

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEURE ET DE LA  
RECHERCHE SCIENTIFIQUE  
UNIVERSITE DE BLIDA  
DEPARTEMENT D'AERONAUTIQUE DE BLIDA



**Mémoire**  
**De Fin d'Etudes**

En Vue De l'Obtention du Diplôme d'Ingénieur d'Etat en Aéronautique  
Option : PROPULSION \* STRUCTURE

Thème

**ETUDE DE NANOCOMPOSITES Fe-CO**  
**ELABORATION ET ETUDE MAGNETIQUE**

Fait par :

 MECHAKOU Kenza  
 MAHDI Amel







Promoteurs :

Mr. BERGHEUL Said  
Mr. HADDAD Ahmed  
Mlle OTHMANE Fadila

Promotion 2004\*2005

## DEDICACE

*Je dédie ce travail à :*

-  *Mon très cher père*
-  *Ma très chère mère*
-  *Mon cher frère*
-  *Mes sœurs*
-  *Toute ma famille*
-  *Mes amis*



*AMEL*

# REMERCIEMENT

*Au terme de nos années d'étude, nous tenons à remercier toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à l'élaboration et la réalisation de ce mémoire,*

*Plus particulièrement :*

*A monsieur BERGHUEUL SAID notre promoteur d'avoir accepté de diriger ce travail et pour ces précieuses conseils.*

*A monsieur HADDAD AHMED notre promoteur pour son aide, soutien et ces sacrifices pour continuer ce travail.*

*A Melle OTHMANE FADILA notre promotrice pour son précieux aide.*

*Nous remercions le personnel de centre scientifique de CHERAGA*

*Monsieur ZERGOUG MOURAD de nous avoir accueillies au sein de son laboratoire*

*Et à toutes les personnes travaillant au CSC en particulier ceux qui nous ont aidé moralement pour leurs collaborations et leurs accueils chaleureux.*

*A notre tour, nous leur adressons nos remerciements les plus vifs pour toute leurs amitiés et aide durant notre stage au sein de C.S.C.*



# DEDICACE

*A ma très chère maman l'univers d'affection et d'amour qui ne cesse*

*De me guetter par ces divins sacrifices, qui ma toujours aidée durant toute*

*Ma vie et qui m'a encouragée pendant mes années d'étude*

*A mon très cher papa a qui je voue beaucoup d'amour et de respect.*

*A mes chers sœurs*

*A mon très cher frères ainsi que sa femme*

*A toute ma famille ainsi que la famille BOULBIAR*

*A tout ceux qui m'on accompagnés pendant mes années d'études et toutes mes*

*amies*

*A tous ceux qui m'aiment et que j'aime*



III.9 LA PROFONDEUR STANDARD .....	55
III.10 LES SONDES .....	56
III.11 CAPTEURS INDUCTIFS .....	56
III.12 FONCTION D'UN CAPTEUR .....	56
III.12.1 Capteur à double fonction .....	56
III.12.2 Capteur à fonctions séparées .....	57
III.12.3 Dimensions du bobinage .....	57
III.13 EXPRESSION DU CHAMP MAGNETIQUE .....	58
III.13.1 Etude du champ magnétique créé par deux spires identique ..	58
III.13.2 Induction $B_x$ , $B_y$ .....	59
III.13.3 Induction $B_z$ .....	60
III.13.4 Variation d'induction $B_z$ pour un rayon fixe .....	60
III.13.5 Variation d'induction $B_z$ pour un rayon variable .....	60
III.13.6 Influence de la hauteur de la sonde sur l'induction .....	61

**CHAPITRE IV : TECHNIQUES EXPERIMENTALES**

IV.1 ELABORATION DES MELANGES Fe-CO .....	62
IV.1.1 condition d'élaboration .....	62
IV.1.2 Broyeur planétaire Pulvérisette .....	62
IV.1.3 Presse hydraulique .....	64
IV.1.4 La boîte à gants .....	65
IV.2 DIFFRACTION DE RAYON X .....	66
IV.3 HYPERFREQUENCES .....	67
IV.3.1 Introduction .....	67
IV.3.2 Principe de fonctionnement du coupleur directif .....	68
IV.3 MESURE MAGNETIQUE .....	69
IV.4 COURANT DE FOUCAULT .....	70
IV.4.1 Réalisation des sondes .....	71
IV.4.2 Réalisations des capteurs .....	71
IV.4.3 Caractéristiques des échantillons de Fe-CO .....	72

**CHAPITRE V RESULTATS ET INTERPRETATION**

V.1 COURANT DE FOUCAULT .....	73
V.2 MAGNETISME .....	76
V.3 HYPERFRÉQUENCE .....	78

<b>CONCLUSION</b> .....	89
-------------------------	----

**ANNEXES**

**BIBLIOGRAPHIE**

II.5.1 Ligne de Transmission.....	25
II.5.2 Les guides d'ondes .....	25
II.5.3 Le mode (TE) .....	27
II.5.4 Le mode (TE <sub>mn</sub> ).....	28
II.6 PHENOMENE DE REFLEXION ET DE TRANSMISSION .....	28
II.6.1 L'indice de réfraction (n).....	29
II.7 PRINCIPE DE CONTROLE PAR MICRO-ONDE .....	30
II.7.1 Mode de mesure .....	31
II.7.2 La chaîne de mesure .....	32

### CHAPITRE III : MAGNETISME

III.1 LE MAGNETISME.....	34
III.1.1 Historique .....	34
III.1.2 Introduction.....	34
III.2 CLASSIFICATION DES SUBSTANCES MAGNETIQUES.....	35
III.2.1 Magnétisme macroscopique .....	35
III.2.2 Caractéristiques d'un composé ferromagnétique .....	37
III.2.3 Aimantation à saturation Ms.....	38
III.2.4 Aimantation rémanente et champ coercitif (Mr, Hc) .....	39
III.3 ANTIFERROUMAGNETISME ET FERRIMA- GNETISME .....	40
III.4 ENERGIE D'ANISOTROPIE MAGNETIQUE.....	40
III.4.1 Anisotropie magnétocristalline.....	41
III.4.2 Anisotropie magnétostatique ou de forme .....	42
III.4.3 Anisotropie de surface.....	43
III.4.4 Anisotropie magnétoélastique .....	43
III.4.5 Anisotropie résultante .....	44
III.5 DOMAINES MAGNETIQUES ET CYCLES D'HYSTERESIS .....	45
III.5.1 Domaines et parois.....	45
III.5.2 Courbe d'hystérésis.....	46
III.5.3 Classification des matériaux ferromagnétiques.....	47
III.6 Nanomagnétisme .....	47
III.6.1 Introduction.....	47
III.6.2 Propriétés magnétique des particules fines ferromagnétiques ...	48
III.6.3 Taille critique.....	48
III.7 LE SUPERPARAMAGNETISME .....	49
III.7.1 Grains superparamagnétiques.....	49
III.7.2 Grains non superparamagnétiques .....	50
III.8 CONTROLE NON DESTRUCTIF.....	51
III.8.1 les différentes techniques de contrôle non destructif.....	51
III.8.2 Principes des courants de Foucault.....	53
III.8.3 Répartition des courants de Foucault.....	54

# SOMMAIRE

<b>REMERCIEMENTS</b> .....	I
<b>DEDICACE</b> .....	II
<b>RESUME</b> .....	III
<b>INTRODUCTION</b> .....	01
<b>CHAPITRE I: MECANOSYNTHESE</b>	
I.1 INTRODUCTION AU NANOMATERIAUX .....	04
I.1.1 Historique .....	04
I.1.2 présentations .....	04
I.1.3 Propriétés .....	05
I.2 INTRODUCTION A LA MECANOSYNTHESE .....	07
I.2.1 Historique .....	07
I.2.2 Introduction .....	07
I.3 PRINCIPE DE LA MECANOSYNTHESE .....	08
I.4 DIFFERENTS TYPES DE BROyeurs UTILISES EN MECANOSYNTHESE .....	09
I.5 ELABORATION PAR MECANO SYNTHESE .....	11
I.5.1 Amorphisation par Mécanosynthèse .....	11
I.5.2 Nanocristallin par Mécanosynthèse .....	11
I.6 PARAMETRES INFLUENÇANT LA NATURE DU PRODUIT OBTENU PAR MECANOSYNTHESE .....	12
I.7 PRINCIPE DE BROyAGE .....	12
I.8 PARAMETRES DE BROyAGES .....	15
I.8.1 L'intensité de broyage .....	15
I.8.2 La contamination .....	15
I.8.3 Le type de broyeur .....	16
I.8.4 Le rapport masse bille / masse poudre .....	16
<b>CHAPITRE II: HYPERFREQUENCE</b>	
II.1 INTRODUCTION .....	18
II.2 EQUATION DE MAXWELL .....	19
II.2.1 L'équation de Maxwell –Faraday .....	19
II.2.2 Absence de monopoles magnétostatiques .....	19
II.2.3 Equation de maxwell-gauss .....	19
II.2.4 Equation de Maxwell-Ampère .....	20
II.3 EQUATION D'ONDES .....	20
II.3.1 Mode transverse électrique et magnétique (TEM) .....	21
II.3.2 Mode transverse électrique (TE) .....	23
II.3.3 Mode transverse magnétique (TM) .....	24
II.4 PROPAGATION .....	25
II.5 SUPPORTS D'ONDES .....	25

## List des figures

Figure 1-1-a : broyeur planétaire.....	10
Figure1-2-b : broyeur vertical.....	10
Figure1-3-c : broyeur vibratoire.....	11
Figure1-4 choc bille – poudre- bille pendant le broyage.....	13
FigureII-1 :spectre électromagnétique .....	18
FigureII-2-a : guide circulaire.....	26
FigureII-2-b : guide rectangulaire.....	26
Figure II-3 : transmission et réflexion d'une onde.....	29
Figure II-4 : mode de mesure par onde transmise.....	31
Figure II-5 :mode de mesure par onde réfléchie .....	32
FigureII-6 : schéma synoptique de mode de mesure.....	32
FigureIII-1 : variation de l'induction magnétique en fonction de champ magnétique.....	37
FigureIII-2 : principaux paramètres déterminés à partir d'un cycle d'hystérèses .....	38
FigureIII-3 :différents types de cycle d'hystérèses.....	39
Figure (III-4) : Représentation schématique des organisations des moments magnétiques locaux	40
Figure (III-5): Variation de l'aimantation en fonction du champ appliqué pour un échantillon monocristallin de Cobalt. ....	41
Figure (III-6-a) : Réduction de l'énergie par la création de domaine.....	45
Figure (III-6-b) :mouvement des moments.....	46
Figure (III-7): Courbe d'hystérésis d'un matériau ferromagnétique .....	46
Figure (III-8) : Mécanisme de l'aimantation dans un ensemble des grains ferromagnétiques.....	51
Figure (III-9) : système de contrôle par courants de Foucault.....	53
Figure(III-10) principe des courants de Foucault.....	54
Figure (III-11): courants de Foucault induits dans un matériau.....	55
Figure (III-12-a) : capteur a double fonction .....	56
Figure (III-12-b) : Capteur à fonction séparée (émission - réception)	57
Figure (III-13) : Induction crée par deux spires idéales.....	58
Figure (III-14-a) : représentations d'induction suivant l'axe X.....	59
Figure (III-14-b) : représentations d'induction suivant l'axe Y.....	59
Figure (III-14-c): représentation de induction suivant l'axe Z.....	60
Figure (IV-1) : les jarres et les billes utilisées dans le broyage.....	62
Figure (IV-2) : broyeur planétaire de type Pulvérisette P7 (retsch PM 400).....	63
Figure (IV-3) : présentation schématique du mouvement de plateau et des jarres.....	63
Figure (IV-4) : presse hydraulique.....	64
Figure (IV-5) : création de vide au cours de compactage.....	64
Figure (IV-6) : la matrice.....	65
Figure (IV-7) : La boîte à gants.....	65
Figure (IV-8) :diffractomètre de type siemens D501.....	66
Figure (IV-9) : La configuration d'une chaîne de mesure du coefficient de réflexion.....	67
Figure(IV-10) : coupleur directif avec uniquement de la puissance réfléchie.....	68
Figure (IV-11): montage d'un mesure magnétique (Hc, Br.).....	70
Figure (IV-12):système de contrôle par courants de Foucault.....	71
Figure(V-1) : variation de l'induction en fonction de %CO.....	73
Figure (V-2) : Variation de résistance en fonction de %CO.....	74
Figure (V-3) : variation de l'impédance en fonction de %CO.....	75
Figure (V-4) : variation de $B_r$ en fonction de %CO.....	76
Figure (V-5) : variation de $H_c$ en fonction de %CO.....	77
Figure (V-6) : variation de $M_s$ en fonction de%CO.....	77
Figure (V-7) : Variation de coefficient de réflexion R en fonction de %CO .....	78



## RESUME :

La mécanosynthèse est un procédé de synthèse de toutes sortes de matériaux à partir d'un mélange de poudres d'éléments purs ou combinés dans un broyeur à haute énergie. Elle comporte parmi les nouvelles techniques d'élaboration des matériaux cristallins, ou nanocristallins sous forme de poudres constitués de particules micrométriques

Les poudres du mélange FeCo se présentent sous forme de plaquettes allongées durant les premières heures de broyage et des agglomérats de fines particules pour plus de pourcentage de Cobalt.

Notre travail consiste à élaborer des échantillons nanostructurés par la mécanosynthèse pour la caractérisation, trois méthodes ont été utilisées à savoir : l'hystérèses qui est très demandé dans le domaine des nanostructure, la deuxième méthode est de voir le comportement des nanostructures des courants de Foucault, la troisième méthodes est l'hyperfréquences, elle nous a permis de constater que notre alliage à haute fréquence est un absorbant.

## SUMMARY:

The mécanosynthese is a process of synthesis of all sorts of materials from a mixture of powders of pure or combined elements in a grinder to high energy. She/it includes among the new techniques of development of the crystalline materials, or nanocristallins as powders constituted of micrometrical particles

The powders of the FeCo mixture present themselves as stretched out tablets during the first hours of grinding and the agglomerates of fine particles for more of Cobalt percentage.

Our work consists in elaborating some nanostructure samples by the mecanosynthese for the characterization, three methods have been used to know: the hysteresis for that is asked very in the domain of the nanostructure, the second method is to see the behavior of the nanostructures of the currents of Foucault, the third methods are the very high frequency, it allowed us to note that our alloy to high frequency is an absorbent.

# INTRODUCTION

Les nanotechnologies, qui reposent sur la connaissance et la maîtrise de l'infiniment petit (un nanomètre = un milliardième de mètre =  $10^{-9}$ m), constituent un enjeu majeur pour l'industrie de demain.

Par la multiplicité de leurs applications potentielles, les Nanotechnologies vont de plus en plus faire partie de notre quotidien, certains marchés sont déjà clairement identifiés, comme les technologies de l'information (Circuits intégrés, puces électroniques, téléphones portables...), pour d'autres secteurs, qui touchent par exemple à la biologie ou aux nouvelles technologies de l'énergie, les perspectives sont encore théoriques.

En amont de toutes les recherches et applications, on trouve les nanomatériaux, les nanomatériaux sont des matériaux composés de nanostructures dont la taille peut être de l'ordre de quelques atomes. Ces nanostructures peuvent gouverner les propriétés et le comportement du matériau massif.

