kwon et al, 2002]
- ❖ **La contamination**: c'est le grand défi de la mécanosynthèse. Parmi les facteurs qui contribuent à la contamination des poudres, nous citons :
les billes et les jarres : contamination en fer qui est dépendante de l'énergie du broyeur, du temps de broyage et de la température qui est atteinte dans la jarre.
[C. Suryanarayana, 2004]
- ❖ **l'atmosphère de broyage** : réaction avec la poudre broyée et obtention des produits indésirés.

I.3 Propriétés magnétiques des nanomatériaux

Les nanoparticules magnétiques constituent à la fois un challenge scientifique et technologique compte tenu de leur potentiel d'applications (enregistrement magnétique, stockage, etc.), non réalisables avec des matériaux classiques. En effet, les nouvelles

techniques de préparation ont permis de mieux contrôler la taille et la morphologie des nanoparticules avec des compositions reproductibles et donc , de comprendre ou d'appréhender les développements fondamentaux du magnétisme intraparticulaire et interparticulaire. Cela induit une modification notable des propriétés magnétique des nanomatériaux ; en effet, l'augmentation de la fraction atomique entraîne un effet important sur les propriétés magnétiques. De même, les propriétés intrinsèques (aimantation spontanée, anisotropie magnétocristalline) sont fortement influencées par la taille des particules. Récemment, Murali [Babenco, D, 2011] a observé un effet magnétocalorique très élevé dans des nanocomposites à base de grenats de gadolinium et de gallium.

I.3.1 Généralités sur les matériaux magnétiques

Le magnétisme est un phénomène qui provient des charges en mouvement. Trois sources sont à l'origine du moment magnétique dans un atome : l'état quantique de spin des électrons, le mouvement orbital des électrons autour du noyau et l'état quantique de spin du noyau.

La contribution prédominante à son moment magnétique total, provient du spin et du mouvement orbital des électrons Certains atomes présentent un moment magnétique total non nul comme Fe, Ni ou Co, même sous forme d'alliages massifs.

Les matériaux magnétiques se partagent en deux grandes familles :

I.3.1.1 Matériaux magnétiques non ordonnés

Cette classe intègre principalement les matériaux diamagnétiques et paramagnétiques.

Les premiers ne comportent pas de moments magnétiques en absence de champ magnétique appliqué mais lors de l'application de ce dernier, ils acquièrent une polarisation magnétique (apparition d'une faible aimantation), de sens opposé à la direction du champ appliqué.

Quant aux seconds, ce sont des matériaux qui possèdent un moment magnétique nul en absence de champ appliqué. A température ambiante, l'agitation thermique est supérieure à l'interaction d'échange, ce qui entraîne un état désordonné des moments magnétiques atomiques.

I.3.1.2 Matériaux magnétiques ordonnés

Cette sous-famille regroupe les matériaux ferromagnétiques, antiferromagnétiques et ferrimagnétiques.

Dans un matériau ferromagnétique, les moments magnétiques interagissent entre eux et tendent à s'aligner parallèlement les uns par rapport aux autres. Cette interaction des moments entre eux est appelée interaction d'échange d'Heisenberg, [Boukherroub.N, 2015]. En absence de champ appliqué, les moments s'arrangent spontanément dans des domaines, appelés «domaines magnétiques» ou «domaines de Weiss», où les moments magnétiques des atomes sont effectivement orientés dans le même sens.

La valeur de l'aimantation de chaque domaine de Weiss est la valeur d'équilibre thermodynamique à la température T donnée, elle est nommée « aimantation spontanée » si aucun champ n'est appliqué.

Les matériaux antiferromagnétiques sont constitués de moments magnétiques couplés antiparallèlement. Cette structure conduit à la division de la substance en sous réseaux possédant des moments magnétiques qui s'annulent. La résultante à l'échelle macroscopique est donc nulle.

Pour des températures supérieures à une température critique, appelée température de Néel, ces matériaux se comportent comme des paramagnétiques. Les alliages FeMn et l'oxyde NiO sont des exemples de matériaux antiferromagnétiques.

Dans un matériau ferrimagnétique, les moments magnétiques sont antiparallèles mais d'amplitude différente. Il en résulte une aimantation spontanée du matériau. Au-dessus d'une température critique (température de Curie), l'ordre magnétique est perdu et le matériau se comporte comme un paramagnétique.

I.3.1.3 Cycles d'hystérésis

Un matériau magnétique est caractérisé par un cycle d'hystérésis qui consiste à mesurer l'aimantation, M , en fonction du champ magnétique appliqué H .

Le tracé de cette courbe d'aimantation ou cycle d'hystérésis $M(H)$, permet de déterminer les grandeurs suivantes :

- **M_s , l'aimantation à saturation** : c'est l'aimantation maximale obtenue dans le matériau lorsque tous les moments sont orientés parallèlement au champ appliqué.
- **H_s , le champ à saturation** : c'est le champ nécessaire pour orienter tous les moments parallèlement au champ.
- **M_r : aimantation rémanente** : c'est l'aimantation qui subsiste dans le matériau lorsqu'on supprime le champ extérieur.
- **H_c , le champ coercitif** : c'est le champ à appliquer pour annuler l'aimantation dans le matériau aimanté.

La (**Figure I.4**) représente des cycles d'hystérésis possibles, associés à différents matériaux magnétiques. Les grandeurs remarquables, susceptibles d'être extraites de ce graphe, sont également mentionnées.

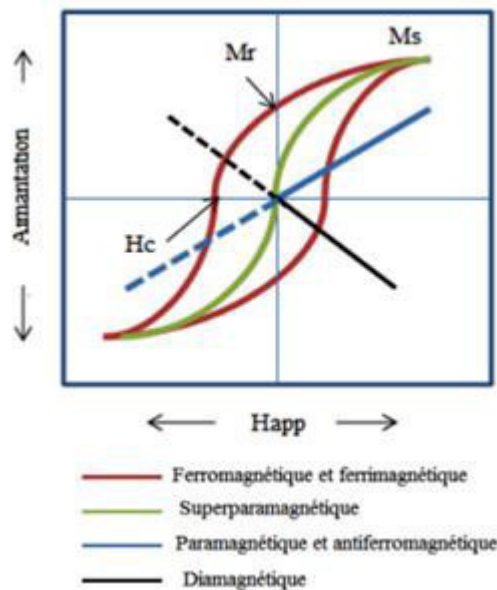


Figure I.4 : Cycles d'hystérésis correspondants aux différents types de matériaux magnétique [Villars, P, 1985].

En général, pour expliquer le cycle d'hystérésis des matériaux, deux grandeurs physiques sont utilisées : l'aimantation rémanente M_r et le champ coercitif H_c .

De plus, les matériaux magnétiques sont caractérisés par leurs propriétés dites intrinsèques (qui dépendent de la composition chimique) et extrinsèques (fonction de la microstructure).

Les propriétés magnétiques influencées par les caractéristiques structurales à l'échelle atomique sont celles que l'on nomme propriétés intrinsèques: la température de Curie, l'aimantation à saturation et l'anisotropie magnétocristalline,

Les propriétés magnétiques extrinsèques sont le champ coercitif et l'aimantation rémanente.

Ces deux types de propriétés déterminent le champ d'application technologique des matériaux magnétiques.

I.3.1.4 Classification des matériaux magnétiques

Les matériaux magnétiques sont principalement classés en trois grandes familles : doux, durs et supports de l'enregistrement. Définissons-les :

-Les matériaux magnétiques doux se caractérisent par un cycle d'hystérésis étroit et peuvent être aimantés ou désaimantés facilement (**Figure I .5 a**). Le champ coercitif ne dépasse pas 12.5 Oe [**Guittoum, A, 2008**]. Ces matériaux, entre autres FeNi et FeSi, sont utilisés dans les circuits magnétiques comme transformateurs ou pièces de blindage magnétique.

-Les matériaux magnétiques durs se caractérisent par un cycle d'hystérésis large (**Figure I.5 b**), et gardent une polarisation importante après l'élimination du champ appliqué. Ils possèdent un grand champ coercitif (supérieur à 125 Oe) [**Venturini, G,2005**]. On peut citer à titre d'exemple les ferrites durs et les aimants à base de terres rares.

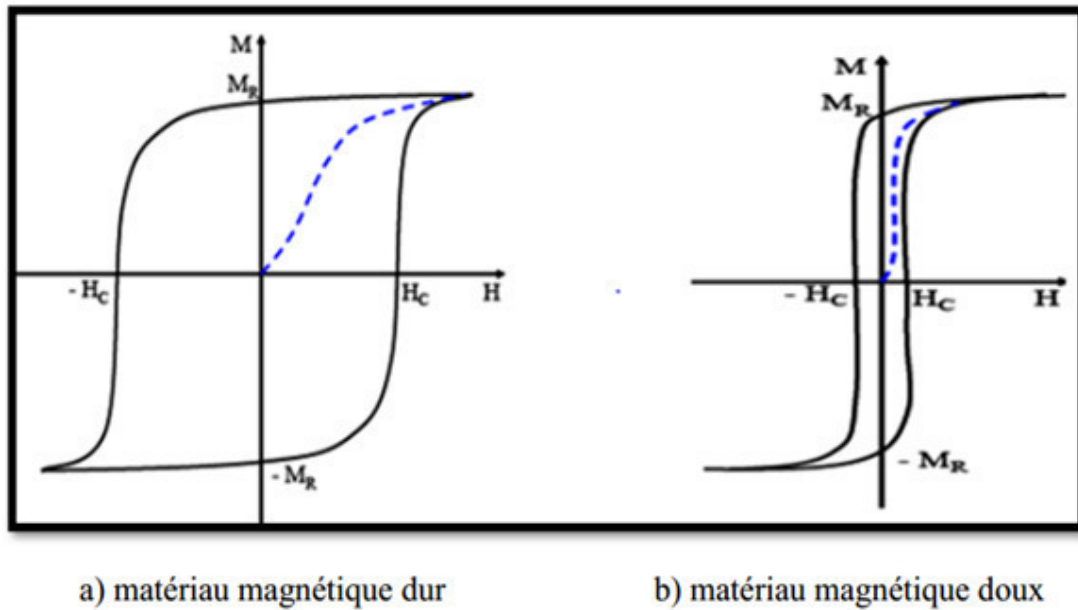


Figure I.5 : Cycles d'hystérésis [Venturini, G,2005].