La nature produit très fréquemment des nanomatériaux, qu'il s'agisse de minéraux ou de matériaux d'origine biologique comme le bois, la nacre, les os, le cuir... Par ailleurs, très tôt, des procédés industriels ont fait appel à des nanomatériaux. Par exemple, les propriétés des alliages sont dues à des structures parfois très fines.

Ce qui est en train d'évoluer, c'est la capacité que nous avons désormais à observer, comprendre, voire contrôler de façon très fine, les mécanismes qui interviennent à l'échelle moléculaire et à produire des édifices nanométriques (nanoparticules) et des matériaux massifs nanostructures.

La capacité à concevoir, élaborer et utiliser les matériaux à l'échelle nanométrique sera un des moteurs majeurs de la technologie du XXI<sup>ème</sup> siècle.

Une grande partie de la science des matériaux du futur sera fondée sur des concepts de nanotechnologie, car en structurant les matériaux à une échelle nanométrique on peut modifier fortement leurs propriétés et améliorer ainsi leurs performances, y compris leur capacité à être recyclés ou dégradés

En terme de perspectives de marché, se sont les nanomatériaux qui représenteront la plus grande part des applications des nanotechnologies.

## INTRODUCTION

### **LES OBJECTIFS DE LA RECHERCHE DANS LE DOMAINE DES NANOMATERIAUX :**

Les objectifs de la recherche sont de modifier les propriétés et d'améliorer les performances des nanomatériaux en les structurant à l'échelle nanométrique.

Les nanoparticules peuvent être utilisées en tant que telles (par exemple une nanoboîte pour transporter un médicament, un nanocristallin avec des propriétés optiques particulières, un catalyseur...etc).

Elles peuvent aussi être incorporées dans des vernis ou des peintures (pour modifier leurs propriétés optiques, leur dureté...), dans des produits cosmétiques (pour en modifier les propriétés optiques comme dans les crèmes solaires filtrant les UV), dans des matrices organiques ou minérales pour créer de nouveaux dispositifs électro-optiques ou magnétiques, ou encore être utilisées comme catalyseurs...

De nombreuses méthodes d'élaboration de matériaux nanométrique ou nanostructures se sont développées, parmi celles-ci la mécanosynthèse ou broyage mécanique.

Le broyage est l'une des activités les plus anciennes de l'homme, il le pratique depuis longtemps dans sa vie quotidienne (moulage de blé, café...) avec toute sorte de machine. Actuellement. Le broyage sert à réduire la taille des particules.

Cette technique d'élaboration constitue aujourd'hui une des méthodes d'élaboration d'alliage amorphe, de composés intermétalliques ainsi que de synthèse de certains systèmes métalliques difficile à obtenir par des méthodes conventionnelles.

Notre travail consiste à élaborer le composé FeCo par mécanosynthèse et à suivre le mécanisme de formation d'alliage par des mesures magnétique et hyperfréquence.

Le choix de système FeCo est lié au fait que ce dernier constitue la base des aimants permanents et est technologiquement important.

Le mémoire présenté dans le cadre de ce travail s'articule sur cinq chapitres.

Le premier chapitre est consacré à une brève introduction sur les nanomatériaux et leurs propriétés ainsi que des notions sur la mécanosynthèse.

Les micro-ondes font l'objet de deuxième chapitre.

Le troisième chapitre traite quelques aspects du magnétisme des nanoparticules, les principaux types de comportements magnétiques des matériaux et leur classifications ainsi que les

## **INTRODUCION**

---

différents techniques utilisées pour un contrôle non destructif , la théorie sur les courants de Foucault .

Le quatrième chapitre présente la chaîne de mesure utilisée, les différentes analyses et expériences faites pour caractériser le matériau.

Le cinquième chapitre est consacré au résultat et interprétation.

## Chapitre I

---

# MECANOSYNTHESE

## I.1 INTRODUCTION AU NANOMATERIAUX :

### I.1.1 Historique :

Tout matériau est un ensemble d'agrégats, formés de plusieurs milliards d'atomes. Généralement, ces grains ont un diamètre compris entre un micromètre et un millimètre, même s'il existe quelques nanomatériaux à l'état naturel, comme les particules de fumée. Au XXe siècle, les progrès de la physique permirent peu à peu d'étudier la matière à l'échelle atomique.

Ces avancées conduisirent le physicien américain Richard Feynman à encourager dès 1959 les recherches sur des agrégats dont les dimension sont inférieurs au micromètre.

Feynman était en effet certain que des matériaux formés à partir de tels grains présenteraient des propriétés remarquables.

Ainsi fut lancé le développement des nanomatériaux, appelés encor matériaux nanophases. Les recherches furent d'abord menées de manière discrète en URSS et au Japan, puis à la fin des années 1980, on commença à fabriquer et à utiliser les matériaux nanophases dans l'industrie. Bien qu'a priori seuls la dimension des agrégats et le nombre d'atomes qui les composent différencient les nanomatériaux des matériaux classiques formés à partir des mêmes éléments chimiques, il s'avère que c'est tout un ensemble de propriétés qui varient fortement avec la taille des grains.

### I.1.2 présentations :

Les termes de « nanomatériau », « matériau nanostructuré » sont apparus à la fin des années 80, mais l'étude et l'utilisation de ce qui est désormais appelé de la sorte sont nettement plus anciennes.

La notion de nanomatériau a réellement émergé lorsque les céramistes et métallurgistes ont constaté que l'affinement de la microstructure de leurs matériaux modifiait leurs propriétés.

Cette prise de conscience ne concerne donc pas les propriétés de grains de matière isolés, mais une échelle d'hétérogénéité (longueur de corrélation, volume élémentaire représentatif,...) au sein d'un matériau compact.

Les propriétés nouvelles des nanomatériaux apparaissent grâce à trois effets principaux :

Le premier est l'effet de confinement, lié à la faible taille des « briques » élémentaires. La modification de la structure électronique des matériaux et semi-conducteurs est l'exemple le plus connu, mais des effets classiques peuvent aussi se manifester.

Le second est la multiplication des surfaces et interfaces et des propriétés qui leur sont liées, comme une grande mobilité atomique, par exemple.

Le troisième est l'intensification des interactions entre composants lorsque l'échelle du mélange devient plus intime.

### **I.1.3 Propriétés :**

Les propriétés des nanomatériaux justifient leur développement, aux dépens des matériaux normaux constitués des mêmes éléments chimiques. Grâce aux différentes techniques de synthèse utilisées, on peut en effet obtenir des matériaux plus durs, plus malléables ou encore plus transparents.

- **Dureté :**

La dureté d'un matériau correspondre à sa capacité à la pression. Plus un métal est constitué de grains fins, plus il est dur. Ainsi, le cuivre nanophases est deux fois plus dur que le cuivre normal. Au sein d'un métal classique, il existe des dislocations, qui sont des défauts de la structure unissant les agrégats. Lorsqu'on exerce une contrainte sur le métal, on provoque un déplacement des dislocations et le métal se déforme. Or, dans un métal nanophases, les agrégats sont trop petits pour contenir des dislocations. En l'absence de ces défauts, la résistance à la déformation devient donc beaucoup plus importante : le nanomatériau est plus dur qu'un métal normal.

- **Malléabilité :**

La malléabilité d'un matériau représente sa capacité à se déformer sans se casser. Il s'avère que les céramiques nanophases sont beaucoup plus malléables que les céramiques classiques, à qui l'on reproche souvent d'être très cassantes.

En effet, lorsqu'une fracture se forme dans un bloc solide de céramique, les atomes proches se déplacent et se réarrangent pour la combler.

Plus les agrégats sont fins, plus le mécanisme de réparation s'opère facilement et rapidement : les grains glissent les uns sur les autres et les atomes ont peu de distance à

parcourir. Ainsi, la taille des agrégats constitutifs confère aux nanocéramiques une grande malléabilité.

- **Transparence :**

Quand un matériau classique est opaque, le nanomatériau équivalent peut être transparent. En effet, les grains d'un matériau nanophases sont souvent trop petits pour disperser la lumière visible dont la longueur d'onde est supérieure à 380 nanomètres.

Si sa structure ne comporte pas de lacunes trop grandes, le nanomatériau n'arrête donc pas la lumière.

- **Propriétés magnétiques :**

Jusqu'à ces dernières années, il était admis que pour obtenir, dans des matériaux granulaires, des propriétés magnétiques dures, il était nécessaire d'avoir des grains fins. Inversement, pour obtenir des matériaux doux présentant de faibles champs coercitifs et de fortes perméabilités, il fallait fabriquer des alliages ayant une taille de grains la plus possible. Cette situation commença à changer avec la venue des alliages amorphes aux propriétés magnétiques douces et plus récemment par la découverte des alliages à base de fer à grains très fins qui appartiennent à cette même catégorie de produits magnétiques.

La dépendance en  $1/D$ , observée pour des tailles de grains supérieures à 100nm, reflète la règle classique qui souligne que l'obtention de bonnes propriétés magnétiques douces exige de très gros grains.

De faibles champs coercitifs sont également trouvés pour les alliages amorphes (taille des grains de l'ordre des distances interatomiques, pas de grains macroscopiques) et dans les alliages nanocristallins possédant une taille de grains inférieurs à 20 nm environ.

De nombreuses méthodes d'élaboration permettent d'obtenir soit des poudres ultrafines, soit directement des matériaux nanostructurés. Elles peuvent se classer en trois groupes : Méthodes physiques (Technique d'évaporation –condensation dans un gaz inerte, Synthèse sous vide, Méthodes par dépôt), chimiques (synthèse en phase gazeuse) et mécaniques (hyperdéformation, la mécanosynthèse), notre travail est basé sur l'élaboration par mécanosynthèse.



## **I.2 INTRODUCTION A LA MECANOSYNTHESE :**

### **I.2.1 Historique :**

La Mécanosynthèse (ou encore "Mechanical Alloying") est née aux Etats - Unis vers les années 1970 et a connu un essor considérable ces dernières années depuis la découverte de l'amorphisation à l'état solide et en raison de l'intérêt porté aux nanomatériaux et plus généralement aux matériaux métastables.

La Mécanosynthèse se définit comme un procédé de synthèse de matériaux (composés alliages, etc. ...) par broyage à sec ou en présence d'un agent de contrôle du procédé, de mélange de poudres d'éléments purs ou pré - alliés dans un broyeur à haute énergie. Cette technique s'ajoute ainsi à la panoplie des moyens d'étude de la métastabilité.

Au début des années 70, la mécanosynthèse permet par des chocs mécaniques successifs créés à l'intérieur de broyeurs de type attriteur ou broyeur de type horizontal d'obtenir des poudres constitutives du matériau composite métallique souhaité.

Le mélange initial composé de poudres base Al ou Ni (matrice du matériau) et des poudres d'oxydes et/ou de carbures est sollicité mécaniquement et soumis à une succession de collage (soudage) décollage (décohésion) des particules.

Cette succession purement mécanique a pour rôle d'homogénéiser physiquement les constituants initiaux. A l'origine, aucune réaction chimique n'était visée par ce procédé.

Des matériaux correspondant à cette première phase historique de la mécanosynthèse (dite mécanosynthèse de première génération) sont actuellement produits industriellement par INCO Alloys International et en service actuellement (encore sous forme de prototypes, ce sont l'alliage MA754 base de Ni utilisé par General Electric sur le F404 pour une vanne depuis 1979 et le MA956 base de Fe pour le même appareil et la même société dans la chambre de combustion du réacteur).

En développement, il faut noter l'alliage MA6000 utilisé sur un hélicoptère pour une application de type pale de turbine pour fonctionnement à haute température non refroidie et enfin l'alliage léger AL-9052 (Al - 4% Mg + Oxyde / Carbure) dont la densité est d'environ 95% de celle de l'alliage 5083, alliage déjà utilisé.

### **I.2.2 Introduction:**

Le broyage haute énergie (mécanosynthèse) est une technique d'élaboration de matériau tels que, les alliages amorphes, nanocristallins, les composites, les céramiques etc.....

Actuellement cette technique connaît un développement considérable en raison de l'intérêt porté aux nanomatériaux

En effet les matériaux cristallins ainsi élaborés ont des tailles de grains nanométriques, classiquement de l'ordre de 10nm à 100nm

Outre la synthèse de matériaux, le broyage à haute énergie est un moyen d'induire des réactions chimiques, de modifier la réactivité chimique des solides et d'induire des transformations de phase: amorphisation, transformation allotropique, transformation ordre-désordre.

Le broyage haute énergie a permis d'élaborer, à partir d'éléments purs, des mélanges homogènes et nano structurés.

Dans les conditions de broyage utilisées, le broyage conduit à la formation d'une phase homogène après 12h de broyage et cela quel que soit la composition du mélange initial.

Les différentes caractérisations utilisées ont permis de déterminer le mécanisme de formation de la phase homogène Fe-Co et d'étudier la cinétique de formation de composés Fe-Co obtenus par mécanosynthèse à partir d'un mélange de poudre élémentaires.

### **I.3 PRINCIPE DE LA MECANOSYNTHESE :**

La mécanosynthèse permet l'élaboration des matériaux sous forme de poudres monophasées ou polyphasées, sous l'effet de la succession de chocs mécanique sur des particules à l'intérieur d'une jarre.

Cette technique, découverte au début des années 70, a permis par des chocs successifs créés à l'intérieur des broyeurs du type « attriteur » ou « horizontal » d'obtenir des poudres constituées des composites souhaités.

Quatre éléments sont nécessaires pour élaborer des matériaux par mécanosynthèse :

- 1-Des poudres élémentaires ou pré alliées constituant la poudre à élaborer,
- 2-Un moyen de chocs : des billes ou des barreaux suivant la technique adopté,
- 3-Un type de mouvement permettant des chocs successifs : chocs aléatoire par les palettes (cas des attriteur) ou mouvement de collage – décollage (cas des broyeurs planétaires, broyeurs horizontaux, vibratoires).
- 4-Un container dans lequel se fait la mécanosynthèse (des jarres )dans le cas des broyeurs planétaires , (des cylindres ) dans le cas des broyeurs horizontaux , « attriteur » et verticaux,et enfin ( des cellules ) dans le cas des broyeurs vibratoires à 1D(type Spex ).

Se basant sur ces différents éléments pour réaliser une mécanosynthèse, différents types de broyeurs ont été développés.

#### **I.4 DIFFERENTS TYPES DE BROYEURS UTILISES EN MECANOSYNTHESE :**

Si le principe de la mécanosynthèse permet l'élaboration de matériau sous forme de poudre monophasée ou constituée de différentes phases, est la succession de chocs mécaniques sur des particules à l'intérieur d'un jarre, différents moyens de créer ces chocs ont été développés.

Tout d'abord, des broyeurs à applications de type industriel et historiquement le broyeur de type "attriteur" utilisé en 1922 par A. Szigari pour la vulcanisation du Caoutchouc, suivi par les broyeurs horizontaux permettant de traiter une grande quantité de poudre, typiquement 1 Tonne de Poudre avec un ajout de 106 billes. Le diamètre d'un tel appareil est de 2 m.

Cependant, ces broyeurs, bien adaptés à la production industrielle, le sont nettement moins pour les études de Recherches et Développement.

Pour ces dernières, des broyeurs planétaires d'une capacité de 10 à 250 cm<sup>3</sup> sont largement utilisés (essentiellement en Europe de l'Ouest). Aux USA, des broyeurs de capacité plus faible (10 cm<sup>3</sup>) présentent des mouvements oscillatoires à 3 D (type Spex Mill).