-Les matériaux supports de l'enregistrement sont utilisés pour l'enregistrement audio, vidéo, et du stockage sur ordinateur (disquettes et disques durs); ceux qui sont candidats pour la mémorisation (milieu magnétique) doivent présenter une aimantation rémanente suffisante, une inversion rapide de l'aimantation et une coercivité suffisamment élevée pour résister aux effacements dus aux effets des champs démagnétisants mais toutefois limitée, pour permettre ainsi d'autres enregistrements [Guittoum, A, 2008]. Parmi ces matériaux, on peut citer les matériaux granulaires, du type Fe_2O_3 et les alliages à base de Co (CoNiP, CoCrPt, ...) déposés en couches minces [Givord, D, 2000].

I.3.1.5 Processus d'aimantation :

La réduction des dimensions des objets conduit à des processus de retournement de l'aimantation, totalement différents de ceux rencontrés dans les matériaux massifs et les films minces, [Lu, K, 1996].

En effet, dans le cas d'une particule de très grande taille (taille micrométrique) qui comporte plusieurs domaines magnétiques, comme montré sur la figure I.6, le retournement s'effectue par le déplacement des parois de domaines. Cela conduit à un champ coercitif élevé. Or, dans une paroi, les moments magnétiques changent progressivement d'orientation pour passer de la direction d'un domaine à celle du voisin.

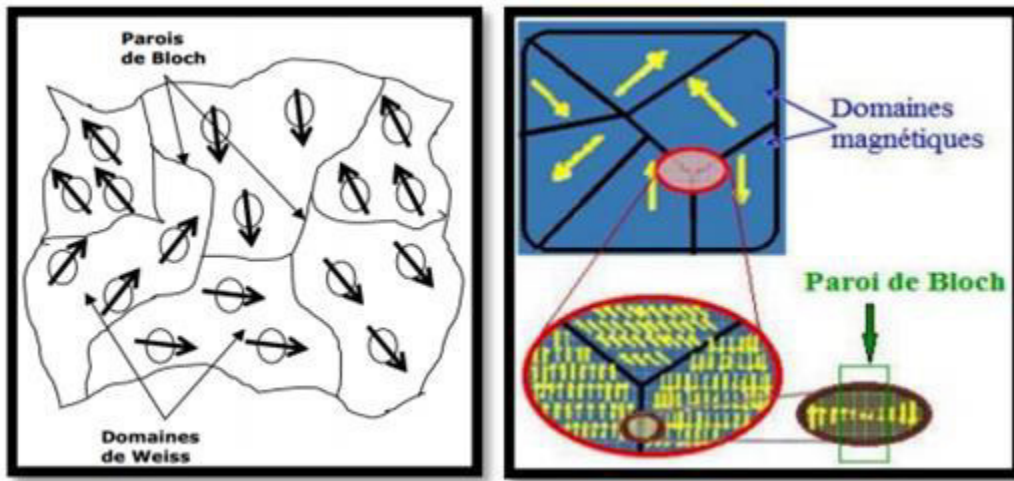


Figure .I .6 : Domaines magnétiques à l'intérieur d'un matériau ferromagnétique.

[Google, 2018]

I.4 Généralités sur le Fer et l'Aluminium

Les alliages nanostructurés Fe-Al acquièrent de plus en plus les intentions de chercheurs en raison de leur propriétés intéressantes tels que : aimantation à saturation élevée et faible coercivité. Le faible coût de fabrication, la faible densité (entre 5.4 g/cm³ et 6.7 g/cm³ selon % at. Al), résistivité électrique élevée (130–170 $\mu\Omega/cm$), bonne résistance au frottement, oxydation élevée et résistance à la corrosion aux hautes températures les rendent attractifs pour de nombreuses applications technologiques [Zhang, X, 2000].

I.4 .1 Les propriétés du Fer et Aluminium

Le fer et l'aluminium sont deux éléments chimiques qui possèdent des propriétés physiques et chimiques différentes. Les principales propriétés de ces deux éléments qui nous intéressent sont résumées dans le tableau I. 2. [Hauk, V ,1997 ; Scherrer, P ,1912].

<i>Propriétés</i>	<i>Fer</i>	<i>Aluminium</i>
Numéro atomique	26	13.
Série chimique	Métaux de transition ductile	métal pauvre.
Structure cristallin	Cubique centré	Cubique à face centré
Groupe, période	8, 4	13, 3 .
Masse volumique	7,874 g.cm ⁻³ à (20°C)	2,6989 g.cm ⁻³
Couleur	Blanc argenté, reflets gris.	Blanc lustre métallique
Rayon atomique : (calc) 140 pm (156 pm).	140 pm (156 pm)	125 pm (118 pm).
Conductivité électrique	9,93.10 ⁶ S.m ⁻¹	37,7.10 ⁶ S.m ⁻¹
Conductivité thermique	80,2 W.m ⁻¹ .K ⁻¹	237W.m ⁻¹ .K ⁻¹
Point de fusion (°c)	1538	660,323
Électronégativité(Pauling)	1,83	1 ,61
Etat magnétique	Ferromagnétique	Paramagnétique

Tableau .I.2 : Les principales propriétés du Fer et l'Aluminium.

[A. Djekoun et al., 2006]

I.4 .2 Diagramme de phase des alliages FeAl

Le diagramme d'équilibre des phases du système binaire Fe-Al est présenté sur la figure I.7. Du côté gauche de diagramme on peut voir que la solubilité d'Al en Fe est dans la gamme de plusieurs pourcent. A partir de 12 % d'Al des phases intermétalliques se produisent. Au contraire, la solubilité du fer dans l'aluminium est près de zéro, et qui a comme conséquence une formation rapide des phases interfaciales quand du fer est dissous

dans l'aluminium. Selon la teneur en aluminium les phases Fe_3Al , $FeAl$, $FeAl_2$, Fe_2Al_5 et $FeAl_3$ sont formées respectivement.

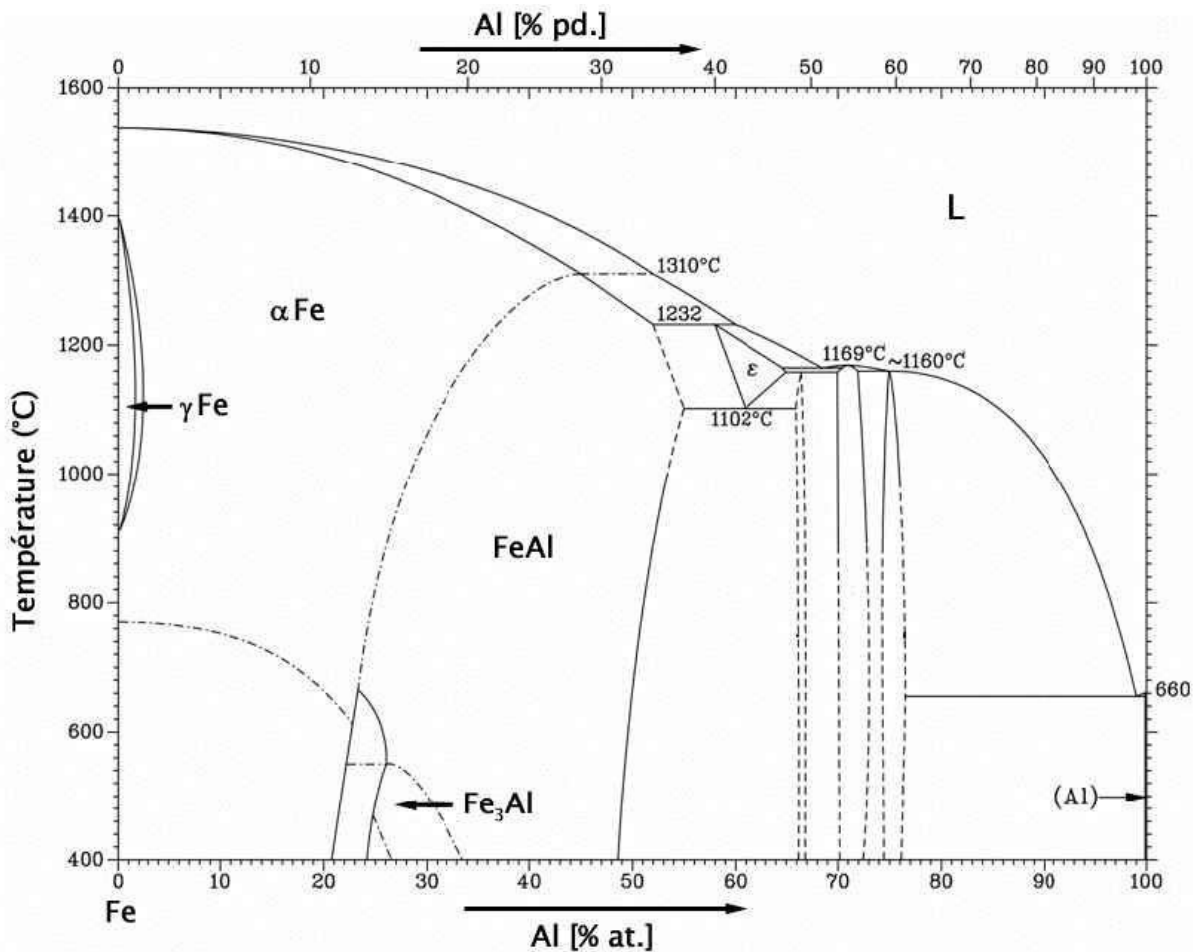


Figure .I .7 : Diagramme de phases du système Fe-Al.

I.5 Conclusion

Les nanomatériaux sont l'une des technologies les plus importantes aujourd'hui et à l'avenir et est à la pointe des domaines les plus importants dans tous les domaines de la science, car il est important d'améliorer Produits, traitement de la maladie et service humain dans tous les domaines de la vie, ainsi que En tant que futur étudiant en sciences en physique, chimie, biologie, ingénierie et autres.

Par conséquent, les propriétés uniques des nanomatériaux doivent être utilisées pour créer des innovations.

Les inventions qui profitent à l'humanité dans les domaines de la paix, accélèrent et facilitent la vie et éliminent maladies malignes qui n'ont pas reçu de traitement radical et de nombreux autres services. [**R. Anderson ; S.J. Klepeis,2005**]

Des études sont en cours dans différents laboratoires pour caractériser ces matériaux et améliorer les procédés d'élaboration. [**A. Djekoun et al., 2006**]

Ce premier chapitre est consacré :

- À l'intérêt des nanomatériaux réside dans leurs propriétés singulières vis à vis des matériaux massifs correspondants, ce qui les rendent très attractifs pour différentes applications en optique, électronique, catalyse, magnétisme etc. [**A. Djekoun et al., 2006**]
- Les procédés mécaniques utilisés pour produire ces nanomatériaux et leurs propriétés magnétiques et le principe d'excellence et l'utilisation de ces matériaux dans les différents domaines.

A decorative horizontal scroll graphic with a black outline and a white fill. The scroll is unrolled in the middle, with the top and bottom edges curving upwards at the ends. The text is centered within the unrolled portion. There are green brackets on either side of the text.

Chapitre II
Procédure expérimentale

Introduction

Ce chapitre est consacré, dans une première partie, à la présentation de la méthode d'élaboration de nos échantillons, la mécanosynthèse en l'occurrence.

Dans la seconde partie, nous présentons de façon plus détaillée l'intérêt, le principe de fonctionnement et la description du dispositif expérimental de chaque technique de caractérisation utilisée. Pour déterminer la nature des phases présentes dans l'échantillon, leur structure, leurs paramètres de maille et la proportion de chaque phase, on utilise la Diffraction des Rayons X (DRX), et on utilise une autre méthode de caractérisation pour en savoir plus sur le comportement magnétique de notre échantillon par le Magnétomètre à Echantillon Vibrant (VSM). [R. Anderson ; S.J. Klepeis]

II. 1. Synthèse des nanopoudres

II.1.1 Préparation des échantillons

Dans le cadre du travail présenté ici nous avons étudié un alliage de type Fe-Al avec un pourcentage de 70% de fer et 30% d'aluminium, pesée dans une balance analytique OHAUS de grande précision. Notons que les poudres de départ étaient toutes de pureté appréciable (Fe= 99,5% et Al= 99%), mais de granulométrie variable de l'ordre 7 μ m pour le fer et 25 μ m pour l'aluminium.

Le mélange de poudres obtenu a été introduit dans la jarre, qui contient cinq billes en acier inoxydable de 10 mm de diamètre et de 7 g de masse. La jarre est alors scellée par un couvercle muni d'un joint circulaire d'étanchéité en téflon. Ce joint permet de maintenir l'étanchéité de la jarre pendant le broyage et évite le contact entre l'atmosphère extérieure et la poudre lors du traitement mécanique.

Il est important de relever que cette opération s'est produite dans une boîte à gants de type Plas-Lab Inc 850 NB EXP (Figure II .1) et a nécessité un pompage primaire initial et une injection de gaz neutre, l'argon en l'occurrence, dont le flux est maintenu constant et continu jusqu'à ce qu'on soit sûr que l'atmosphère régnant dans les jarres est inerte et ce n'est qu'à la fin de ce processus que ces dernières sont soigneusement fermées à l'aide des serres joints et par la suite, transférées de la boîte à gants vers le broyeur pour être fixées sur le support de rotation.

II. 1. 2. Description de la boîte à gants



Figure II.1 : boîte à gants

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

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

II.1.3 Elaboration des échantillons par mécanosynthèse

L'élaboration de nos alliages a été réalisée au laboratoire de Physicochimie des Matériaux de l'Université Chadli Bendjedid, El-Tarf par un broyeur planétaire de type Retsch PM400 (figure II.2). Celui-ci est constitué d'un disque sur lequel est fixée quatre jarres en acier inoxydable d'une capacité de 250 ml chacune et pouvant accueillir jusqu'à 14 billes de broyage de 20 mm de diamètre. La vitesse librement sélectionnable de 30 à 400tr/min associée au diamètre de 300mm de la grande roue solaire garantit un apport énergétique important et une excellente finesse en un minimum de temps.



Figure II.2 : Broyeur planétaire Retsch PM400.

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

Le plateau est équipé d'une roue qui tourne avec une vitesse angulaire Ω sur laquelle quatre récipients de broyage tournent autour de leurs axes symétriques, avec une vitesse ω dans la direction opposée. Les forces exercées sur la bille dans le récipient de broyage sont les suivantes:

- (1) Les forces centrifuges vers le centre de la roue et vers le centre du récipient de broyage.
- (2) Le frottement résultant des interactions entre la bille et le pourtour du récipient.
- (3) La gravité.

Chaque fois que deux billes de broyage entrent en collision bille-bille et bille-paroi., elles coincent des particules de poudre, et grâce aux phénomènes physiques, la fragmentation de la poudre prend effet. [E. Gaffet et al., 1993]

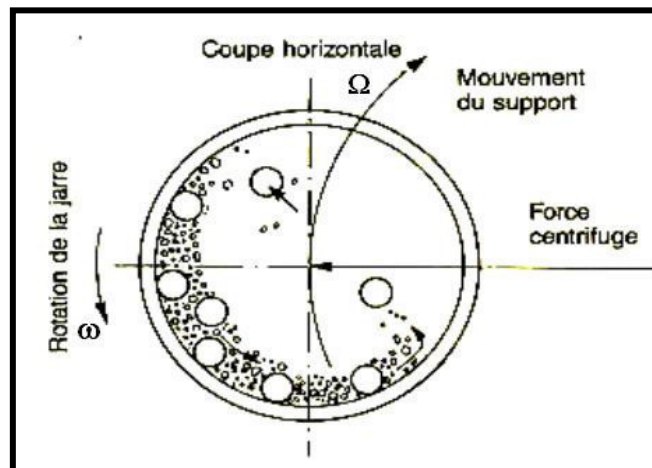


Figure II.3 : mouvement des billes à l'intérieur des jarres

II.1.4. Conditions expérimentales de la mécanosynthèse de nos produits

Le mélange de poudre de composition nominale $Fe_{70}Al_{30}$ (% massique) a été broyé pendant 2h, 3h et 4 heures en considérant une vitesse de rotation de jarre est de 350 trs/min. Le broyage a été réalisé en plusieurs cycles d'une heure interrompus toutes les 30 min afin d'éviter l'augmentation de la température à l'intérieur des jarres.

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

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

Tableau II.1 : Paramètres de broyage d'alliage $Fe_{70}Al_{30}$.

II.2. Techniques de caractérisation

Pour une meilleure caractérisation de nos échantillons, nous avons utilisé deux techniques à savoir, la diffraction des rayons X (DRX) et la magnétométrie à échantillon vibrant (VSM). Ces deux caractérisations ont été effectuées à la température ambiante. Nous allons successivement les présenter, de manière succincte.

II. 2. 1. Analyse par diffraction des rayons X

La diffraction de rayons X est une technique d'analyse permettant de déterminer la structure cristalline des matériaux aussi bien sous forme de matériaux massifs, de poudres ou de couches minces. L'intérêt de cette technique pour l'étude de l'état solide vient du fait que ces radiations électromagnétiques ont des longueurs d'onde de l'ordre de l'angström, c'est-à dire de l'ordre de grandeurs des distances interatomiques dans la matière à l'état condensé. [F. Denarles et., C. Duval., 1962]

Pour cette étude en utilise le Diffractomètre Bruker D8 Advance connecté à un microordinateur dont une vue d'ensemble est montrée sur la (Figure II.4).



Figure. II.4. Diffractomètre Bruker D8 Advance

II. 2. 1.1. Principe de la technique

Les rayons X sont des rayons électromagnétiques ayant des propriétés très proches de celles de la lumière (ils peuvent être réfléchis, réfractés et polarisés), ils sont produits par l'interaction d'électrons avec une cible métallique. Les électrons sont émis par un filament chauffé par effet Joule (électrons thermiques). Ces électrons sont accélérés par une différence de potentiel et dirigés vers une cible métallique (anode ou anticathode). La production de photons X est due à la décélération rapide des électrons lors de leur impact sur la cible. Remarquons que le rendement de production des rayons X est faible, typiquement de l'ordre de 0,2% ; le reste de l'énergie se dissipe sous forme de chaleur. Il est donc nécessaire d'évacuer cette chaleur (nécessité d'un système de refroidissement) et d'utiliser des matériaux de cible bons conducteurs thermiques et de point de fusion élevé (métaux réfractaires : tungstène, molybdène ou très bons conducteurs : cuivre).

La source de rayons X est un tube sous vide, ou «tube de Coolidge» (figure II.5), muni d'un dispositif permettant de ne sélectionner qu'une seule longueur d'onde (filtre, monochromateur) ; on travaille en monochromatique.

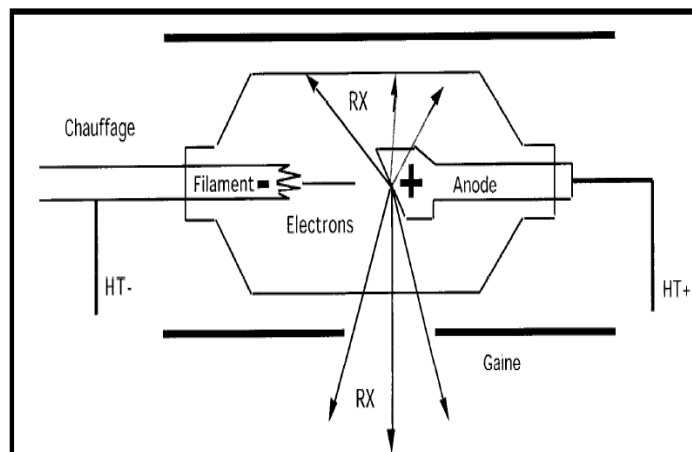


Figure II.5 : Schéma d'un tube à rayons X. HT = Haute Tension et RX = Rayons X émis par l'anode. [Google, 2018]

Dans le cas d'une rencontre avec un atome, ce sont tous les électrons entourant cet atome qui entrent en oscillation. Chaque atome d'un cristal est donc le centre d'une onde sphérique dont l'intensité est proportionnelle au nombre d'électrons. Ces ondes sphériques interfèrent les unes avec les autres, c'est-à-dire que leur intensité se

renforce suivant certaines directions de l'espace et s'annule dans d'autres directions. Ce sont ces interférences constructives et destructives entre ces ondes sphériques qui sont à l'origine du phénomène de diffraction des rayons X par le cristal.

En effet, pour que les ondes réfléchies soient en phase au moment où elles atteignent le détecteur (Figure II.6), il faut que les divers trajets parcourus par radiation soient égaux à un nombre entier n de longueur d'onde λ . Considérons les trajets parcourus par les rayons frappant les atomes O et B. la différence de parcours (A, B, C) entre les rayons frappant les deux atomes est égale à $2d \sin \theta$. L'intensité lumineuse sera donc maximum pour un angle d'incidence θ satisfaisant à l'équation suivante (loi de Bragg) : [M. Kezrane,2013]

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

Dans cette équation :

n : est un entier positif ($n=1, 2, 3, \dots$).