Enfin il faut citer des broyeurs à vibrations verticales qui présentent l'avantage d'être relativement simple à analyser du point de vue de la cinématique des chocs, cependant ils sont limités par les performances en termes d'énergie de chocs.

Il est à noter que même dans le cas de broyeur classique comme les attriteur, des développements récents permettent leur optimisation tant en ce qui concerne l'homogénéisation du produit, que l'efficacité des chocs mécaniques.

Les broyeurs planétaires et des broyeurs vibratoires verticaux sont les broyeurs ayant connu au cours des cinq dernières années les développements les plus importants.

- **Broyeur Planétaire :**

Les broyeurs planétaires sont conçus pour un broyage ultrafin. Les broyeurs planétaires les plus utilisés dans les laboratoires sont de types Fritsch Pulvérisette P5 et P7. Les deux broyeurs fonctionnent selon le même principe.

Ce dernier est basé sur un mouvement de rotation d'un plateau et des jarres qui les porte fig (I-1). La seule différence entre les deux broyeurs (P5 et P7) réside dans leurs capacités et leurs vitesses de rotation.

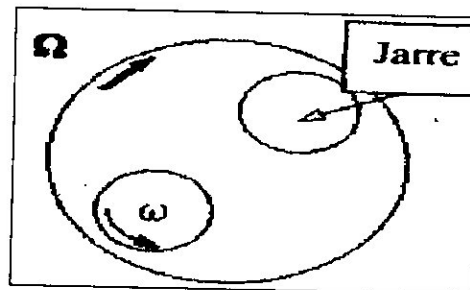


Figure (I-1) : broyeur planétaire

- **Broyeur vertical :**

Le broyeur vertical est de type attriteur fig (I-2), il est constitué d'une cuve traversée par un axe équipé de bras perpendiculaires qui brassent les billes et la poudre.

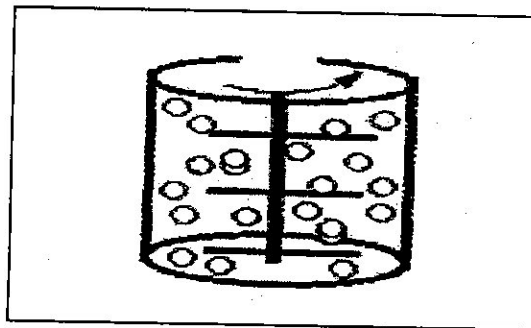


Figure (I-2) : broyeur vertical

- **Broyeur vibratoire :**

Le principe de ce broyeur est basé sur un mouvement de vibration à haute fréquence, dans trois directions orthogonales, d'un cylindre contenant la poudre et les billes.

Le broyeur le plus utilisé est le Spex 8000 fig (I-3). Ce dernier peut traiter une petite quantité de poudre dans un temps relativement court.

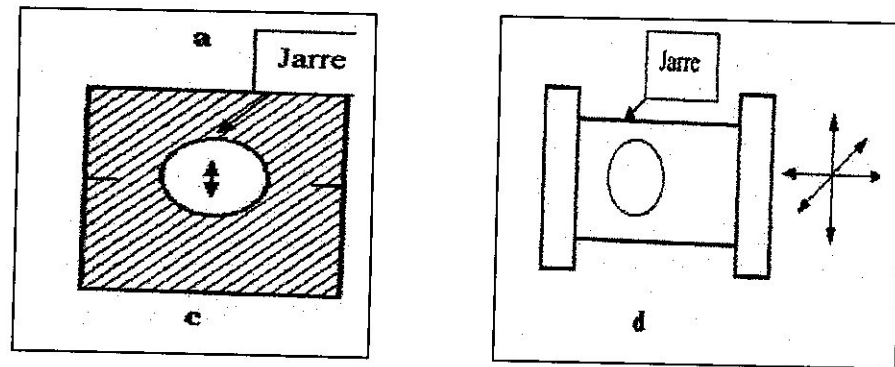


Figure (I-3) : broyeur vibratoire ( $c : 1D$ ,  $d : 3D$ )

- **Autre types de broyeurs :**

Un broyeur instrumenté de type vertical (pulverisette 0), vient s'ajouter aux broyeurs couramment utilisés. Il a été mis au point par Chen et al [1] lors de l'étude de l'amorphisation des composés NiZr.

Un autre type de broyeur a été développé par Calka et al [2], ce broyeur fonctionne selon le même principe que le broyeur planétaire sauf que le mouvement des billes est contrôlé par un champ magnétique extérieur.

## I.5 ELABORATION PAR MECANO SYNTHÈSE :

### I.5.1 Amorphisation par Mécanosynthèse :

La transition de phase cristal - amorphe induite par mécanosynthèse a été reportée pour la première fois par Yamarkov et al. Et Koch et al.

Dans le cas des systèmes Co - Y et Ni - Nb respectivement. Cette nouvelle voie de synthèse de la métallurgie des poudres avait été précédemment employée par Benjamin et al. Pour élaborer des matériaux composites à dispersion d'oxydes.

Par la suite, de nombreuses études ont permis de confirmer la réalité de l'amorphisation induite par chocs mécaniques pour de multiples systèmes.

### I.5.2 Nanocristallin par Mécanosynthèse :

Parallèlement à cet aspect amorphisation par chocs mécaniques, sont apparues au cours de ces dernières années de nouvelles potentialités dans le domaine de l'élaboration des nanomatériaux ; nanocristallin monophasés ou matériaux multiphasés pour lesquels la répartition des phases se développe à l'échelle nanométrique.

## I.6 PARAMETRES INFLUENÇANT LA NATURE DU PRODUIT OBTENU PAR MECANOSYNTHESE : [3]

Ces paramètres que nous décrirons plus précisément ci - dessous par quelques exemples extraits de la littérature sont de différents types. Il faut distinguer ceux relatifs au milieu broyeur et ceux relatifs à la poudre elle - même.

1- En ce qui concerne les matériaux constituant les jarres ainsi que les billes (ou barreaux), il s'agit de :

- La dureté, cela va implicitement affecter la puissance de chocs par un facteur d'efficacité. Il faut toutefois noter qu'un matériau très dur est efficace en terme de critère d'efficacité de transfert de chocs, mais s'abrase très rapidement. Ce phénomène peut entraîner une contamination très importante,
- Du rapport (nombre de billes/masse de poudre) - paramètre explicitement relié à la fréquence de choc,
- Masse des billes - paramètre influençant la puissance de chocs.

2-Pour ce qui est de la nature de la poudre :

- La dureté relative de la poudre par rapport à celle des billes et des parois du jarre va affecter la taille finale des cristallites,
- L'état initial de la poudre n'aura pas d'effet sur la nature du régime stationnaire. Par contre, un effet important sera à noter sur les régimes transitoires

3-Il faut enfin noter un effet non négligeable de la nature des gaz sur la nature du produit final et ce même pour des gaz de compositions très proches ou réputés neutres par rapport au matériau broyé.

## I.7 PRINCIPE DE BROYAGE :

Lors du broyage, les particules de poudres s'écrasent entre les billes ou entre les billes et les parois des jarres puis s'allongent sous l'effet de la pression fig (I-4-a) , l'énergie transférée à la poudre au cours des chocs produit des déformations .

Il a été montré l'existence de deux seuils énergétique au cours des billes -billes ou bille-paroi.

Le premier se présente comme étant le minimum nécessaire pour amorphiser un système donné et le deuxième comme étant un maximum au-delà duquel le système se recristallise partiellement fracturées et soudées fig (I-4-b).

Ces mécanismes répétés conduisent à la formation de structures de plus en plus fines dans lesquelles prennent place des relations à l'état solide jusqu'à l'obtention du produit final qui a une composition proche de celle du mélange initial.

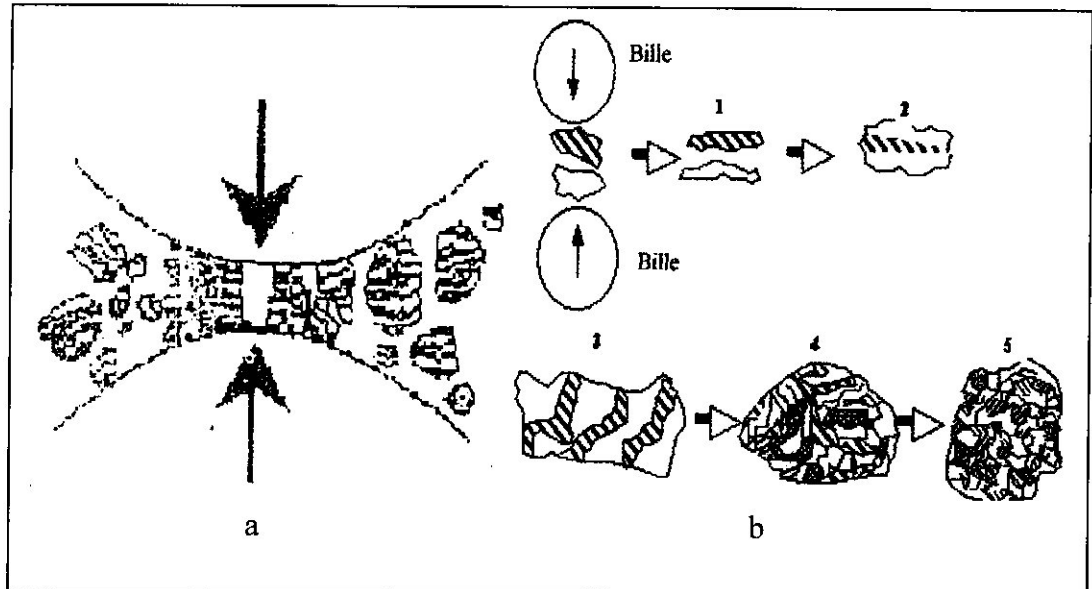


Figure (I-4): choc bille-poudre-bille pendant le broyage (a) procédé de la mécanosynthèse (b)

- **Le stade initial :**

Durant ce stade les particules des poudres sont aplaties par la force de compression due à la collision des billes puisque le matériau est généralement doux à ce stade. Le micro forgeage entraîne un changement de la forme des particules individuelles, des clusters ou agglomérats des particules. Pour les systèmes ductiles-ductiles, une structure lamellaire avec une séparation claire entre les différents éléments se développe au début du broyage.

- **Le stade intermédiaire :**

Le changement significatif qui se produit durant ce stade est mis en évidence par la différence de la morphologie des particules par rapport à celle du stade initial.

Le processus de soudage est important et la déformation plastique conduit à la formation de structure lamellaire dans le cas du mélange ductile-ductiles, les processus de

fracture et de soudage sont dominant a ce stade (orientation aléatoire des lamelles).ainsi, le phénomène de fracture entraîne la diminution de l'épaisseur des lamelles et des dislocations peuvent prendre place, la composition chimique de la poudre est toujours non homogène à ce stade.

- **Le stade final :**

Un affinement considérable et une diminution de la taille des grains sont évidemment à ce stade. La microstructure parait plus homogène a l'échelle macroscopique que celles des stades initia et intermédiaire. Aucune structure lamellaire n'est observée et l'alliage est déjà formé.

Ce dernier a une composition identique a celle du mélange initial et dont la taille des grains est de l'ordre de quelques nanomètre. Ce stade est caractérisé par un équilibre entre les deux processus de fracture et de soudage.

Sachant que les forces de liaisons des particules de poudres sont plus fortes lorsque la taille des grains est faible, les déformations ne sont plus possibles car elles nécessitent une grande force pour fracturer les particules. Ce cas peut être bien décrit par la relation de Hall-Petch :

$$\sigma = \sigma_0 + kd^{-1/2} \quad (I-1)$$

Avec

$\sigma$  : La contrainte.

$\sigma_0$  et  $k$  : sont des constantes.

$d$  : la taille des grains.

- **Le stade complet :**

A la fin de processus de mécanosynthèse, les particules de poudres présentent, une structure extrêmement déformé et métastable.

La structure lamellaire peut être observée par microscopie électronique a balayage. Un alliage ayant une composition identique a celle de départ est formé.



## I.8 PARAMETRES DE BROYAGES :

Outre les propriétés mécaniques des poudres de départ (fragilité, ductilité), le produit final au broyage dépend de nombreux paramètres tels que, l'intensité de broyage, l'atmosphère, le type de broyeur et le rapport masse bille / masse poudre.

### I.8.1 L'intensité de broyage :

L'intensité de broyage est un paramètre critique en mécanosynthèse, car elle mesure l'énergie de broyage qui est directement proportionnelle à la puissance générée durant le processus de broyage.

### I.8.2 La contamination :

L'un des problèmes cruciaux en mécanosynthèse est la contamination. Cette dernière peut être liée aux deux types : La contamination provenant des outils de broyage suite aux chocs répétés des billes, peut entraîner un changement de composition du produit final.

Ceci est d'autant plus important que la vitesse de rotation est grande (broyage intense). La pollution estimée à partir de la perte de masse des billes est d'autant plus grande que la masse des poudres broyées est faible, car les chocs ne sont pas amortis par la poudre.

Pour minimiser cette contamination différents matériaux peuvent être utilisés comme outil selon la nature des poudres étudiées.

Les outils de broyage les plus fréquents sont l'acier, le carbure de tungstène, le zirconium, la céramique.

L'atmosphère sur laquelle se fait le broyage a un effet non négligeable sur la nature de la poudre finale. En effet, la haute réactivité des surfaces fraîchement créées lors du broyage rend la poudre très sensible à la contamination par l'oxygène et/ou l'azote. Il a été montré que lors des broyages sous atmosphère d'azote ( $N_2$ ), une grande quantité d'azote est absorbée par les poudres.

Ainsi, et afin de limiter la contamination due au gaz, les jarres sont généralement scellées sous atmosphère d'argon dans une boîte à gants.

Les propriétés chimiques, physiques et mécaniques des poudres broyées peuvent être modifiées par la contamination.

### I.8.3 Le type de broyeur :

Le type de broyeur détermine le mouvement des billes à l'intérieur des jarres, donc la façon dont la pression va s'appliquer sur la poudre (frottement, chocs).

De ce fait, l'utilisation des différents types de broyeurs peut conduire à différents mécanismes et cinétiques de formation pour le même mélange.

Il a été montré [4] que la synthèse est plus rapide dans un broyeur vibratoire. De plus, l'énergie de broyage qui, varie selon les vitesses de rotation des jarres à un rôle important sur la nature des poudres final.

En effet si les vitesses de broyage sont très faibles, les collisions sont peu efficaces et par conséquent la cinétique de formation des alliages est plus lente.

### I.8.4 Le rapport masse bille / masse poudre :

Le rapport masse des billes sur celle des poudres est un paramètre important en mécanosynthèse. Il est donc nécessaire de le sélectionner convenablement.

En effet, plus le rapport est grand plus il s'avère néfaste pour le processus de broyage. Ceci est dû au fait que le nombre de collisions entraîne une augmentation de la température de broyage est par conséquent un large processus de diffusion.

Le rapport masse des billes / masse des poudres le plus utilisé est compris entre 10/1 et 50/1 [5].

L'élévation de la température locale des grains des poudres peut être estimée à partir de la déformation plastique donnée par la formule suivante [6].

$$\Delta T = F(\Delta t / \pi K_0 \rho_p C_p) \quad (I-2)$$

Avec

$\Delta t$  : le temps de déformation.

$F$  : le flux d'énergie dissipée

Tel que

$$F = \sigma_n V_r \quad (I-3)$$

$\sigma_n$  : la contrainte normale.