θ : représente l'angle formé entre la radiation incidente et la famille des plans diffractant.

d : la distance réticulaire

Les paramètres de maille sont reliés aux indices de Miller (hkl) et à la distance réticulaire d par la relation qui dépend de la structure cristalline. Par exemple, pour une structure cubique de paramètre de maille a :
$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}}$$

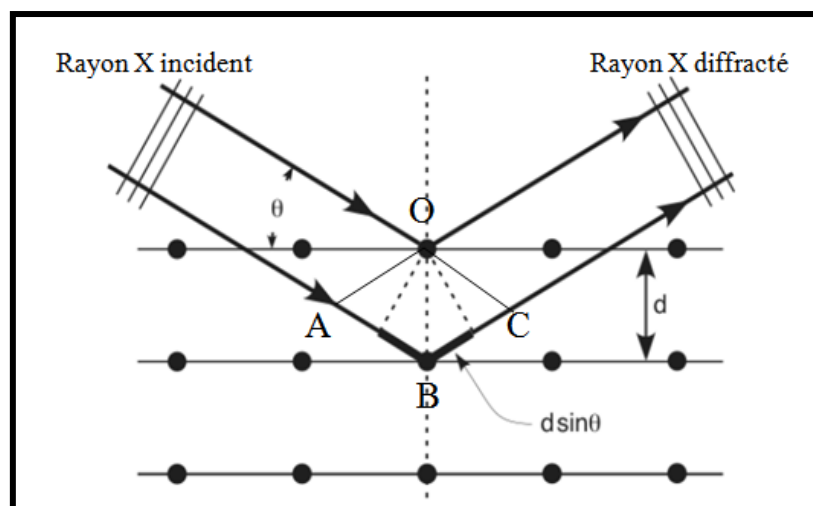


Figure .II.6 : Représentation schématique du processus de diffraction des rayons X

II. 2. 1.2. Dispositif expérimental

Le diffractomètre utilisé est muni d'un goniomètre vertical de mode θ - θ (Figure II.7). Ce mode permet de travailler en gardant l'échantillon immobile et faire varier symétriquement la position du tube à rayon X et du détecteur d'un angle θ . L'appareil est muni d'un codage optique permettant la lecture directe de la position angulaire sur le bras du goniomètre. Il permet de balayer une gamme d'acquisition comprise entre 10° et 140° avec une précision angulaire absolue de 0.025° .

Ce diffractomètre est muni d'un tube à rayon X avec une anticathode en cuivre, d'un filtre de nickel.

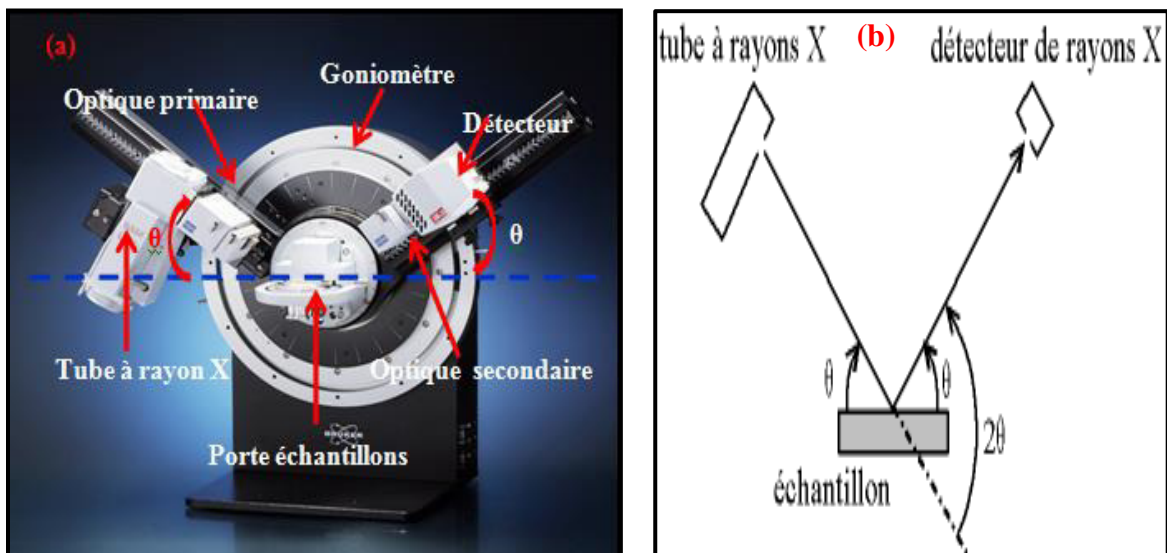


Figure II.7. Configuration du goniomètre en mode θ - θ : (a) goniomètre utilisé (b) principe

II.2.1.3 Calcul des paramètres cristallins

Il existe un diffractogramme unique pour chaque phase cristalline car la position des raies est liée directement à la dimension de la maille cristalline et l'intensité est influencée par la nature et l'arrangement des atomes dans le cristal. [Broll, N, 2004]

De plus, le processus de broyage produit soit une compression, soit une dilatation de la maille, ce qui fait que les atomes sont placés en dehors de leur position d'équilibre,

témoignant de la grande quantité d'énergie emmagasinée par la poudre au cours du broyage. [Bergheul, S, 2006]

A l'aide de la relation exprimant la distance interréticulaire, d , en fonction des indices de Miller (hkl) et de la loi de Bragg (Eq. II.1), il est possible de calculer les paramètres de maille des réseaux cristallins dans le cas de systèmes cubiques [Suryanarayanan et al, 1985]:

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

où a est le paramètre de maille et (hkl), les indices de Miller pour le plan considéré.

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

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

II.3.1.4. Calcul de la taille des grains

P. Scherrer est le premier à énoncer que l'élargissement des raies de diffraction est dû principalement à la taille des cristaux [Young, R. A ; Wiles, D. B , 1982].

Par ailleurs, F. Bertaut propose de décrire le matériau comme un ensemble de Domaines Cohérents de Diffraction (DCD) à l'intérieur des particules. [Novikov, V. 2002 ; Hauk, V , 1997]

La méthode de P. Scherrer et la théorie de F. Bertaut ont souvent été vérifiées sur des matériaux bien recristallisés dont la taille des cristaux ne dépassait pas quelques dizaines de nanomètres. La présence de défauts cristallins se traduit par une distribution des distances réticulaires autour de la distance moyenne, entraînant un élargissement des pics de diffraction.

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

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

D:taille moyenne de cristallites.

λ : Longueur d'onde des rayons X.

θ : Angle de diffraction de Bragg.

K : constante ($K=0.9$).

β : est la largeur à mi-hauteur de la raie.

La **figure II.8** propose un exemple de pic de diffraction X.

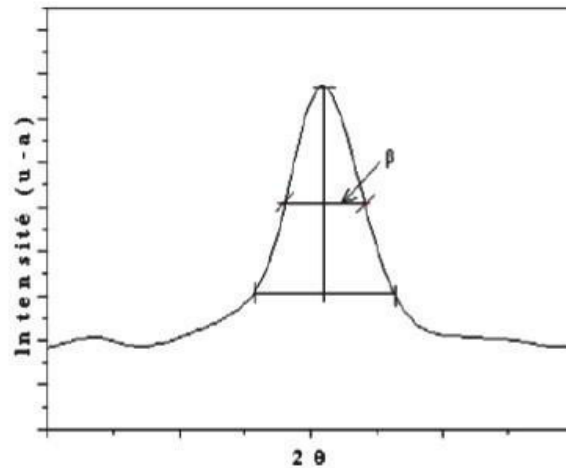


Figure. II.8 : Illustration d'un pic de DRX.

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

II.2.2.1. Intérêt

Le comportement magnétique des différents échantillons est étudié en traçant des cycles d'hystérésis qui caractérisent les variations de l'aimantation statique en fonction du champ magnétique appliqué, M (H), collectées au moyen d'un magnétomètre à échantillon vibrant (VSM), dont une vue d'ensemble est montrée sur la figure II.9.

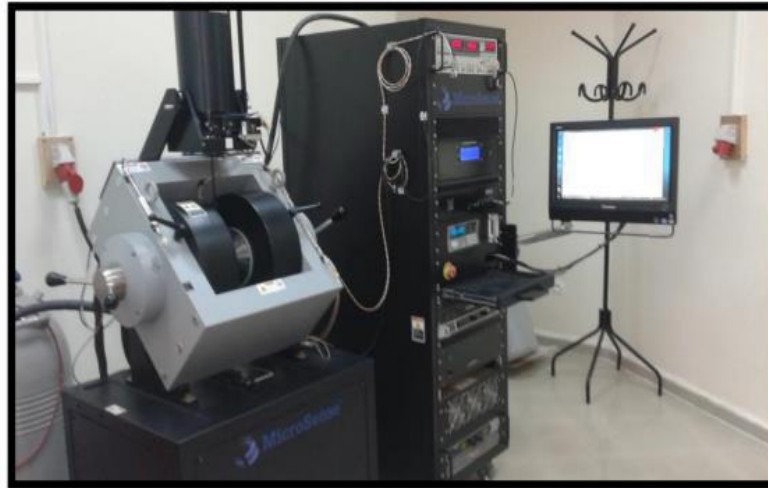


Figure II.9 : Magnétomètre à échantillon vibrant MICROSENSE de modèle EV7.

[<http://www.microsense.net>]

A partir de ces cycles, on peut accéder à différents paramètres magnétiques importants qui caractérisent l'échantillon, à savoir l'aimantation à saturation (M_s), l'aimantation rémanente (M_r) et le champ coercitif (H_c).

II.2.2.2.Principe de la technique

Le schéma de principe du magnétomètre est illustré sur la figure II.10.

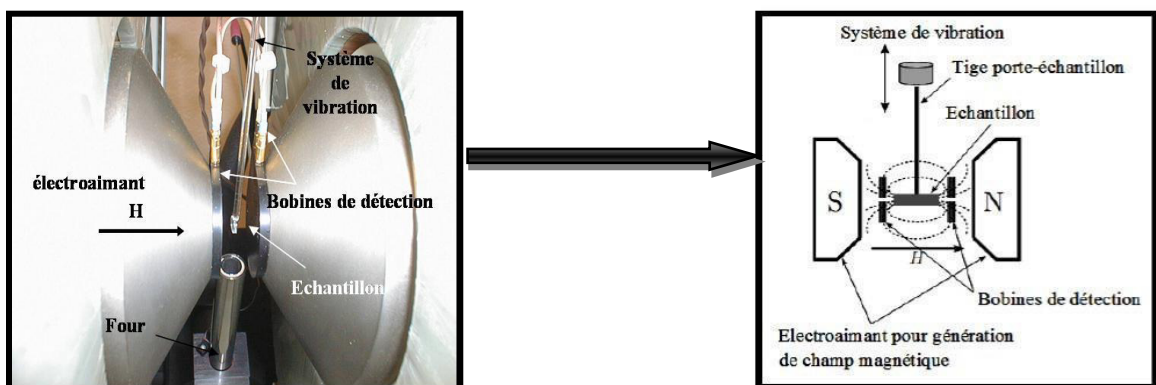


Figure II.10 : Schéma simplifié du principe de la mesure par VSM. [<http://iramis.cea.fr>]

L'échantillon est placé au bout d'une tige en quartz et positionné au centre d'un bobinage produisant un champ magnétique. On varie progressivement le champ magnétique appliqué H , ce qui permet d'aimanter l'échantillon. Ensuite, on fait vibrer

l'échantillon aimanté à une fréquence déterminée, ceci produit un flux magnétique variable avec le temps à travers les bobines. En vertu de la loi de Faraday, ce flux variable induit dans les bobines un courant i dont l'intensité est proportionnelle au moment magnétique total μ de l'échantillon. On obtient ainsi une courbe μ en fonction de H . L'aimantation de l'échantillon, M , est obtenue en divisant ce moment μ par la masse de l'échantillon ($M = \mu$ (emu)/m(g)). [<http://iramis.cea.fr>]

II.2.2.3. Equipement utilisé

Les mesures de cycles d'hystérésis à température ambiante des échantillons nanocristallins, $\text{Fe}_{70}\text{Al}_{30}$ sont effectuées à l'aide d'un magnétomètre à échantillon vibrant de modèle EV7(Figure II.9.) , équipé d'un générateur de tension qui est relié à un amplificateur ,d'un électroaimant formé de 480 spires ,d' un tesla-mètre relié à une sonde à effet de Hall, d'un oscilloscope numérique de marque Microsense et appartenant à laboratoire de Physicochimie des Matériaux d'Université Chadli Bendjedid, El-Tarf .

La gamme de champ balayé, H_{app} , est comprise entre -18 k Oe et +18 k Oe, permettant de déduire les valeurs du champ coercitif, de la rémanence et du moment de saturation.

II.3. Conclusion

Dans cette étude, nous avons pour ambition de synthétiser de nouveaux nanomatériaux, ayant des propriétés améliorées par rapport à celles prévalant pour leurs équivalents plus massifs.

Notre choix s'est porté sur un alliage binaire ($\text{Fe}_{70}\text{Al}_{30}$), la raison principale étant la qualité présumée de leurs propriétés magnétiques et donc, de leurs applications potentielles.

Dans un premiers temps, nous avons synthétisé nos produits en utilisant un broyeur mécanique de haute énergie et en faisant varier le temps de broyage.

Dans un deuxième temps, nous avons caractérisé nos échantillons en adoptant de multiples techniques, telles que la Diffraction X, et la Magnétométrie à échantillon vibrant. [Novikov, V, 2002]

A decorative horizontal scroll graphic with a black outline and a white fill. The scroll is unrolled in the middle, with the top and bottom edges curving upwards at the ends. The text is centered within the unrolled portion. There are green brackets on the left and right sides of the text area.

Chapitre III
Résultats et Discussions

Introduction

Ce chapitre est consacré à l'étude structurale, microstructurale et magnétique du mélange de poudres nanostructurées $\text{Fe}_{70}\text{Al}_{30}$ élaborées par mécanosynthèse en différents temps de broyage.

III.1 Caractérisation des poudres par diffraction des rayons X

Pour étudier les propriétés structurales des poudres nanostructurées $\text{Fe}_{70}\text{Al}_{30}$ nous avons utilisé la diffraction des rayons X (DRX). Les expériences ont été réalisées à l'aide d'un diffractomètre de type Bruker D8 Advance.

III.1.1 Propriétés structurales de l'alliage $\text{Fe}_{70}\text{Al}_{30}$

La figure III. 1, représente la superposition des spectres de diffraction des poudres élaborées par différents temps de broyage. De diffractogramme du mélange initial est aussi donné pour comparaison.

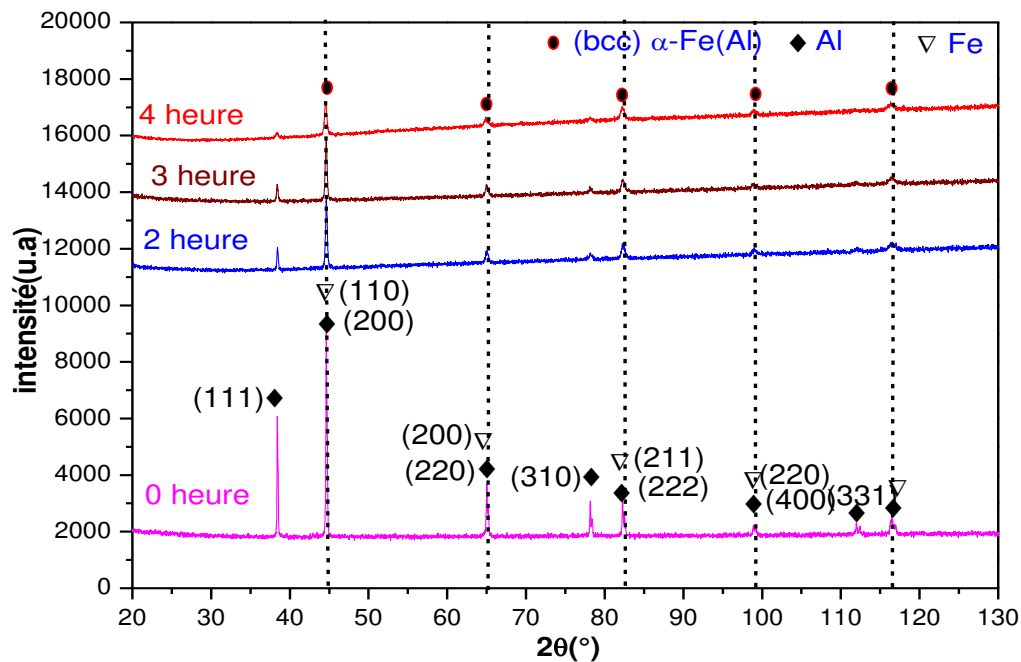


Figure III. 1 Evolution des diffractogrammes des rayons X de la poudre du $\text{Fe}_{70}\text{Al}_{30}$ en fonction du temps de broyage.

Le spectre relatif à échantillon non broyé (0 h) révèle la présence de tous les pics caractéristiques du fer (110), (200), (211) et (220) correspondants à la structure cubique centré (cc) et de l'aluminium (111), (200), (220), (222) et (400) correspondant à la structure cubique à faces centrées. L'indexation des spectres a été faite en faisant référence aux fiches ASTM du fer et de l'aluminium.

A partir de 2 h et 3 h de broyage, nous avons remarqué que les pics de diffraction s'élargissent de façon progressive indiquant ainsi une diminution continue de la taille des grains introduction des contraintes internes.

Après 4 h de broyage, nous n'avons observé que les pics de diffraction correspondants au Al disparaissent complètement alors que les pics de Fer sont décalés légèrement vers les petits angles. Ceci prouve que les atomes d'Al se sont dissous dans la matrice de Fe donnant lieu à la formation de la solution solide Fe(Al), C'est cohérent avec la formation de solution solide due que le rayon atomique de Al (0,143 nm) est grand comparé à Fe (0,12405 nm). Celle-ci a été identifiée comme étant la phase α FeAl de structure cubique centrée (cc) (figure III. 2). Le petit décalage angulaire des pics de diffraction est associé au premier ordre de contraintes internes induit par le broyage et qui modifie le paramètre de maille.

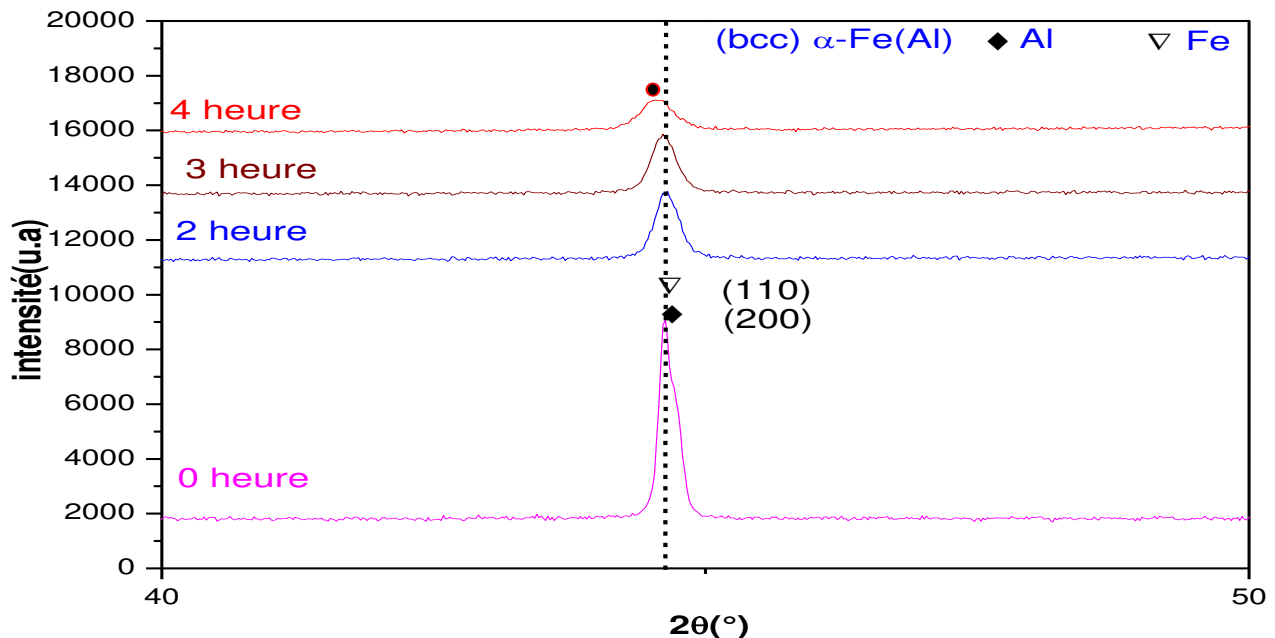


Figure III. 2 : Superposition de la réflexion de Bragg de l'intense (110) pour les différents temps de broyage.

III.1.1.1 Variations de la taille moyenne des cristallites

Nous avons calculé le paramètre de maille, a (Å), pour tous les échantillons en utilisant la relation relative au réseau cubique (pour la structure cubique centré, $h+k+l$ doit être pair) qui s'écrit sous la forme suivante:

$$a = d_{hkl} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (\text{III.1})$$

Avec (h, k, l) sont les indices de Miller et d_{hkl} est la distance interarticulaire. Ce calcul a été fait en considérant le pic le plus intense (110) correspondant à la phase α - Fe(Al) pour l'alliage Fe₇₀Al₃₀. L'évolution de paramètres de maille, a (Å), en fonction du temps de broyage est illustrée dans la figure III. 3. Nous avons remarqué une légère augmentation du paramètre de maille en fonction du temps de broyage. En effet, sa valeur augmente de 0.2858 nm pour le fer non broyé jusqu'à 0.2864 nm après 4 h de broyage.