$V_r$  : la vitesse relative de la bille avant l'impact.

$\rho_p$  : la densité de la poudre.

$C_p$  : la chaleur spécifique.

$K_0$  : la conductivité thermique.

L'augmentation de la température à l'intérieure des jarres au cours du broyage, résulte de l'augmentation de la température locale des grains et de la température moyenne des outils de broyage.

## **Chapitre II**

---

# **HYPERFREQUENCE**

## II.1 INTRODUCTION :

L'hyperfréquence (micro-onde) désigne toutes les ondes électromagnétiques se propageant à une fréquence de 0.3 à 300GHz, qui correspond dans le vide à des longueurs d'ondes s'étalant de 1m à 1mm, et une vitesse de  $2.997 \cdot 10^8$  m/s.

Ils occupent dans le spectre électromagnétique la portion située entre les ondes radio et les rayons infrarouges figure (II-1). Cette région du spectre électromagnétique est la dernière à être exploitée expérimentalement, on effet ce n'est qu'en 1923 que les micro-ondes ont été générées et détectées pour la premier fois.

En 1930, les Américains et les Anglais ont découverts indépendamment que les avions refléter les ondes radio.

Le radar est l'un des champs d'application majeur des hyperfréquences. En aviation, les matériels électroniques courants comprennent les radars de poursuite, de surveillance, de guidage et de météo, les hyperfréquences sont aussi utilisées avec succès pour l'exploration spatiale.

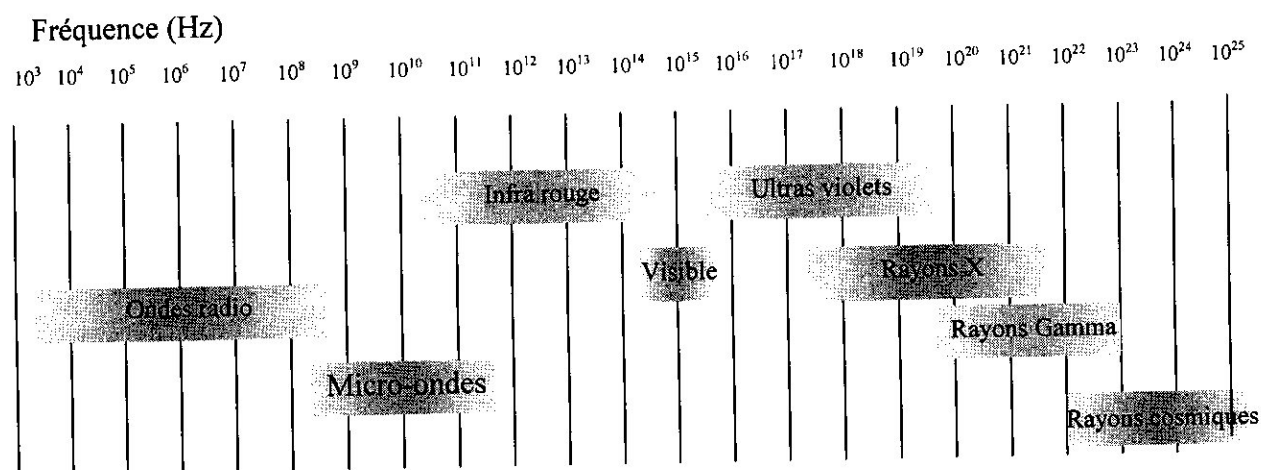


Figure (II-1): Spectre électromagnétique.

Pour l'étude et la caractérisation, il y a retour aux équations de Maxwell, la dérivation des équations régissant la propagation des ondes guidées se fait sans beaucoup de difficultés à partir des équations de Maxwell, on peut remarquer le plus aisément la validité de ces équations.

En effet, des termes peuvent en général être négligés aussi bien en basse fréquence qu'aux fréquences optiques, aux hyperfréquences, aucune simplification n'est en général autorisée.

## II.2 EQUATION DE MAXWELL :

En 1865, le physicien écossais J. C. Maxwell fut le premier à expliquer la répartition des phénomènes électriques et magnétiques dans un milieu ayant des conditions données, en termes seulement de quatre équations qui démontrent l'existence théorique des ondes électromagnétiques et décrivent la manière dont ces ondes se propagent.

Elles sont comme suit :

### II.2.1 L'équation de Maxwell -Faraday :

Elle désigne qu'une variation dans le temps du champ magnétique, engendre une variation spatiale du champ électrique, qui se traduit par :

$$\text{Rot}E = - \frac{\partial B}{\partial t} \quad (\text{II-1})$$

### II.2.2 Absence de monopoles magnéostatiques :

Les lignes de champ magnétique B ne convergent pas vers une destination, ni elles ont une source :

$$\text{div}B = 0 \quad (\text{II-2})$$

**II.2.3 Equation de Maxwell-Gauss :** les lignes de champ électriques convergent ou divergent d'une source chargée électriquement selon son signe :

$$\text{div}E = \frac{\rho}{\epsilon} \quad (\text{II-3})$$

$\rho$  : Densité volumique de charge

$\epsilon$  : Permittivité du milieu entourant la charge.

### II.2.4 Equation de Maxwell-Ampère :

l'équation de continuité du courant électrique ou conservation de l'électricité, préconise que la densité de courant  $J$  sortant d'un volume entourant un milieu diélectrique avec pertes, n'est autre que la dimension de la charge pendant le même temps.

$$\text{Rot} B = \mu \left[ J + \varepsilon \frac{\partial E}{\partial t} \right] \quad (\text{II-4})$$

### II.3 EQUATION D'ONDES :

Les équations de Maxwell appliquées à un milieu connu et avec des conditions initiales et aux limites données permettent théoriquement d'une manière rigoureuse de décrire les champs électromagnétiques donc il y a naissance d'onde électromagnétique.

Dans un milieu diélectrique homogène et absence de charges et de courants ( $J=0$ ,  $M=0$ , et  $\nabla \cdot E = \nabla \cdot H = 0$ ) les équations de Maxwell s'écrivent :

$$\nabla \times E = -J\omega\mu H \quad (\text{II-5})$$

$$\nabla \times H = +J\omega\varepsilon E \quad (\text{II-6})$$

Par la projection sur le plan longitudinal et transverse ces expressions peuvent être décomposées en :

#### Equations longitudinales :

$$\begin{cases} \nabla_t \times E_t = -J\omega\mu \text{ ez} H_z \\ \nabla_t \times H_t = +J\omega\varepsilon \text{ ez} E_z \end{cases} \quad (\text{II-7})$$

#### Equations transverses :

$$\begin{cases} \nabla_t E_z - \frac{\partial E_t}{\partial z} = -J\omega\mu \text{ ez} \times H_z \\ \nabla_t H_z - \frac{\partial H_t}{\partial z} = +J\omega\varepsilon \text{ ez} \times E_t \end{cases} \quad (\text{II-8})$$

La manipulation mathématique de ces équations démontre l'existence d'ondes électromagnétiques.

La manière dont elles se propagent dépend des caractéristiques physiques du milieu et des modes d'excitation.

Les différents modes possibles apparaissent en posant des conditions sur les composantes longitudinales ( $E_z$ ,  $H_z$ )

$E_z$	$H_z$	MODE
0	0	TEM
0	$\neq 0$	TE
$\neq 0$	0	TM
$\neq 0$	$\neq 0$	HYBRIDE

Tableau (II-1) : différents modes d'excitation

### II.3.1 Mode transverse électrique et magnétique (TEM) :

Ce mode de propagation électromagnétique est supporté par deux conducteurs comme dans une ligne de transmission, ou pour la propagation en espace libre dans les régions lointaines de la source.

Les champs existant dans ce cas n'ont de composantes que dans le plan transverse, étant donné que :  $E_z = H_z = 0$ .

Les équations transverses deviennent :

$$\frac{\partial E_t}{\partial z} = -j\omega\mu e_z \cdot H_t \quad (\text{II-9})$$

$$\frac{\partial H_t}{\partial z} = -j\omega\varepsilon e_z \cdot E_t \quad (\text{II-10})$$

On dérive de la première équation en  $\partial / \partial z$  et substitue de la seconde,

On pose que:  $\beta^2 = \omega^2 \varepsilon \mu$

On trouve une équation d'onde du second ordre qui décrit le champ électrique transverse

:



$$\frac{\partial^2 E_t}{\partial z^2} + \beta^2 E_t = 0 \quad (\text{II-11})$$

On obtient de la même manière l'équation du champ magnétique transverse :

$$\frac{\partial^2 H_t}{\partial z^2} + \beta^2 H_t = 0 \quad (\text{II-12})$$

Ces équations suggèrent l'existence d'une onde plane qui se propage le long de l'axe OZ, le terme  $\beta$  s'appelle le nombre d'onde ou la constante de propagation

Les expressions des champs peuvent être exprimés en fonction de la dépendance temporelle ( $e^{j\omega t}$ ) comme suit :

$$E_t = e(x, y) \left[ A e^{j(\omega t - \beta z)} + B e^{j(\omega t + \beta z)} \right] \quad (\text{II-13})$$

$$H_t = -z_g^{-1} e_z \cdot E_t$$

$E(x, y)$  : vecteur fonction modale.

Les caractéristiques d'une onde se propageant suivant le mode TEM sont les suivantes :

Les champs magnétique et électrique sont perpendiculaires donc le produit  $E_t \cdot H_t = 0$ .

La vitesse de phase :  $v_p = \frac{\partial z}{\partial t} = \frac{\omega}{\beta}$

La vitesse de groupe :  $v_g = \frac{\partial \omega}{\partial \beta}$

La vitesse de propagation :  $v = \frac{1}{\sqrt{\epsilon \mu}}$

Si le milieu est non magnétique ( $\mu = \mu_0$ ) : la vitesse de propagation devient :  $v = \frac{c}{\sqrt{\epsilon_r}}$

La longueur d'onde est :  $\lambda = \frac{2\pi}{\beta}$  ou  $\lambda = \frac{c}{f \sqrt{\epsilon_r}}$

La polarisation de l'onde est définie par la direction du vecteur champ électrique en relation avec la direction de propagation, dans le cas où le champ électrique reste dans le même plan la polarisation est dite linéaire, qui peut être verticale ou horizontale.

Le produit vectoriel  $\vec{S} = \vec{E} \wedge \vec{H}$  ou vecteur de Poynting détermine le flux de puissance transportée par l'onde.

La propagation est dite avec pertes si la conductivité du milieu est non nulle ( $\sigma \neq 0$ ), (diélectrique non parfait) l'exposant de propagation  $j\beta$  est remplacé par l'expression  $\delta = \alpha + j\beta$  avec :

$\alpha$  : l'affaiblissement linéique, comptant pour l'atténuation de puissance par unité de longueur.

$\beta$  : est le coefficient de déphasage.

### II.3.2 Mode transverse électrique (TE) :

Il peut être supporté par un seul conducteur creux : guide d'onde dont le champ électrique est renfermé dans un plan transverse tel que ( $E_z=0, H_z=0$ ) les équations de Maxwell deviennent :

$$\begin{aligned} -\frac{\partial E_t}{\partial Z} &= -j\omega\mu e_z \cdot H_t \\ \nabla_t H_z - \frac{\partial H_t}{\partial Z} &= j\omega\epsilon e_z E_t \end{aligned}$$

L'équation du second ordre pour le champ magnétique devient donc :

$$\nabla_t^2 H_z + \frac{\partial^2 H_z}{\partial Z^2} + \omega^2 \epsilon\mu H_z \quad (\text{II-14})$$

Celle-ci peut être décomposée en deux équations d'ondes, transverse et longitudinale :

$$\begin{cases} \nabla_t^2 H_z + \sigma^2 H_z = 0 \\ \frac{\partial^2 H_z}{\partial Z^2} + \beta^2 H_z = 0 \end{cases} \quad (\text{II-15})$$

$\sigma$  : Nombre d'onde transverse

$\beta$  : Nombre d'onde longitudinale

Tel que :  $\sigma^2 = \omega^2 \epsilon\mu - \beta^2$

La relation fondamentale pour une onde guidée est :  $\frac{1}{\lambda_g^2} = \frac{1}{\lambda_0^2} - \frac{1}{\lambda_c^2}$

$\lambda_0$  : Longueur d'onde libre (c/f).

$\lambda_g = \frac{2\pi}{\beta}$  : Longueur d'onde guidée.

$\lambda_c = \frac{2\pi}{\sigma}$  : Longueur d'onde de coupure.

Cette longueur correspond à la plus grande fréquence à partir de laquelle il y a propagation dans le guide.

Généralement, se sont les valeurs propres de l'équation d'onde qui sont directement fonction des caractéristiques physiques du guide.

La vitesse de propagation de groupe est :  $V_g = C \frac{\lambda_0}{\lambda_g}$

La vitesse de propagation de phase est :  $V_p = C \frac{\lambda_g}{\lambda_0}$

Le produit des vitesses est par conséquent  $V_g V_p = C^2$

L'impédance de l'onde :  $Z_g = \frac{\omega\mu}{\beta}$

### II.3.3 Mode transverse magnétique (TM) :

Le champ magnétique est confiné au plan transverse ( $E_z \neq 0, H_z = 0$ ) ce mode peut être supporté par un seul conducteur (guide d'onde) par analogie avec le mode TE, on trouve l'équation suivante :

$$\nabla_t^2 E_z + \frac{\partial^2 E_z}{\partial Z^2} + \omega^2 \epsilon\mu E_z = 0 \quad (\text{II-16})$$

On décomposant l'équation en deux équations d'ondes transverse et longitudinale :

$$\begin{cases} \nabla_t^2 E_z + \sigma^2 E_z = 0 \\ \frac{\partial^2 E_z}{\partial Z^2} + \beta^2 E_z = 0 \end{cases} \quad (\text{II-17})$$

Pour les longueurs d'onde et les vitesses de propagation, les mêmes expressions s'appliquent.

$$\text{L'impédance de l'onde est : } Z_g = \frac{\beta}{\omega\epsilon}$$

$$\text{Le champ électrique transverse est : } E_t = e(x, y) [Ae^{-j\beta z} + \beta e^{j\beta z}] \quad (\text{II-18})$$

## II.4 PROPAGATION :

La propagation des ondes électromagnétiques se divisent en deux classes : les ondes guidées qui se propagent dans les lignes de transmission et les guides d'ondes.

Et les ondes non- guidées se propagent en espace libre ou dans l'atmosphère, certaines fréquences sont absorbées par la pluie, le brouillard....etc.

## II.5 SUPPORTS D'ONDES :

### II.5.1 Ligne de Transmission :

Un dispositif qui permet le transfert d'énergie hyperfréquence entre une source et une charge, elle est constituée de deux conducteurs assurons une boucle pour le courant séparés par un diélectrique.

Ce milieu favorise la propagation d'ondes électromagnétique suivant le mode TEM (transverse électrique et magnétique).

### II.5.2 Les guides d'ondes :

Ce sont des tuyaux métalliques, de section rectangulaire ou circulaire remplis par l'air, comme leurs dimensions transversales sont de l'ordre de la longueur d'onde, ils ne sont utilisés qu'en micro-ondes entre 3GHZ et 90GHZ.

- **Guide circulaire** : c'est un tube cylindrique de rayon ( $r$ ) à paroi interne conductrice.

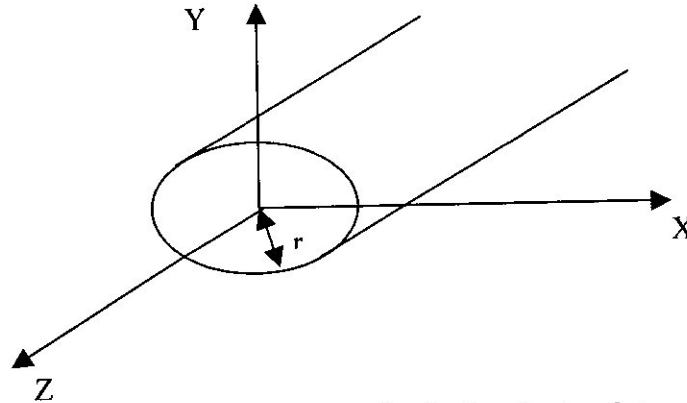


Figure (II-2-a) : Guide d'onde circulaire

- **Guide rectangulaire** : il est de forme rectangulaire, la section transverse du guide est telle que montrer sur la figure ci contre :

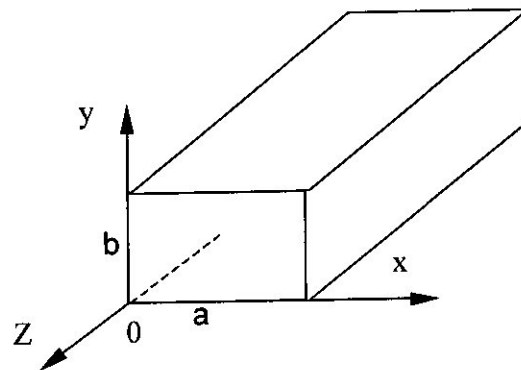


Figure (II-2-b) : Guide d'onde rectangulaire

Du fait qu'il n'y a qu'un seul conducteur, la propagation des ondes est soit suivant les modes TE, soit suivant les modes.

L'avantage par rapport aux lignes de transmission, c'est qu'ils causent moins de pertes et peuvent transporter plus de puissance, les parois métalliques internes doivent être lisses et d'une conductivité élevée pour jouer le rôle de miroir (exemple : cuivre avec  $\sigma = 5,810^7 \frac{1}{m}$ ).

L'épaisseur minimale métallisée doit correspondre à au moins  $5\delta$  avec  $\delta$  se référant à l'effet pelliculaire ou profondeur de peau, à la fréquence de travail  $f$  :

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\sigma \pi \mu_0 f}} \quad (\text{II-19})$$

La désignation des guides d'ondes repose sur les paramètres principaux suivantes : Les dimensions internes fixes donnent les bandes de fréquences RADAR (X, L, ...).

Les guides peuvent être rigides ou flexibles, faits en métal ou en plastique à parois internes métallisées. Plus important, la forme de la section transversale du guide peut être rectangulaire, circulaire ou autre.

**II.5.3 Le mode (TE) :** Pour ce mode la composante transverse de l'équation de l'onde :

$$\nabla_t^2 H_z + \sigma^2 H_z = 0 \quad (\text{II-20})$$

Les conditions à satisfaire sur les parois internes du guide sont :

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{Pour } x=0, a : \frac{\partial H_z}{\partial x} = 0 \\ \text{Pour } y=0, b : \frac{\partial H_z}{\partial y} = 0 \end{array} \right.$$

La longueur de coupures des modes  $TE_{mn}$  est donnée par :

$$\lambda_{c_{mn}} = \frac{2}{\sqrt{\left(\frac{m}{a}\right)^2 + \left(\frac{n}{b}\right)^2}} \quad (\text{II-21})$$

Sachant que :

$$\lambda_c = \frac{2\pi}{\sigma}$$

Tel que les nombres d'ondes transverses obtenue par :

$$\sigma = \sqrt{\left(\frac{n\pi}{a}\right)^2 + \left(\frac{n\pi}{b}\right)^2} \quad (\text{II-22})$$

En fonction de la longueur d'onde libre  $\lambda_0 = \frac{c}{f}$

On obtient :

$$\lambda_g = \frac{\lambda_0}{\sqrt{1 - \left(\frac{\lambda_0}{\lambda_c}\right)^2}} \quad (\text{II-23})$$

L'impédance caractéristique en  $\Omega$  :  $Z_0 = 377 \frac{\lambda_g}{\lambda_0}$

#### II.5.4 Le mode (TE<sub>mn</sub>):

Dans ce cas,  $m=1$  et  $n=0$ , ce mode correspond à la fréquence la plus basse qui peut se propager avec un minimum d'atténuation c'est le mode dominant.

La longueur d'onde et les dimensions du guide sont données par :  $\lambda = 2a$  et  $b = \frac{a}{2}$ .

La bande passante est la bande qui s'étale entre la fréquence de coupure du mode TE<sub>10</sub> et celle du mode TE<sub>20</sub>. Tel que :  $f_{10} < f < f_{20}$ .

### II.6 PHENOMENE DE REFLEXION ET DE TRANSMISSION :

Une onde se propageant dans l'air libre doit généralement rencontrer des milieux différents et donc des surfaces de séparation d'où la nécessité de poser des conditions aux limites

En général l'onde électromagnétique, en rencontrant une surface de séparation entre deux milieux, subit deux phénomènes.

- Un phénomène de réflexion
- Un phénomène de réfraction ou transmission

La réflexion et la transmission dépendent de la nature de l'onde électromagnétique, de la nature du milieu de réfraction et de la forme de la surface de séparation, tel que les micro-ondes se comporte de même façon que les ondes de lumière lorsqu'elles rencontrent un obstacle.

Elles sont en partie transmises dans cet obstacle et en partie réfléchies sur sa surface et l'onde incidente sur le premier milieu avec un angle  $\theta_i$ , va être transmise dans celui-ci avec

un autre angle, appelé angle de transmission  $\theta_t$ , et de même réfléchi avec un angle de réflexion  $\theta_r$ .

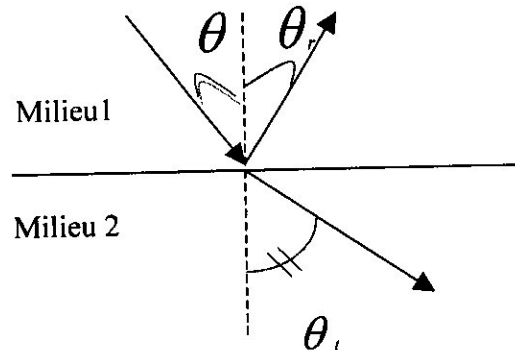


Figure (II-3) : transmission et réflexion d'une onde.

Les équations établies

$$\frac{E_i}{\sin \theta_i} = \frac{E_r}{\sin \theta_r} = \frac{E_t}{\sin \theta_t} \quad (II-24)$$

Autrement :

$$\frac{\sin \theta_r}{\sin \theta_i} = \frac{E_r}{E_i} \quad (II-25)$$

Et :

$$\frac{\sin \theta_t}{\sin \theta_i} = \frac{E_t}{E_i} \quad (II-26)$$

Dans notre cas on a :  $\theta_i = \frac{\pi}{2}$

Et dans le cas du matériau conducteur le coefficient de transmission est nul pour une épaisseur  $> 3\delta$

**II.6.1 L'indice de réfraction (n) :** C'est le facteur pour lequel l'onde est ralentie en entrant dans un milieu.

$n$  : est un paramètre caractéristique de chaque type de matériau.

La vitesse de propagation dans le milieu devient  $v = \frac{c}{n}$

La longueur d'onde :  $\lambda = \frac{\lambda_0}{n}$

Les équations deviennent :  $\frac{\sin \theta_r}{\sin \theta_i} = \frac{n_i}{n_r}$  et  $\frac{\sin \theta_t}{\sin \theta_i} = \frac{n_i}{n_t}$  (II-27)



Les équations de continuité des champs électrique et magnétique et donner par :

$$\begin{cases} E^r + E^i = E^t \\ H^r + H^i = H^t \end{cases} \quad (\text{II-28})$$

L'impédance intrinsèque  $Z_1$  du premier milieu peut être définie en terme de champ électrique et champ magnétique pour l'onde réfléchie ou pour l'onde incidente puisqu'elles se propagent dans le même milieu :

$$Z_1 = \frac{E^r}{H^r} = \frac{H^i}{E^i}$$

L'impédance de l'onde réfléchie est notée négativement puisqu'elles se propagent dans le sens inverse à la propagation de l'onde incidente

L'impédance intrinsèque  $Z_2$  du deuxième milieu :  $Z_2 = \frac{E^t}{H^t}$

Le coefficient de réflexion est donner par :  $R = \frac{E^r}{E^i} = \frac{H^r}{H^i}$

En fonction des impédances :  $R = \frac{Z_2 - Z_1}{Z_2 + Z_1}$

En fonction des coefficients de réfraction :  $R = \frac{n_2 - n_1}{n_2 + n_1}$

Le coefficient de transmission est donner par :  $T = \frac{E^t}{E^i} = \frac{H^t}{H^i}$

En fonction des impédances :  $T = \frac{2Z_2}{Z_2 + Z_1}$

En fonction des coefficients de réfraction :  $T = \frac{2n_2}{n_2 + n_1}$

En fonction des coefficient de réflexion :  $T=1-R$

## II.7 PRINCIPE DE CONTROLE PAR MICRO-ONDE :

L'interaction des micro-ondes avec les matériaux est définie par l'énergie électrique et magnétique emmagasinée et dissipée, en terme de polarisation de magnétisation et de conduction puisque les micro-ondes sont totalement réfléchies à la surface des matériaux conducteurs , ceci nous permet d'étudier leur surfaces externe.

Par contre, dans les matériaux diélectrique «il » ne sont pas, l'interaction ne permet pas seulement la mesure d'épaisseur, de dimension mais aussi le contrôle non destructif de l'intérieur

du matériau, la détermination de ces caractéristique et la détection d'anomalies une onde électromagnétique se propageant dans un milieu diélectrique ne subit de réflexion et de transmission partielle que si elle rencontre une variation d'impédance.

D'autre part, chaque matériau est caractérisé par une impédance propre à lui. Donc l'onde électromagnétique réfléchié tant qu'il existe un changement de milieu sa vitesse de propagation et son amplitude varient aussi avec le changement de milieu.

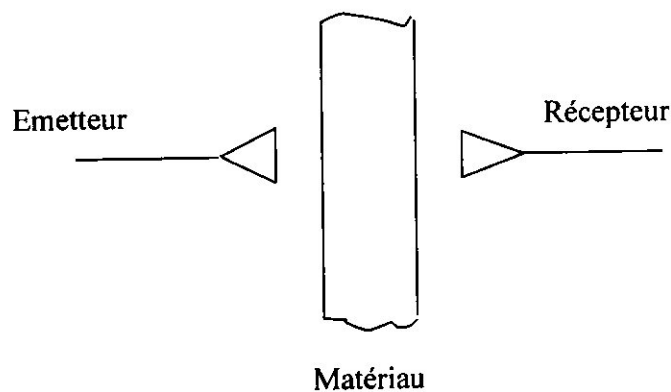
Une onde émise dans la direction d'une pièce à contrôler saine ne subit que deux réflexions.

Une au début de la pièce et une autre à la fin de la pièce qui correspond aux deux discontinuités majeures d'impédance.

**II.7.1 Mode de mesure :** on définit plusieurs modes de mesure qui sont fonction du type d'onde.

- **Par l'onde transmise :**

Dans ce cas là, on utilise deux éléments différents pour l'émission et la réception sur deux cotés du spécimen la présence d'une anomalie dans le matériau provoque une atténuation plus prononcée de l'onde incidente, donc une onde transmise plus faible on peut détecter d'éventuelle présence de défauts. (Voir figure ci dessous)



*Figure (II-4) : Mode de mesure par onde transmise.*

• **Par onde réfléchi :**

Pour ce type de contrôle, on peut utiliser un seul élément pour l'émission de l'onde et pour sa réception, ou deux éléments distincts.

Il en existe plusieurs configurations qui sont fonction du type de défaut recherché, L'utilisation d'un seul élément pour les deux fonctions permet de réduire l'encombrement et facilite l'accès aux zones à contrôler.

En effet, il ne nécessite de deux faces de la pièce pour le contrôle par contre, l'utilisation de deux éléments pour la mesure évite la superposition du signal émis et les différentes réflexions dues aux milieux de propagation.

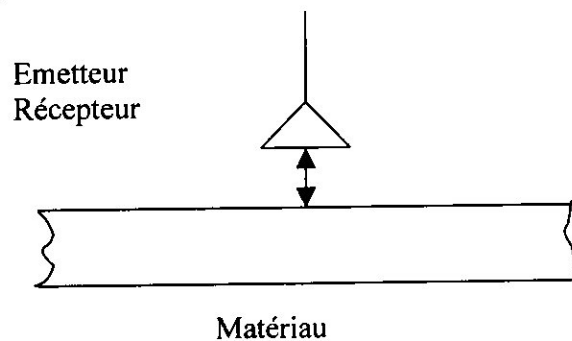


Figure (II-5) : mode de mesure par onde réfléchi

**II.7.2 La chaîne de mesure :** On a utilisé une chaîne de mesure par onde réfléchi comme représente ci-dessous :

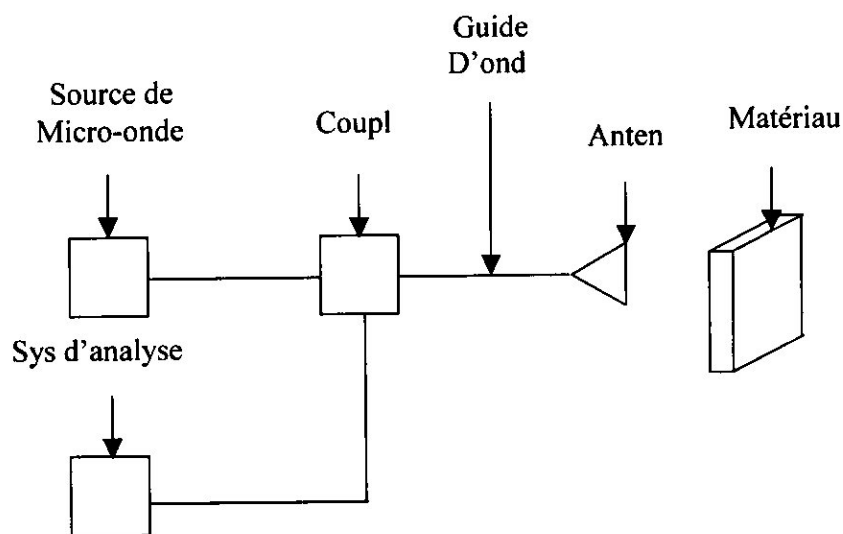


Figure (II-6) : Schéma synoptique de mode de mesure

Cette chaîne de mesure est généralement constituée de :

- **Le générateur de micro-ondes :**

Ce générateur génère les micro-ondes avec la puissance nécessaire au contrôle, il englobe aussi d'autres éléments tels que les amplificateurs, les filtres, l'atténuateur ....

- **Les supports d'onde :**

Les supports d'ondes ont le rôle d'acheminer l'onde vers sa destination on distingue deux types : les câbles coaxiaux, les guides d'ondes qui se présentent sous plusieurs formes.

- **Les antennes :**

Elles sont utilisées pour le contrôle non destructif, se trouvant en fin de guide, de forme circulaire ou carrée.

- **Système d'analyse :**

Les mesures obtenues lors du contrôle sont traitées et affichées sur un écran d'oscilloscope ou stockées par PC.