Généralement, l'augmentation de paramètre de maille avec le temps de broyage est attribuée à la formation de la solution solide et est due à la diffusion des atomes d'Al dans la matrice de Fe.

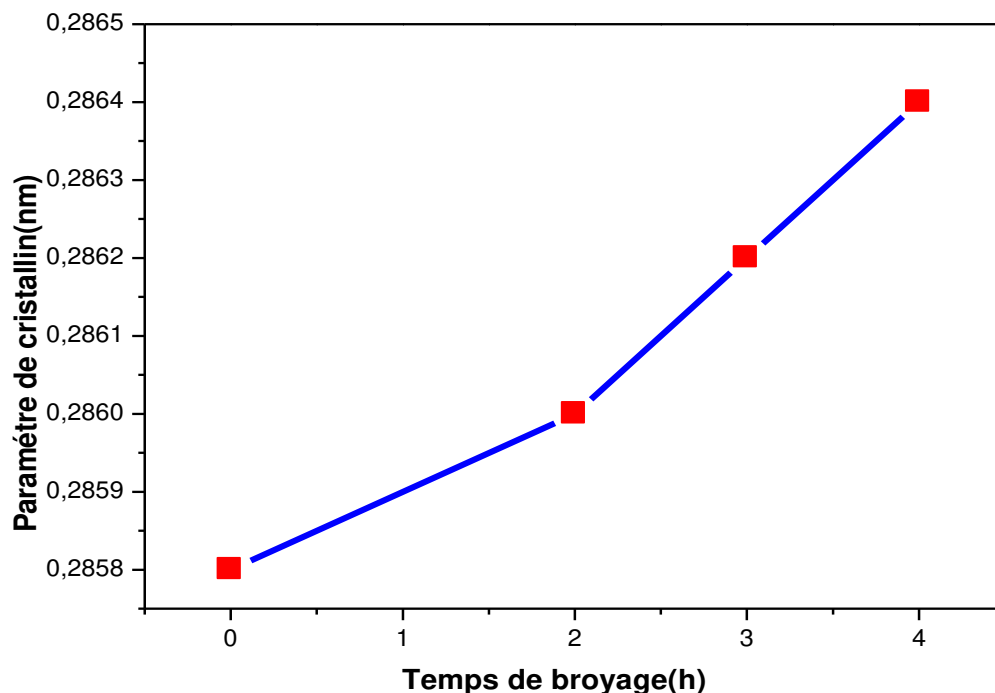


Figure III. 3 : Evolution du paramètre de cristallin en fonction du temps de broyage.

III.1.2 Etude microstructurales

La figure III. 4, montre la variation de la taille moyenne des grains, $\langle D(\text{nm}) \rangle$, en fonction du temps de broyage. Il est bien claire que la valeur de la taille moyenne des cristallites, décroît de 43,74 nm (0 h) jusqu'à 28,09 nm après 4 h de broyage. La diminution de $\langle D(\text{nm}) \rangle$ est due à un choc de haut énergie ou l'impact broyage à grande énergie est intensifié suite à un choc billes - billes et billes- parois à l'intérieur des jarres.

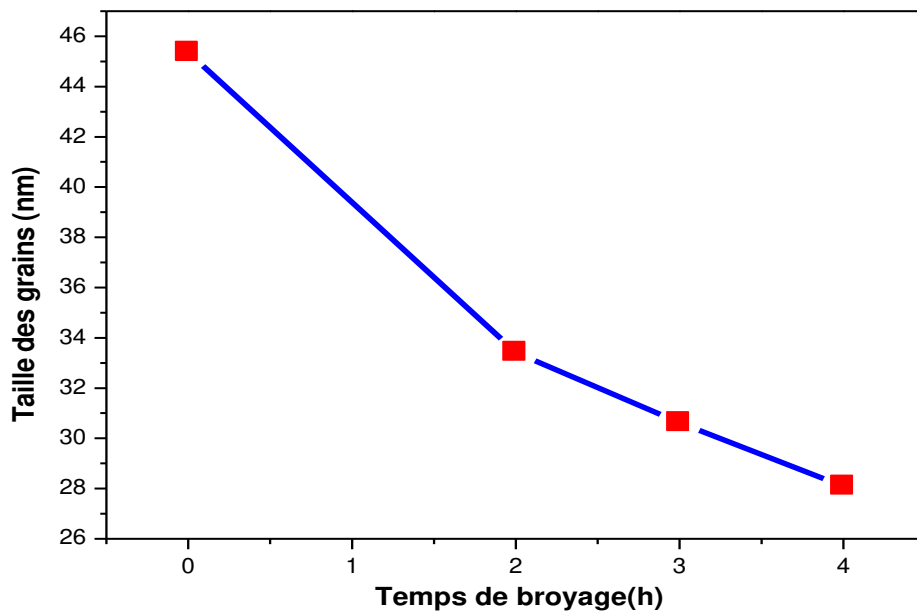


Figure III. 3 : Evolution de la taille des grains en fonction du temps de broyage

III.2. propriétés magnétiques

III.2.1 Cycles d'hystérésis

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

Quand les domaines ferromagnétiques sont tous orientés dans la direction du champ magnétique exciteur, cette valeur maximale M_s est appelée aimantation à saturation.

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

Lorsque la valeur de H continue à croître ou atteindre de nouveau l'aimantation à saturation du matériau au cours de la demi alternance suivante du champ magnétique excitateur, les mêmes étapes se produisent pour l'état instantané de l'aimantation du matériau, on décrit ainsi une boucle complète fermée sur elle-même est appelée boucle d'hystérésis. Remarquant que la surface de cette boucle représente physiquement l'énergie dépensée pour déplacer les parois des domaines ferromagnétiques et réorientes les moments magnétiques du matériau au cours d'un cycle complet du champ excitateur.

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

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

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

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

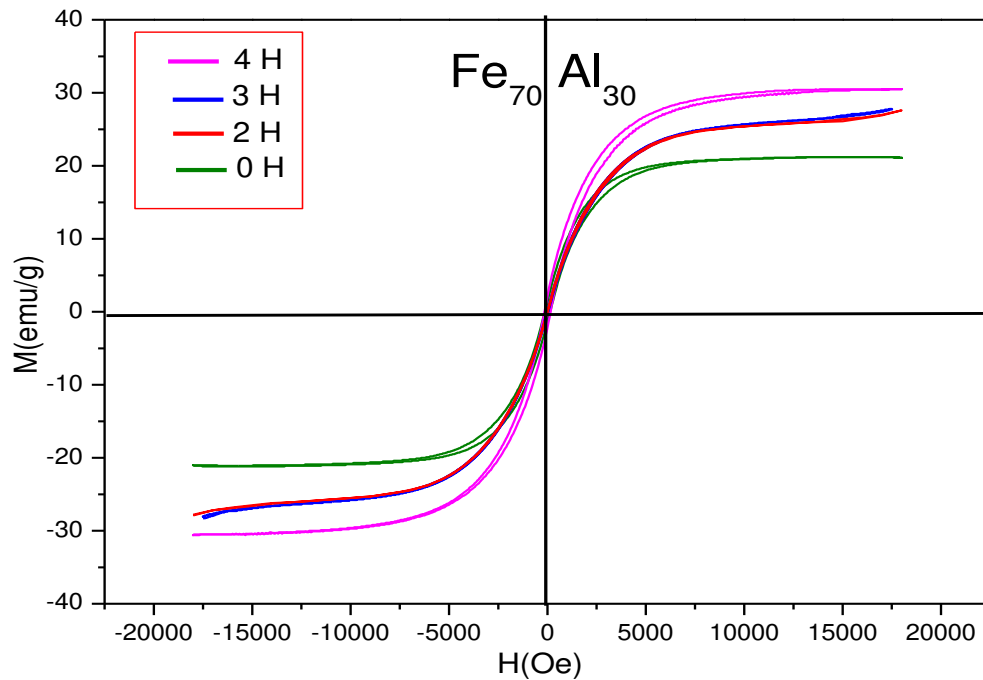


Figure III. 5 Courbes d'aimantation en champ parallèle (//) mesurée au VSM (Cycles d'hystérésis) des poudres $\text{Fe}_{90}\text{Al}_{30}$.