## Chapitre III

---

# MAGNETISME

### III.1 LE MAGNETISME :

#### III.1.1 Historique :

L'histoire du magnétisme remonte à plusieurs millénaires avant notre ère. Le nom de la magnétite oxyde fer ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dont est issu le mot magnétisme dérive lui-même de celui de la province grecque magnésia en Thessalie où l'on trouvait des pierres aimantées de magnétite.

La boussole, première application pratique du magnétisme, était connue des chinois et des arabes depuis de milliers d'années. Le développement du magnétisme moderne n'a commencé qu'à partir du 17<sup>siècle</sup> vers 1600 avec William Gilbert, le premier qui a introduit les notions physiques de pôles magnétiques et des lignes de forces. Après Gilbert, les choses ont stagnés pendant 200ans.

Mais une succession ininterrompue de découvertes fondamentales ont marqué le 19<sup>ème</sup> et 20<sup>ème</sup> siècle [7]. Les applications du magnétisme, et en particulier celles de l'électromagnétisme, sont considérables : boussole, compas de navigation, moteurs électriques tubes cathodiques des récepteurs de télévision, microscope électronique, mémoire magnétique des ordinateurs, magnétoscopes, accélérateurs de particules, générateurs magnétohydrodynamiques, etc.... [8].

#### III.1.2 Introduction :

Nous allons nous intéresser aux propriétés magnétiques de particules ferromagnétiques. La recherche dans ce domaine est en plein essor du fait des problèmes fondamentaux soulevés par ces petites particules, que ce soit en ce qui concerne les propriétés dynamiques du moment magnétique de ces particules ou les questions liées aux interactions entre ces particules.

Dans cette partie, nous rappelons brièvement les propriétés du magnétisme qui nous intéressent dans le cas de matériaux massifs (le diamagnétisme, le paramagnétisme et le ferromagnétisme) puis nous présentons quelques aspects du magnétisme des nanoparticules notamment les différentes énergies d'anisotropie que l'on peut rencontrer dans le cas de nanocristallin magnétiques, ainsi que les problèmes d'interaction entre particules.

Dans les métaux comme le Cobalt, le Nickel ou le Fer, l'origine du magnétisme est due en premier lieu à l'existence d'électrons célibataires sur la couche 3d des ions métalliques.

## III.2 CLASSIFICATION DES SUBSTANCES MAGNETIQUES :

### III.2.1 Magnétisme macroscopique :

Un matériau est constitué d'un ensemble de moments magnétiques. D'un point de vue macroscopique, il est donc possible de définir l'aimantation  $M$  d'un système comme étant le moment magnétique par unité de volume. Si ce système est soumis à un champ magnétique extérieur  $H$ , on peut définir la susceptibilité magnétique  $X$  par:

$$X = \frac{dM}{dH} \quad (\text{III-1})$$

$M$  : l'aimantation

$H$  : champ magnétique extérieur

Les matériaux peuvent alors être classifiés suivant leur susceptibilité et ses variations en fonction de différents facteurs physiques. De cette manière, nous pouvons distinguer:

- **Paramagnétisme :**

Le paramagnétisme est caractérisé par une susceptibilité magnétique faible et positive, elle dépend de la température selon une loi de Curie :

$$X_m = C/T \quad (\text{III-2})$$

$C$  : constante de Curie

$T$  : température de Curie

$X_m$  : susceptibilité magnétique

La saturation ne peut être observée qu'à très basse température et à l'aide de champ magnétique intense.

Si un matériau est composé d'atomes dont les couches électroniques ne sont que partiellement remplies, le cas des éléments dits de transitions ces atomes portent un moment magnétique permanent, ces moments sont généralement orientés de manière aléatoire en raison de l'agitation thermique, de sorte que l'aimantation  $M$  est nulle en absence de champ appliqué. Si un champ externe  $H_0$  est appliqué au matériau, les moments magnétiques auront tendance à s'aligner avec le champ  $H$  dans le but de minimiser leur énergie potentielle.

L'aimantation soit proportionnelle au champ  $H$ , cette énergie potentielle magnétique soit petite par rapport à l'énergie thermique.

On trouve le paramagnétisme par mis de grands nombres de métaux tels que : platine, aluminium, magnésium, titane, tungstène, palladium.

- **Diamagnétisme :**

Le diamagnétisme trouve son origine dans le phénomène d'induction, il est caractérisé par une susceptibilité magnétique négative très faible, il se distingue également par le fait qu'il est pratiquement indépendant de la température.

Les différents matériaux se distinguent par la relation entre  $M$  et  $B$  ou  $H$  et  $B$  cette relation s'obtient par des considérations microscopiques impliquant évidemment la mécanique quantique et ne peut être comprise par des arguments classiques seulement. Premièrement les matériaux dits diamagnétiques, dans ceux-ci les atomes ne possèdent pas de moment magnétique permanent car les couches électroniques sont complètement remplies :

Le moment cinétique de l'atome du aux électrons s'annule, ainsi que le moment magnétique associé, cependant, ces atomes peuvent développer un moment magnétique induit si un champ magnétique externe  $H_0$  appliqué, le moment induit sera opposé au champ appliqué

$$\begin{aligned} B &= \mu M \\ M &= \chi_d H \end{aligned} \quad (\text{III-3})$$

$\chi_d$  : Susceptibilité magnétique

Dans les matériaux diamagnétiques :  $\chi_d$  négatif puisque  $M$  s'oppose au champ donc  $\mu < 1$ , on trouve le diamagnétisme dans tous les métalloïdes autres que l'oxygène et parmi de grands nombres de métaux telle que l'or, argent, bismuth, cuivre, mercure, plomb... etc.

- **Ferromagnétisme :**

Ce type de magnétisme se caractérise par des relations non linéaires entre  $\vec{H}$  et  $\vec{M}$ .

Un matériau ferromagnétique peut faire apparaître une induction très importante. Pour de faibles valeurs du champ d'excitation  $\vec{H}$  jusqu'à ce qu'il atteigne une limite appelée aimantation de saturation.

Certains matériaux en raison de l'existence d'aimants permanents, présentent une aimantation spontanée en l'absence de tout champ extérieur et en dessous d'une certaine température. Pour expliquer cela. Il est nécessaire indépendamment de toute influence extérieure de faire intervenir un phénomène coopératif de mise en ordre de ces moments [9].

Ainsi, le ferromagnétisme est dû à l'existence d'interactions de nature ferromagnétique entre ces moments magnétiques locaux. Il est caractérisé expérimentalement



par l'apparition d'une aimantation spontanée dans le matériau étudié en dessous d'une température appelée température de Curie  $T_c$ , un ordre à longue distance se réalise en orientant de façon parallèle tous les spins du système. Un moment magnétique permanent en résulte.

Au dessus de  $T_c$ , l'agitation thermique l'emporte sur les interactions entre spins, les moments magnétiques locaux se trouvent découplés et le comportement magnétique du matériau devient celui d'un composé paramagnétique. Sa susceptibilité magnétique suit alors en première approximation une loi de Curie Weiss [10].

D'après la figure suivante, on remarque que le diamagnétisme est un phénomène généralement masqué par le paramagnétisme et à fortiori par le ferromagnétisme

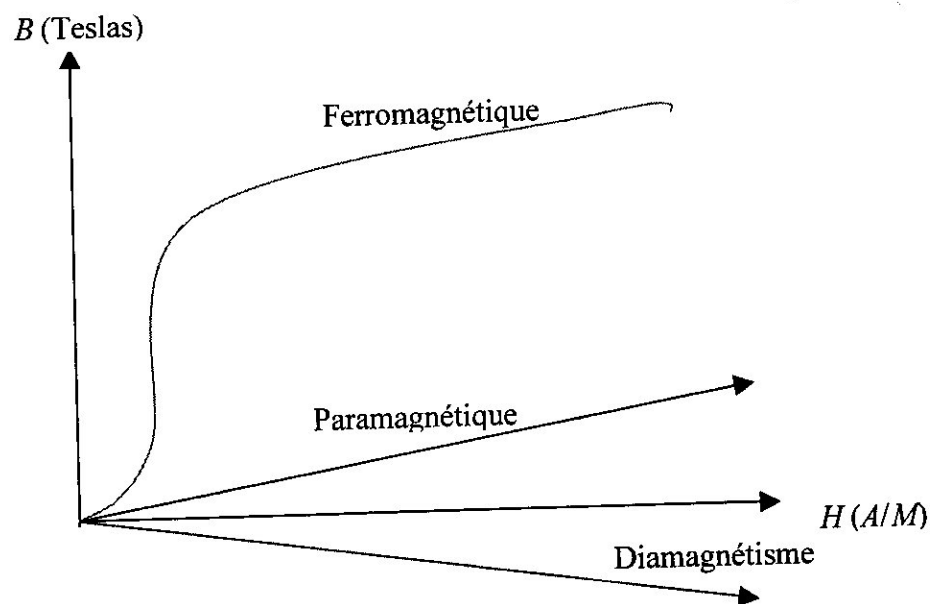


Figure (III-1) : variation de l'induction magnétique ( $B$ ) en fonction de champ ( $H$ )

### III.2.2 Caractéristiques d'un composé ferromagnétique :

Un corps ferromagnétique peut être caractérisé, à une température donnée, par les grandeurs physiques suivantes :

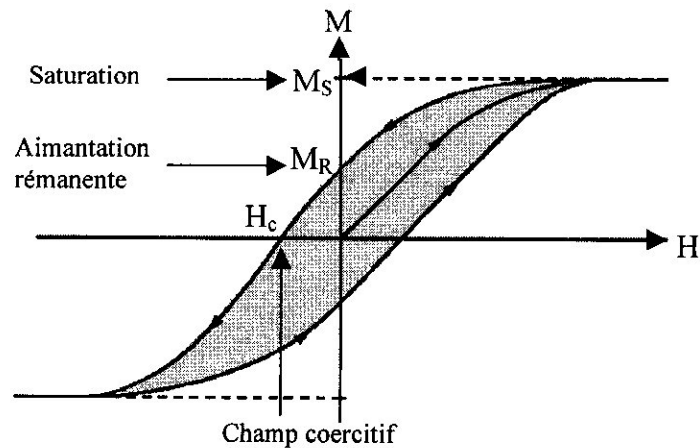


Figure (III-2) : principaux paramètres déterminés à partir d'un cycle d'hystérésis.

### III.2.3 Aimantation à saturation $M_s$ :

C'est l'aimantation maximale obtenue lorsque tous les moments sont alignés dans le sens du champ. Pour les métaux des terres rares, l'aimantation à saturation correspond à celle des ions trivalents : les trois électrons extérieurs 5d et 6d ne jouent qu'un rôle secondaire sous forme d'électrons de conduction.

Pour le fer, le cobalt et le nickel les effets magnéto mécaniques montrent que  $g$  est voisin de 2, le moment orbital est complètement bloqué et on s'attend à observer les valeurs du moment à saturation voisines  $2S\mu_B$ , c'est-à-dire multiples du magnéton de Bohr, tandis que l'expérience donne des valeurs fractionnaires :  $2,2\mu_B$  ;  $0,75\mu_B$  ;  $0,6\mu_B$ . pour expliquer cela, on admet que les niveaux d'énergie atomiques 4s et 3d, au lieu d'être étagés séparément les uns au dessus des autres comme dans l'atome libre, sont élargis par les interactions et deviennent deux bandes qui chevauchent l'une sur l'autre : la bande 4s très large, et la bande 3d plus étroite. c'est ainsi que les dix électrons du nickel, au lieu de remplir complètement la bande 3d, se partagent : 0,4 vont en 3d et 0,6 en magnétisme et c'est finalement 0,6 électron qui manque à la bande 3d trou, qui sont à l'origine du moment à saturation fractionnaire du nickel [11].

$g$  : facteur de Landé

$s$  : moment de spin

$\mu_B$  : moment d'atome de Bohr

**III.2.4 Aimantation rémanente et champ coercitif ( $M_r$ ,  $H_c$ ) :**

- **Aimantation rémanente :**

C'est l'aimantation mesurée après retour au zéro du champ magnétique appliqué ; c'est-à-dire l'aptitude d'une substance ferromagnétique à créer des champs magnétique sans dépense d'énergie.

- **Champ coercitif :** c'est le champ nécessaire pour annuler l'aimantation.

L'existence d'une hystérésis signifie que l'aimantation  $M$  est couplée au réseau cristallin et à ses défauts ainsi qu'à la forme géométrique de l'échantillon. C'est l'intensité de ce couplage qui, si elle est contrôlée, détermine toutes les applications. Quand elle est très faible on dit que le matériau est doux (cycle étroit).

Il se prête à des applications en régime alternatif dans les générateurs, les moteurs, les bobinages... etc. Quand l'intensité de ce couplage est très forte, le cycle est très large, on dit que le matériau est dur, ce matériel peut être utilisé comme un aimant permanent qui doit posséder une aimantation rémanente forte ainsi qu'au champ coercitif élevé.

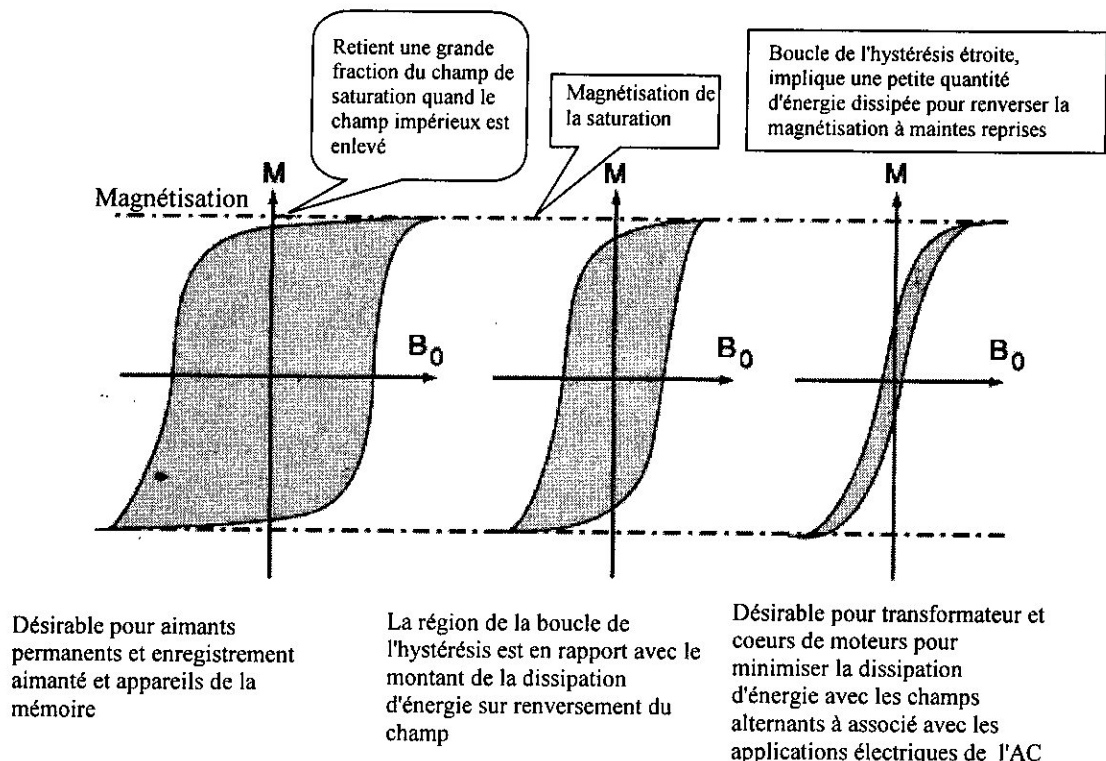


Figure (III-3) : Différents types des cycles hystérésis

### III.3 ANTIFERROUMAGNETISME ET FERRIMAGNETISME :

L'antiferromagnétique est caractérisé par une disparition des propriétés magnétiques du solide en dessus d'une certaine température appelée température de Néel et notée  $T_N$ .