III.2.2 Champ coercitif

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

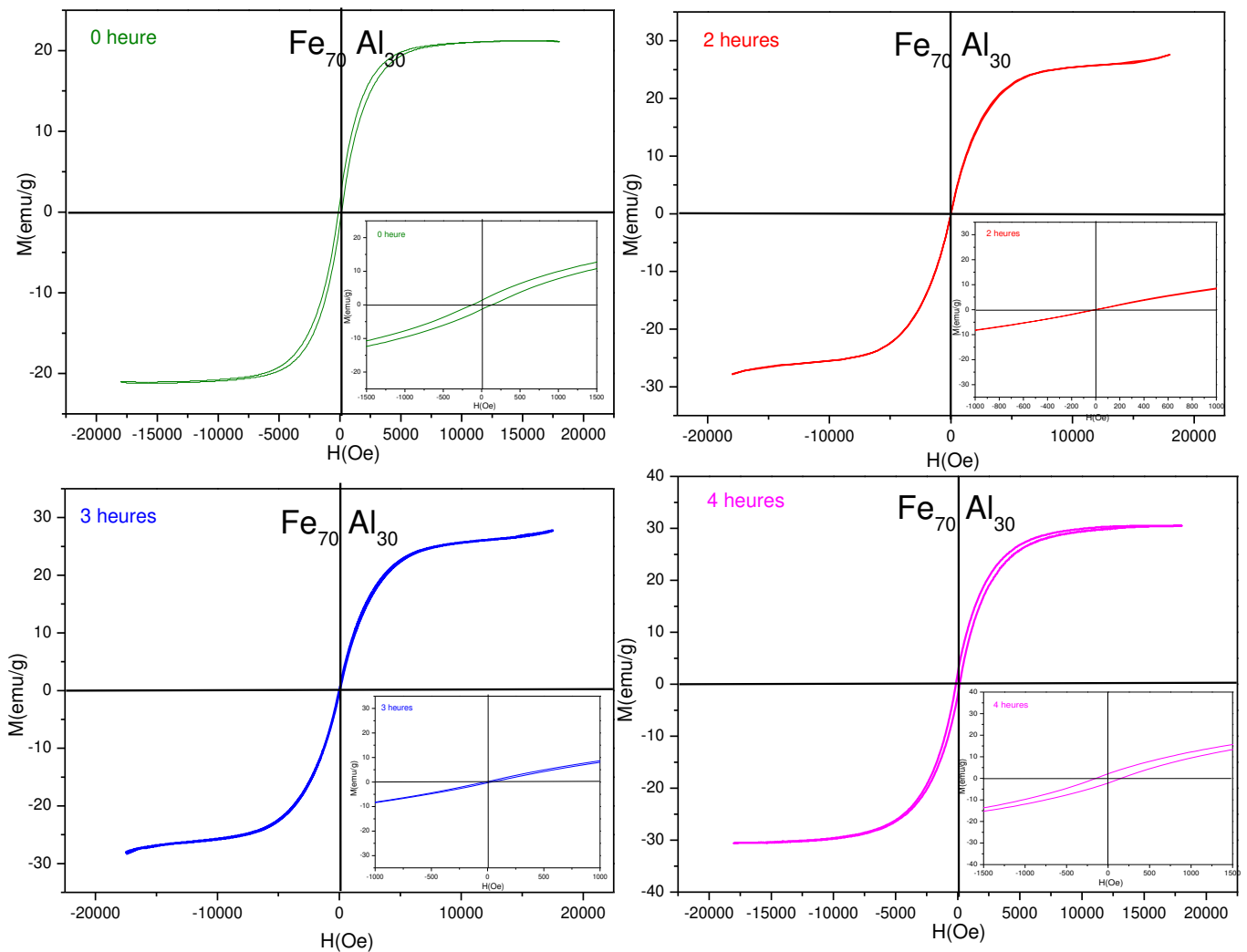


Figure III. 6 Courbes d'hystérésis enregistrées pour les échantillons broyés 0 ,2 ,3 et 4 heures, respectivement. Dans le détail est montrée la zone à bas champ, utilisé pour la détermination du champ coercitif.

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

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

La variation du champ coercitif en fonction du temps de broyage est représentée sur la figure III.7. On observe une diminution rapide jusqu'à 2 heures de broyage, suivie d'une augmentation pendant 3h et 4 heures de broyage jusqu'à atteindre une valeur de l'ordre de 171,33Oe.

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

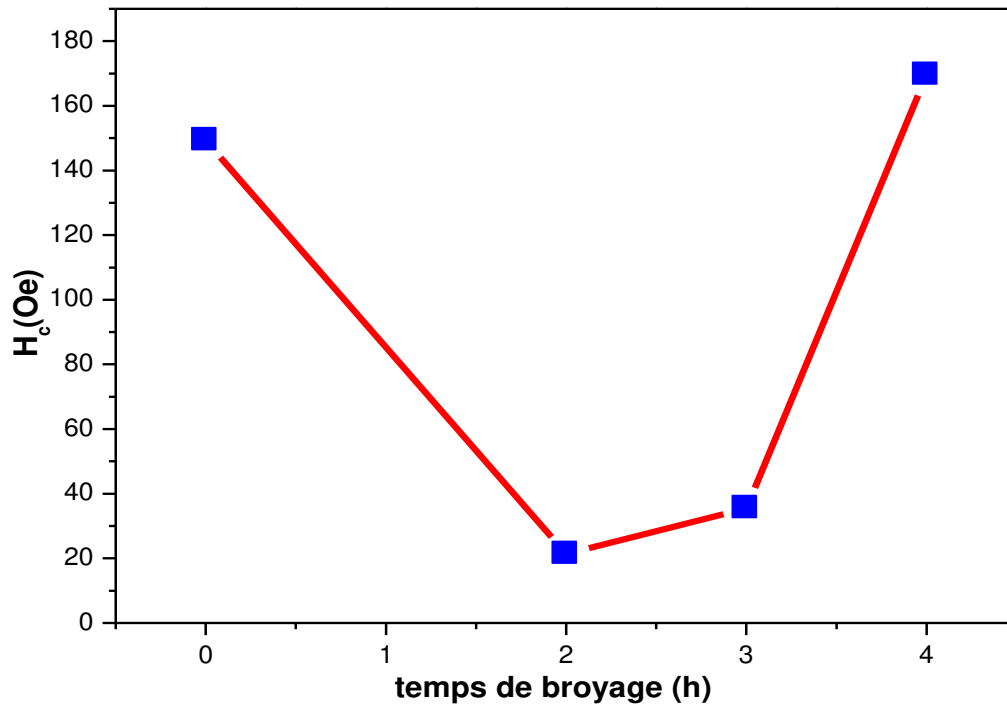


Figure III. 7 Variation de H_c en fonction du temps de broyage.

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

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

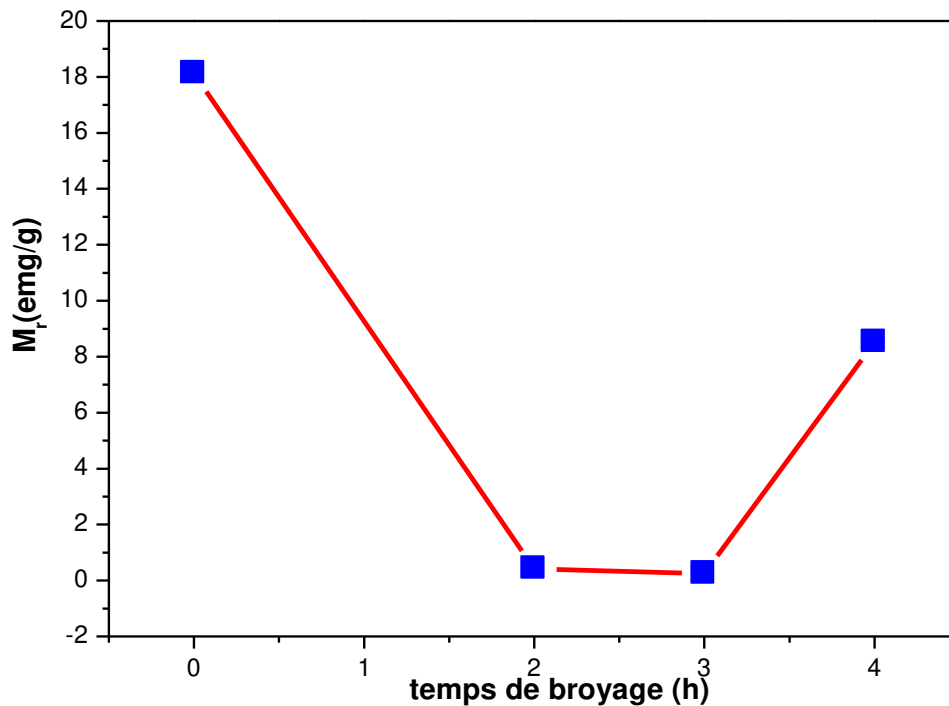


Figure III. 8 Variations de l'aimantation rémanente, M_r , pour $Fe_{70}Al_{30}$ en fonction de la durée du broyage.

La figure III.8 présente la variation de M_r en fonction du temps de broyage de notre matériau. On constate que M_r diminue de 1,98 emu/g après 2 h de broyage, puis reste presque constant pour 3h de broyage. Cette diminution de l'aimantation rémanente M_r est due aux différents défauts cristallins comme les lacunes, les interstices, les dislocations et l'augmentation des nombres et d'épaisseur des joints de grains qui altèrent le mouvement des parois des domaines magnétiques.

De plus, lorsque le temps de broyage est arrivé à 4 h, l'aimantation rémanente augmente qui peut être due à l'introduction et la dissolution des atomes de l'aluminium dans les atomes de fer ce qui a provoqué un accroissement de la pression dans la poudre de Fe-Al.

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

De manière générale, les propriétés magnétiques d'un matériau sont améliorées lorsque ses particules ont une taille réduite jusqu'à l'échelle nanométrique mais, en même temps, elles sont affectées négativement par l'existence de défauts et de micro-contraintes, apparaissant lors de processus de broyage

L'évolution de l'aimantation à saturation en fonction du temps de broyage (Figure III.9) présente une augmentation de l'ordre de 21,03emu/g jusqu'à 30,68emu/g pour 0 h et 4 h de broyage, ceci est attribué à l'augmentation du paramètre cristallin, à la diminution de l'anisotropie magnétocristalline, suite à une modification de la forme des cristallites et à la finalisation du processus d'obtention du binaire.

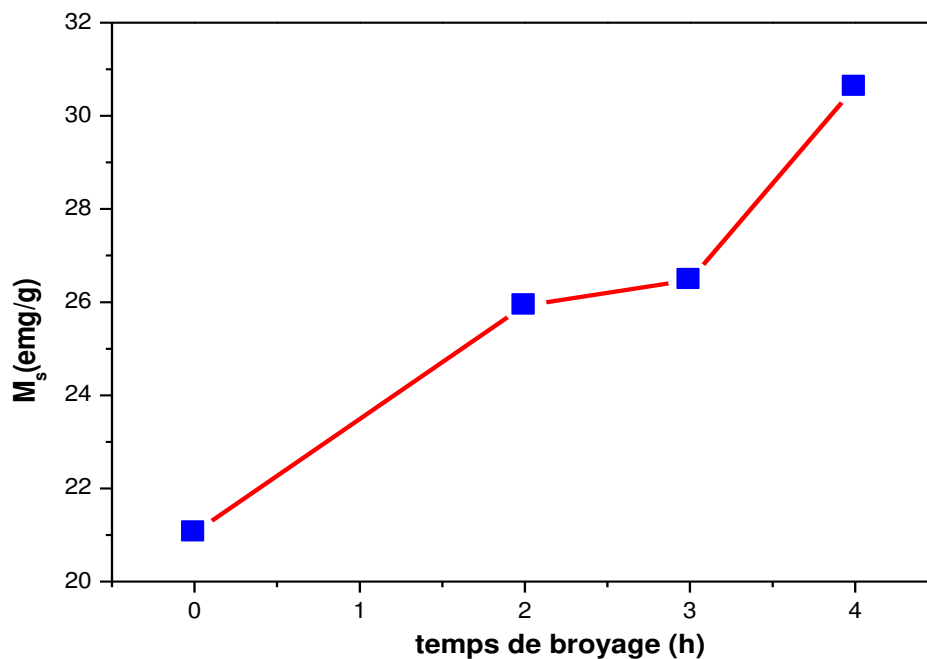


Figure III. 9 Variations de l'aimantation à saturation, M_s , pour $Fe_{70}Al_{30}$ en fonction de la durée du broyage.

III.3. Conclusion

Dans cette étude, nous avons pour ambition de synthétiser de nanomatériaux, ayant des propriétés améliorées par rapport à celles prévalant pour leurs équivalents plus massifs.

Dans un premiers temps, nous avons synthétisé nos produits en utilisant un broyeur mécanique de haute énergie et en faisant varier le temps de broyage.