Expérimentalement. L'aimantation tend à s'annuler au dessus de cette température. Ce comportement s'explique par l'apparition alors de deux sous réseaux identiques de spins interagissant entre eux de manière antiferromagnétique. Dans ce cas, un ordre magnétique à longue distance s'instaure sur la base d'une orientation antiparallèle des spins de l'ensemble du composé.

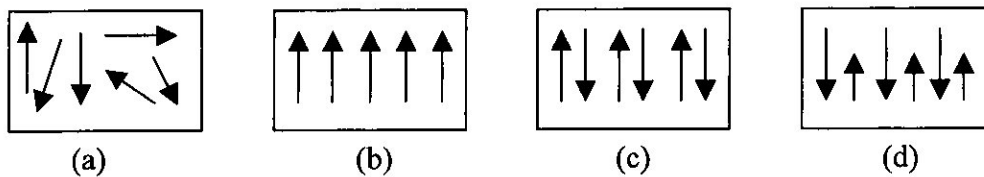


Figure (III-4) : Représentation schématique des organisations des moments magnétiques locaux

- un composé paramagnétique,  $J = 0$
- un composé ferromagnétique à une température inférieure à  $T_C$ .  $J > 0$
- un composé antiferromagnétique à une température inférieure à  $T_N$   $J < 0$
- un composé ferrimagnétique à une température inférieure à  $T_C$   $J < 0$

Ces différents comportements magnétiques macroscopiques sont la conséquence des interactions qui existent dans la matière au niveau des entités magnétiques élémentaires. En particulier l'interaction d'Heisenberg participe notablement aux corrélations entre les moments magnétiques locaux qui mènent à l'apparition d'un ordre magnétique à grande distance, la nature de cet ordre étant alors liée à la valeur de constante d'échange  $J$ .

### III.4 ENERGIE D'ANISOTROPIE MAGNETIQUE

Dans un matériau ferromagnétique, l'ordre magnétique a pour origine l'énergie d'échange qui favorise l'alignement des spins voisins. D'autre part, il existe une autre énergie, beaucoup plus faible, qui tend à orienter la direction des spins avec des directions cristallines particulières, nommées *directions de facile aimantation*. Une origine possible de cette énergie est le recouvrement des distributions électroniques autour d'ions voisins: le couplage spin-orbite rompt la sphéricité des orbitales, et l'énergie du système varie lors d'une rotation des spins par rapport aux axes cristallins.

Nous entendons par anisotropie magnétique, la dépendance de l'énergie interne d'un système vis-à-vis de la direction de son aimantation, relativement à ses axes de facile aimantation. Nous appelons un terme d'énergie de ce type, énergie d'anisotropie magnétique. Généralement l'énergie d'anisotropie magnétique possède la même symétrie que la structure cristallographique du matériau et nous l'appelons énergie magnéto cristalline. Mais les origines de l'anisotropie magnétique peuvent être multiples comme nous allons le voir, elles peuvent être d'origine cristalline, de forme, de surface ou de contrainte.

### III.4.1 Anisotropie magnétocristalline :

Nous constatons expérimentalement que pour des monocristaux de Fe ou de Co, pour lesquels  $M = 0$  en l'absence de champ appliqué, l'aimantation est plus facile à saturer si l'on applique un champ magnétique le long de certaines directions cristallographiques.

Par exemple pour le Nickel massif, de structure cubique face centrée, l'aimantation croît plus rapidement pour un champ appliqué selon l'axe [111], tandis que pour le Fer (cubique centré) c'est dans la direction [100] que l'aimantation s'établit le plus aisément. Pour le Cobalt (hexagonal compact), l'axe de facile aimantation est l'axe de la structure hexagonale.

Dans le cas du Cobalt figure (III-5), si le champ appliqué est parallèle à l'axe sénaire du cristal, un champ inférieur à 100Oe (0,01T) est suffisant pour atteindre l'aimantation à saturation  $M_s$ , en revanche si le champ est appliqué perpendiculairement à l'axe sénaire, il faut appliquer un champs de 2000Oe (0,2T) pour atteindre l'aimantation à saturation  $M_s$ .

Cela prouve que, dans un cristal, l'aimantation est orientée de manière préférentielle suivant certaines directions appelées directions de facile aimantation.

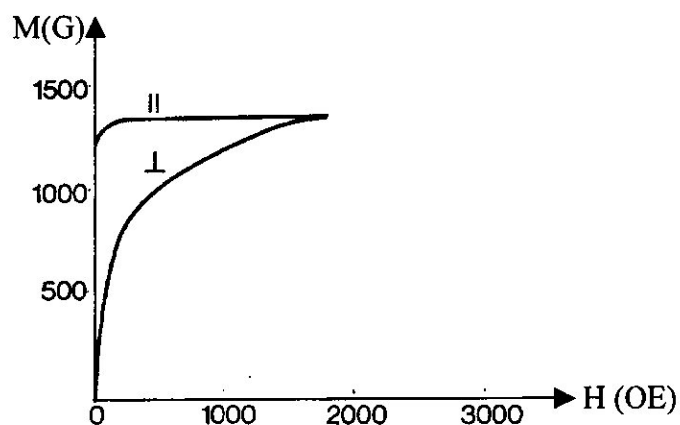


Figure (III-5): Variation de l'aimantation en fonction du champ appliqué pour un échantillon monocristallin de Cobalt.

L'énergie magnétocristalline dépend de la symétrie cristallographique du système en l'occurrence dans le cas de nanocristallin, elle dépend du type de structure cristalline des nano particules considérées.

Elle s'exprime en fonction du volume  $V$  de la particule et d'une ou plusieurs constantes d'anisotropie.

Par exemple, dans le cas d'une symétrie uni axiale (cas du cobalt massif de structure hexagonale compacte hcp) l'énergie d'anisotropie dépend d'un seul axe de facile aimantation alors que dans le cas du Fer ou du Nickel il y a plusieurs axes de symétrie équivalents (symétrie cubique) et donc plusieurs axes de facile aimantation.

### III.4.2 Anisotropie magnétostatique ou de forme :

Une anisotropie magnétique de forme peut-être induite si la forme de la particule s'écarte d'une sphère. C'est la discontinuité de l'aimantation à la surface de la particule qui crée un champ démagnétisant  $H_d$ , une énergie magnétostatique est associée à ce champ.

Si la particule est ellipsoïdale, l'énergie magnétostatique dépend de l'orientation du vecteur aimantation par rapport aux axes de l'ellipsoïde. L'énergie magnétostatique peut s'écrire:

$$E_{magne} = \frac{1}{2V} (N_x m_x^2 + N_y m_y^2 + N_z m_z^2) \quad (\text{III-4})$$

Avec :

$V$  : le volume de la particule

$m_{x,y,z}$  : les composantes du vecteur aimantation  $m$

$N_{x,y,z}$  : les facteurs (de champ) démagnétisant qui dépendent de la forme de la particule.

Ils sont calculables dans le cas d'un ellipsoïde mais de manière générale les calculs sont assez compliqués pour une forme quelconque. Les coefficients de champ démagnétisant vérifient la relation  $N_x + N_y + N_z = 4\pi$

Pour une sphère, ils sont égaux à  $4\pi/3$  et l'énergie magnétique ne varie pas lors d'une rotation de l'aimantation  $M$ : l'énergie d'anisotropie de forme pour une sphère est nulle.

La contribution de l'énergie d'anisotropie de forme peut être dans certains cas d'un ordre de grandeur comparable ou supérieur à l'anisotropie magnétocristalline.

### III.4.3 Anisotropie de surface :

La surface joue un rôle primordial pour les propriétés des petites particules à cause du grand nombre d'atomes situés en surface. Cette importance de la surface se retrouve dans un terme d'énergie d'anisotropie de surface qui intervient dans le bilan de l'énergie interne d'une particule.

Le premier effet qui contribue à cette anisotropie vient du fait que la surface est une frontière séparant deux milieux, la particule et l'extérieur de la particule, il existe donc une discontinuité pour les interactions magnétiques.

La forme de la surface participe donc à l'anisotropie de forme ou anisotropie magnétostatique dont nous avons parlé précédemment. La surface intervient dans un terme d'énergie superficielle, qui prend une forme simple pour une symétrie cubique, elle s'exprime par unité de surface de la manière suivante:

$$(E_{su})_t = K_s \cos^2 \theta \quad (\text{III-5})$$

Avec :

$\theta$  : L'angle entre le vecteur aimantation  $m$  et la perpendiculaire à la surface de l'échantillon.

$K_s$  : est la constante d'anisotropie de surface, elle dépend essentiellement des constantes de magnétostriction du matériau.

L'importance de l'énergie d'anisotropie de surface se retrouve principalement dans les matériaux en couches minces multiples (Cobalt -Or), car cette énergie d'interface peut permettre dans certains cas d'obtenir une aimantation perpendiculaire aux couches magnétiques bien que l'énergie d'anisotropie de forme ait tendance à maintenir l'aimantation dans le plan des couches, ce qui est très important pour les applications.

### III.4.4 Anisotropie magnétoélastique :

Une particule magnétique aimantée subit des contraintes dans la direction de l'aimantation due à la magnétostriction.

De manière générale, la présence d'une surface magnétique entraîne l'existence d'un autre type d'anisotropie, à cause des effets de magnétostriction, la surface subit des contraintes du fait même de l'existence de l'aimantation. Ces contraintes sont dirigées suivant le vecteur d'aimantation  $M$ .

Mais l'énergie intervenant dans ces phénomènes est généralement faible et peut être négligée. Cependant la surface peut subir des contraintes extérieures et alors l'énergie magnétoélastique peut alors être nettement plus grande et devenir significative par rapport à l'énergie magnétocristalline.

Pour une symétrie cristalline cubique, l'énergie magnétoélastique s'écrit:

$$E_{m.e} = -\frac{3}{2} \lambda \sigma \cos^2 \theta \quad (\text{III-6})$$

Avec :

$\lambda$  : La constante magnétoélastique

$\sigma$  : La contrainte supposée unie axiale

$\theta$  : L'angle entre l'axe de la contrainte et l'aimantation.

#### III.4.5 Anisotropie résultante :

Pour un matériau donné et une particule donnée l'énergie d'anisotropie résultante est la somme des différentes énergies d'anisotropie magnéto cristalline, de forme (magnétostatique), de surface et magnétoélastique.

Si la symétrie cristalline est cubique, l'énergie d'anisotropie totale dépend de l'orientation de l'axe de l'ellipsoïde par rapport aux axes cristallins. Mais l'énergie d'anisotropie totale est souvent assez délicate à calculer dans le cas où il y aurait un terme d'anisotropie magnétoélastique cubique.

Souvent il est utile d'estimer les valeurs des différentes anisotropies afin de ne prendre en compte que les termes conséquents.

Pour ce qui est de l'anisotropie magnétoélastique, elle semble assez faible comparée à l'anisotropie magnétoélastique et de forme.



## III.5 DOMAINES MAGNETIQUES ET CYCLES

### D'HYSTERESIS :

#### III-5-1) Domaines et parois :

L'énergie du système s'exprime comme la somme de ces différentes énergies. Afin de minimiser cette somme, des domaines magnétiques séparés par des parois de Bloch se forment dans les matériaux.

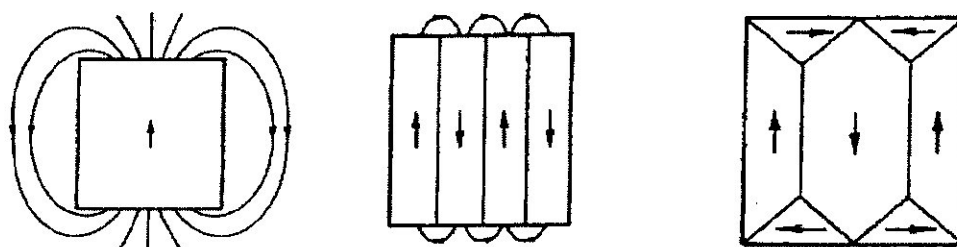


Figure (III-6-a) : Réduction de l'énergie par la création de domaine

Paroi de Weiss a été amené à supposer qu'un matériau ferromagnétique était divisé en petites régions, appelées domaines. En l'absence de tout champ externe, le champ interne tend à orienter parallèlement les moments élémentaires des différents porteurs: chaque domaine possède, de ce fait, une aimantation spontanée, ce champ interne est l'expression des forces magnétocristalline.

Se sont des couplages entre certains groupes d'atomes qui créent ce champ interne cohérent et qui tendent à orienter tous les moments dans une certaine direction cristallographique, et ce dans chaque domaine. Suivant la symétrie cristalline, il existe une ou plusieurs directions privilégiées pour l'aimantation spontanée: ce sont les directions de facile aimantation [12]. A température ambiante, l'axe de facile aimantation pour le cobalt hexagonal est la direction (0001), et pour le cobalt cubique (111). En l'absence de champ extérieur, chaque domaine est donc aimanté spontanément à saturation. L'agitation thermique tend à s'opposer à cet ordre, et ce n'est donc qu'à 0 K que l'orientation est parfaite. Chacun des domaines ayant sa propre orientation, l'aimantation globale d'un ferromagnétique est donc nulle en l'absence de champ.

Ces domaines magnétiques sont séparés par des parois de Bloch. Pour passer d'un domaine (A) à un domaine voisin (B) dont les directions d'aimantation sont opposées, le vecteur aimantation tourne progressivement à l'intérieur même de la paroi.

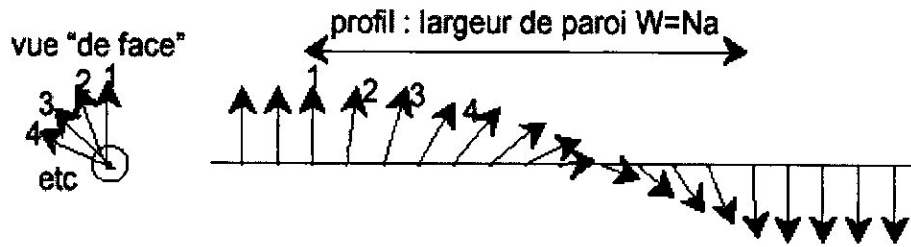


Figure (III-6-b) : mouvement des moments

**III-5.2 Courbe d'hystérésis :**

La relation existant entre B et H dans un matériau ferromagnétique est non linéaire, la raison de cette irréversibilité dans le comportement de l'aimantation est la suivante :

Les moments magnétiques microscopiques ne sont pas globalement alignés dans le matériau (regroupés en domaines microscopiques) dans chacun des domaines il y a alignement des dipôles atomiques, mais l'orientation de M varie d'un domaine à l'autre.

La séparation spontanée du milieu en différents domaines survient dans le but de minimiser l'énergie magnétique totale de l'échantillon c'est-à-dire l'énergie d'un domaine dans le champ créé par les autres domaines, au fond il s'agit de l'interaction dipolaire qui prend sa revanche sur l'interaction d'échange.