Dans un deuxième temps, nous avons caractérisé nos échantillons en adoptant deux techniques, telles que la Diffraction X et la Magnétométrie à échantillon vibrant

Les résultats les plus probants que nous avons obtenus sont divers et variés, nous allons les résumer :

- A partir des spectres DRX, nous avons suivi la formation de l'alliage $\text{Fe}_{70}\text{Al}_{30}$ en fonction de la durée de broyage, l'évolution du paramètre de cristallin (augmentation et atteint une valeur de 0.2864 nm) et de la taille des grains (diminution jusqu'à une valeur de 28,09 nm) après 4 heures de broyage.
- L'étude des propriétés magnétiques par magnétomètre à échantillon vibrant (VSM) fait apparaître des valeurs de champ coercitif H_c , aimantation rémanente M_r et l'aimantation à saturation M_s pour différents temps de broyage (2h, 3h, 4h).



Conclusion générale

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVE

Dans ce mémoire de master, nous avons étudié l'effet de la durée de broyage sur les propriétés structurale, microstructurale et magnétique des poudres nanostructurées $\text{Fe}_{70}\text{Al}_{30}$, élaboré à l'aide du broyeur planétaire « Pulverisette7 » de marque Retsch PM 400 existant au Laboratoire de Physico chimie des Matériaux (LPCM) de la Faculté des Sciences et de la Technologie, Université Chadli Bendjedid – El Tarf. Les poudres obtenues ont été caractérisées par la diffraction des rayons X (DRX) et magnétomètre à échantillon vibrant (VSM).

A partir des spectres DRX, nous avons montré que la solution solide $\text{Fe}(\text{Al})$ commence à se former de 4 heures de broyage. Le paramètre cristallin augmente au cours de broyage pour atteindre la valeur de 0,2864 nm après 4 heures de broyage. La taille des grains diminue pour atteindre la valeur de 28,09 nm après 4 heures de broyage.

L'étude des propriétés magnétiques (déduites à partir des cycles d'hystérésis obtenus à température ambiante pour différents temps de broyage) fait apparaître que le champ coercitif H_c diminue de 22,50 Oe après 2 h de broyage suivie d'une augmentation de 171,33 Oe après 4 heures de broyage.

De plus, l'évolution de l'aimantation rémanente présente une diminution de 1,98 emu/g après 2 h de broyage, puis reste presque constante pour 3h de broyage, terminer par une augmentation de l'ordre 8,71 emu/g après 4 heures de broyage.

Autre constatation, c'est l'évolution de l'aimantation saturation, cette aimantation de saturation se présente une augmentation de l'ordre de 21,03 emu/g jusqu'à 30,68 emu/g pour 0 h et 4 h de broyage.

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



***Références
Bibliographiques***

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

A:

.A. Djekoun, A. Otmani, B. Bouzabata, L. Bechiri, N. Randrianantoandro, J. M. Greneche, *Catalysis Today*, 113, 135-139, (2006).

.A. Guittoum, Etude des propriétés structurales, microstructurales et magnétiques des nanoparticules FeNi, thèse doctorat, université Ferhat Abbas de Setif, 2008.

B:

.B. Fultz, C. C. Ahn, E. E. Alp, W. Sturhahn and T. S. Toellner, *Phys. Rev. Lett.* 79, 937 (1997).

. Babenko, D. I., Ezhov, A. A., Turygin, D. S., Ivanov, V. K., Arslanov, V. V., & Kalinina, M. A. (2011). 2D “Soap”-Assembly of nanoparticles via Colloid-Induced condensation of mixed langmuir monolayers of Fatty Surfactants. *Langmuir*, 28(1), 125-133.

.Bergheul, S. (2006). Contribution à l'étude des nanocomposites a base de fer élaboration et caractérisation. Université de Saad Dahleb-BLIDA.

.Boukherroub, N. (2015). Effet des conditions de broyage sur les propriétés structurales et magnétiques des nanomatériaux FeAl élaborés par mécanosynthèse (Doctoral dissertation).

.Broll, N. (2004). Techniques de l'ingénieur, PE 1080, 1996. C [Cai04] JM Cairney, SG Harris, PR Munroe, ED Doyle. *Surf. Coat. Technol.*, 183, 239-246.

C:

. C. C. Koch, O. B. Cavin, C. G. McKamey et J. O. Scarbrough, Preparation of “amorphous” Ni₆₀Nb₄₀ by mechanical alloying, *Applied Physics Letters*, 43, no. 11 (1983) 1017–1019.

.C. Suryanarayana, “Mechanical alloying and milling”, Marcel Dekker, USA, 2004.

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

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

D:

.D. L. Zhang, Processing of advanced materials using high-energy mechanical milling progress, Progress Mater. Sci. 49 (2004) 537-560.

. E. Hellstern, L. Schultz, Glass formation in mechanically alloyed transition metal - titanium alloys, Materials Science and Engineering, 93(1987) 213–216.

E:

.E. Gaffet and G. Le Caër, “Mechanical processing for nanomaterials”, Encyclopedia of Nanoscience and Nanotechnology, Edited by H. S. Nalwa, Vol. X, (2004) 1-39.

.E. Gaffet, N.Malhouroux, M.Abdelaoui, J.All.Comp., 194(1993)339.

F:

.F. Denarles & C. Duval. *Mesures et Analyses*. Techniques de l'ingénieur, page 1080, 1962.

G :

.Givord, D. (2000). Matériaux à propriétés spécifique: les Matériaux magnétiques.

.Guittoum, A., Layadi, A., Bourzami, A., Tafat, H., Souami, N., Boutarfaia, S., & Lacour, D. (2008). Diffraction des rayons X, microstructure, Mössbauer et magnétisation études de nanostructuré Fe 50 Ni 50 alliage préparé par mécanosynthèse. Journal of Magnetism and Magnetic Materials , 320 (7), 1385-1392.

H:

. H. Guerault, M. Tamine and J. M. Greneche, J. Phys. Condensed Matter, 129497-9508 (2000).

.H. Fecht, E. Hellstern, Z. Fu & W. Johnson, Nanocrystalline metals prepared by highenergy ball milling, Metall. Mater. Trans. A, 21(1990) 2333–2337.

.H. Gleiter, Prog. Mater. Sci. 32, 223 (1989).

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

.Hauk, V. (Ed.). (1997). Structural and residual stress analysis by nondestructive methods: Evaluation-Application-Assessment. Elsevier. HERCULES. *Neutron and Synchrotron radiation for condensed matter studies*.

J :

.J.Pannetier, Powder diffraction techniques., cours de la formation doctorale.

. J. S. Benjamin, "Dispersion strengthened superalloys by mechanical alloying, Metall.Trans.1 (1970) 2943-2951.

L :

.Lu, K. (1996). Métaux nanocristallins cristallisées à partir de solides nanocristallins.

M :

.M. Kezrane, élaboration et caractérisation magnétique de matériaux nanostructures à base de fer, thèse de doctorat, Université Saad Dahleb de Blida, 2013.

N :

.Néel, L. (1959). D'une variation positive ou négative de l'aimantation prise dans un champ HA, lorsqu'on décrit.

.Novikov, V. (2002). Concise dictionary of materials science: structure and characterization of polycrystalline materials. CRC Press.

R :

.R. Anderson & S.J. Klepeis. Practical aspects of FIB-TEM specimen préparation. Springer US, 2005.

.R. B. Schwarz, R. R. Petrich et C. K. Saw, The synthesis of amorphous Ni-Ti alloy powders by mechanical alloying, Journal of Non-Crystalline Solids, 76, no. 2-3(1985)281– 302.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

S:

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

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

V :

.Venturini, G. (2005). Propriétés cristallographiques et magnétiques de HfFe₆Ge₆ type REFe₆Sn₄Ge₂ composés (RE = Y, Gd-Er). *Journal d'Alliages et de Composés*, 400 (1), 37-42.

.Villars, P., Calvert, L. D., & Pearson, W. B. (1985). *Pearson's handbook of crystallographic data for intermetallic phases*. Volumes 1, 2, 3. American Society for Metals, 1985., 3258.

W:

.W. C. Johnson, J. K. Lee and G. J. Shiflet, Thermodynamic treatment of cyclic amorphization during ball milling, *Acta. Mater.* 54 (2006) 5123-5133.

Y:

. Y. S. Kwon, K. B. Gerasimov and S. K. Toon, Ball temperatures during mechanical alloying in planetary mills *J. Alloys. Comp.* 346 (2002) 276-281.

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

Z:

.Z. Sparchez and I. Chicinas, *Proceeding of European Congress on Powder Metallurgy, EuroPM2005, Prague.* 2 (2005) 99-104.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

.Z. Sparchez and I. Chicinas, Proceeding of World Congress on Powder Metallurgy, PM 2004, 17-21, Vienna, Austria. 1 (2004) 213-218.

Sites internet

<http://www.microsense.net>

<http://iramis cea.fr>

www.bib.ensmm-annaba.dz

<https://www.google.com> 2018

Résumé

Les nanomatériaux $\text{Fe}_{70}\text{Al}_{30}$ ont été intensivement étudiés ces dernières années en raison de leurs propriétés magnétiques remarquables. Nous avons élaboré des poudres nanostructurées de $\text{Fe}_{70}\text{Al}_{30}$ à l'aide du vario broyeur planétaire pulverisette de marque RETSCH PM400. La formation des composés ainsi que les propriétés physiques ont été étudiées en fonction de temps de broyage allant de 2 à 4h en utilisant les techniques de Diffraction des rayons X (DRX) et magnétométrie à échantillon vibrant (VSM). L'affinement des spectres de DRX obtenus a révélé la formation de la solution solide à partir de 4 heures de broyage. Les courbes d'hystérésis, prises à 300 K, de tous les échantillons montrent que tous les alliages sont des matériaux magnétiques doux.

***Mots clés:** Alliages Fe-Al; Poudres nanostructurées; Mécanosynthèse ; Diffraction des Rayons X ; propriétés magnétiques*

Abstract

Nanomaterials $\text{Fe}_{70}\text{Al}_{30}$ have been extensively studied these last years because of their remarkable magnetic properties. We worked about out nanostructured powders using the vario planet milling gear pulverisette of RETSCH PM400 brand. The alloys formation and the different physical properties were investigated as a function for times of milling from 2 to 4h by means of the X-ray Diffraction (XRD) technique and vibrating sample magnetometer (VSM). The refinement of the XRD spectra obtained revealed the formation of the solid solution from 4 hours of milling time. The room temperature hysteresis shows that all the alloys are soft magnetics materials.

***Keywords:** Fe-Al alloys, Nanostructured powders, Mechanical alloying, X-ray diffraction, X-ray diffraction, Magnetic properties.*