Il est donc avantageux d'avoir un alignement des moments à courte distance (à l'intérieur des domaines) mais une orientation presque antiparallèle aux longues distance.

Lorsqu'un champ externe est appliqué, certains domaines ayant une aimantation parallèle au champ appliqué sont avantagés par rapport aux autres.

Les murs séparant les différents domaines sont donc mobiles, cependant le mouvement des murs dissipent de l'énergie et il s'agit la de l'origine le l'hystérèse.

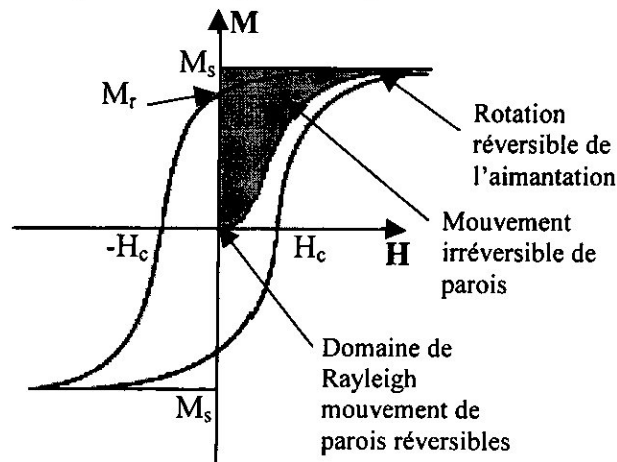


Figure (III-7): Courbe d'hystérésis d'un matériau ferromagnétique.

Le cycle est obtenu en appliquant un champ  $H_a$  élevé, c'est la courbe de première aimantation qui est réversible sur une petite partie de la courbe (domaine réversible de Rayleigh). L'aimantation atteint alors une aimantation à saturation  $M_S$ . Si le champ baisse, l'aimantation  $M$  passe par l'aimantation rémanente  $M_R$  à champ nul. L'aimantation devient nulle pour  $H = H_C$

### III.5.3 Classification des matériaux ferromagnétiques :

On distingue différentes catégories de matériaux magnétiques: les matériaux doux, les matériaux durs et les supports pour l'enregistrement magnétique.

La caractéristique fondamentale des *matériaux doux*, comme le fer, est leur capacité à réagir à un champ magnétique extérieur de faible intensité; ils se caractérisent par une aimantation rémanente ( $M_R$ ) importante et un champ coercitif ( $H_C$ ) faible. Les matériaux doux servent de guide au flux magnétique (transformateurs ou moteurs); dans d'autres applications, ils sont capables de détecter la présence d'un champ de très faible intensité (têtes de lecture, capteurs).

Les *matériaux durs*, tel que l'acier, présentent un champ coercitif important, et ils seront utilisés pour réaliser des aimants permanents.

### III.6 Nano magnétisme :

#### III.6.1 Introduction :

Depuis de nombreuses années, les physiciens pensent que les petites structures constituent des systèmes idéaux pour étudier les mécanismes élémentaires de retournement de l'aimantation et ainsi que l'étude de magnétisme à un niveau intermédiaire entre les échelles atomiques et macroscopiques [13]. En effet, à une échelle suffisamment petite, les interactions ferromagnétiques entre les spins entraînent leur alignement en un seul domaine sans qu'apparaissent les complications dues à l'existence de parois entre les différents domaines de systèmes macroscopiques.

Pour de tels systèmes, les modèles théoriques prédisent des comportements associés à des propriétés classiques .cependant, de façon inattendue, la miniaturisation des matériaux magnétiques a conduit à mettre en évidence des propriétés classiques et quantiques tout à fait nouvelles même un système aussi simple qu'une particule monodomains montre un comportement qui dépasse la compréhension actuelle du magnétisme fondamental. Ainsi, la

compréhension du comportement magnétique à des petites échelles, est de première importance aussi bien pour la physique fondamentale que pour le développement de nouvelles applications comme les nanotechnologies et de catalyse

### III.6.2 Propriétés magnétique des particules fines ferromagnétiques :

L'aimantation d'un corps peut se faire par déplacement des parois, mais dans le cas d'une particule monodomaine, l'aimantation ne peut se faire par rotation des moments magnétiques.

Le moment magnétique d'une particule doit pouvoir prendre toutes les directions de facile aimantation avec un temps caractéristique  $\tau$ .

Considérons une particule possédant deux directions de facile aimantation antiparallèles. Son énergie lorsque l'aimantation  $M$  fait un angle  $\theta$  avec cette direction est (52.53) :

$$F = \frac{1}{2VMH_c \sin^2 \theta} \quad (\text{III-7})$$

Avec :

$V$  : le volume des particules,

$H_c$ : champ coercitif.

$M$  : l'aimantation de la particule par unité de volume.

#### III-6-2) Taille critique :

On a vu précédemment que pour minimiser l'énergie totale d'un matériau ferromagnétique, il y a apparition de domaines séparés par des parois.

Cependant, il existe une taille critique en dessous de laquelle la création de domaines sera plus coûteuse en énergie (via les parois) que la diminution de l'énergie magnétostatique ainsi obtenue [14].

En dessous de cette taille, la particule ne sera donc plus composée que d'un seul domaine magnétique: on parlera de particule monodomaines. Ce rayon critique  $R_c$  dépend de la nature du matériau et peut s'écrire:

$$R_c = \frac{9\sqrt{AK}}{2\pi M_s^2} \quad (\text{III-8})$$

Avec :

$A$  : la constante d'échange.

$K$  : la constante d'anisotropie.

$M_s$ : l'aimantation à saturation du système.

Dans le cas du cobalt, on obtient un rayon critique de 19,2 nm pour sa structure hcp, et 35 nm pour sa structure cfc à température ambiante.

### III.7 LE SUPERPARAMAGNETISME :

Dans le cas de particules monodomaines, la réorientation des moments sous l'effet d'un champ externe ne peut plus se faire par un déplacement des parois, mais doit donc passer par une rotation de l'orientation des moments, ce qui nécessite des champs plus élevés (champs coercitifs plus importants que pour le matériau massif correspondant).

Lorsque la taille des particules diminue encore, l'énergie d'anisotropie devient encore plus faible. Cette énergie d'anisotropie est associée à une énergie de barrière  $E_B$  qui caractérise la facilité avec laquelle un moment va pouvoir basculer d'une orientation à une autre. Dans le cas d'une symétrie axiale, on trouve:  $E_B = KV$ , où  $K$  est la constante d'anisotropie. Il existe une taille critique en dessous de laquelle cette énergie de barrière va être inférieure à l'énergie thermique.

Le moment magnétique de la particule va alors pouvoir basculer d'une direction de facile aimantation à une autre sous le seul effet de l'agitation thermique. On se retrouve dans une situation identique au paramagnétisme, où l'agitation thermique empêche l'ordre magnétique, mais dans ce cas, les moments mis en jeu sont beaucoup plus importants. Ce phénomène est connu sous le nom de superparamagnétisme.

#### III.7.1 Grains superparamagnétiques :

Lorsque les grains sont en équilibre thermodynamique avec le champ, il y a superparamagnétisme. Lorsque les temps de relaxation sont très courts, l'aimantation suit une loi de Langevin. La susceptibilité initiale à champ faible est très grande devant celle d'un paramagnétique habituel [14].

Le comportement d'un tel ensemble de grains avec le champ est indiqué sur la figure (III-8) [15].

- Dans l'état (1) :  $H=0$

Les moments sont orientés au hasard, et l'aimantation est nulle

- En présence d'un champ  $H$  :

Les gros grains vont se saturer et contribuent à la variation de l'aimantation, alors que les petits grains auront, par le fait de l'agitation thermique, une orientation des moments aléatoire est donc ne participeront pas à l'aimantation, il faudra un champ élevé pour orienter leurs moments.

### III.7.2 Grains non superparamagnétiques :

S'il n'y a pas superparamagnétisme, l'ensemble des moments n'est plus en équilibre thermodynamique avec le champ magnétique appliqué. Schématiquement, le comportement d'un tel ensemble est indiqué sur la figure (III-8) [15].

- Etat 1 ( $H = 0$ ) : l'aimantation est nulle
- Etat 2 ( $H_{\infty}$ ) : tous les moment sont orientés dans la même direction, il y a saturation.
- Etat 3 : après coupure du champ saturant, seuls les petits grains ont, du fait de l'agitation thermique, des moments qui vont se redistribuer au hasard sur leur direction, il faut aimantation. En effet, pour retourner les moments magnétiques sur cette direction, il faut fournir une énergie qui va dépendre de l'énergie d'anisotropie magnétique  $E_a$  qui est proportionnelle au volume  $V$  du grain :

$KT > CV$  : les petits grains ne participeront pas à l'aimantation rémanente,  $M_R$  sera due à la fraction des gros grains pour lesquels  $KT < E_a$ , les moments de ces gros grains resteront bloqués sur la direction de facile aimantation mais dans le sens du champ magnétique précédemment appliqué.

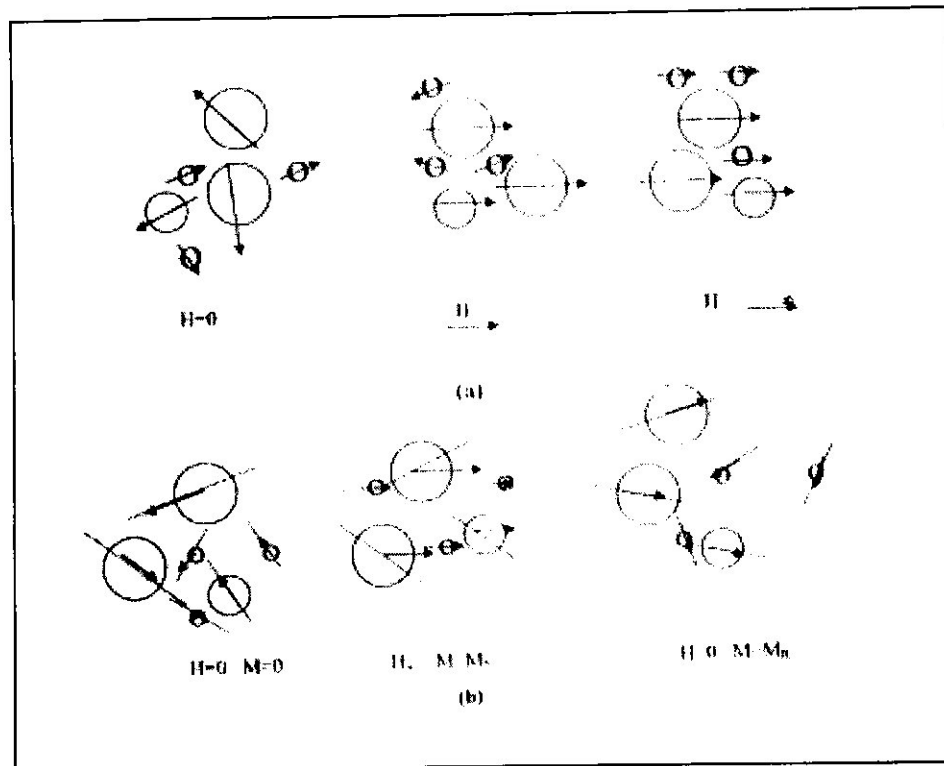


Figure (III-8) : Mécanisme de l'aimantation dans un ensemble des grains ferromagnétiques

a) grains super paramagnétiques

b) grains non super paramagnétiques (... représente la direction de facile aimantation).

### III.8 CONTROLE NON DESTRUCTIF :

Le contrôle non destructif est utilisé dans divers domaines de l'industrie.

Il ne cesse de se développer pour toucher les domaines les plus avancés des techniques modernes. Son but est de déceler dans une pièce le plus souvent métallique et en respectant son intégrité, toute particularité de sa structure pouvant avoir une influence sur son comportement en service, et s'assurer qu'elle ne présente ni défauts de fabrication, ni de endommagement lors du fonctionnement.

#### III.8.1 les différentes techniques de contrôle non destructif :

- **L'examen visuel**

C'est une ancienne méthode. Cette procédure très simple fait toutefois appel à une véritable expertise et à un sens aigu de l'observation des agents qui la pratiquent.

- **Le ressuage:**

Cette technique, consiste à pulvériser un liquide pénétrant à la surface préalablement nettoyée de la pièce à contrôler, et appliquer ensuite un révélateur sur la surface, afin de visualiser toutes discontinuités. Cette technique ne permet de détecter que les défauts en surface et ne fournit pas leur degré de gravité.

- **Magnétoscopie :**

Le principe de cette technique repose sur le fait que dans une pièce ferromagnétique aimantée, toute anomalie de structure provoque une distorsion des lignes d'induction.

Si le défaut est situé au voisinage de la surface, la perturbation engendrée peut être décelée à l'aide de fines particules magnétiques qui s'accumulent à l'aplomb du défaut. Cette méthode à champ magnétique continue ne s'applique qu'à des matériaux ferromagnétiques.

- **Ultrasons :**

Dans une pièce sans défaut, pouvant être assimilé à un milieu homogène, les ondes ultrasonores se propagent à une vitesse constante dépendant du milieu, mais se réfléchissent sur toute discontinuité rencontrée.

Par analyse des échos reçus, l'anomalie est localisée dans l'espace. Dans la pratique, l'onde ultrasonore est émise par un élément piézo-électrique, sous forme d'impulsions de quelques microsecondes. Dans tous les cas, ce type de contrôle nécessite un couplage acoustique entre la sonde et la pièce du fait que l'onde ultrasonore se propage mal dans l'air et la pièce forme une seule couche de métal.

- **Contrôle par courants de Foucault :**

Le contrôle par courants de Foucault est une méthode de contrôle non destructif qui utilise les phénomènes de propagation d'onde électromagnétiques.



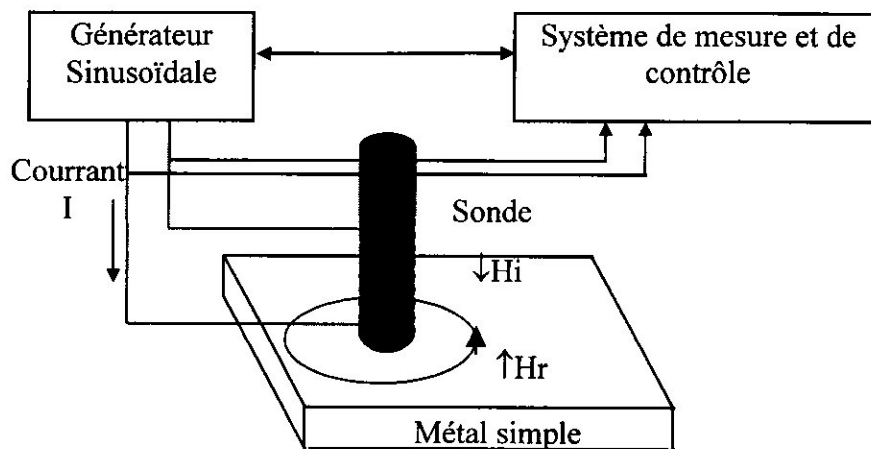


Figure (III-9) : système de contrôle par courants de Foucault.

Le passage d'un courant variable à travers une bobine génère un champ magnétique, la propagation de ce dernier dans une pièce conductrice électromagnétique induit des courants de Foucault, qui à leur tour créent un champ magnétique opposé au champ d'excitation entraînant une variation de l'impédance de la bobine, la mesure de celle-ci est à la base de contrôle par courant de Foucault.

Ce procédé de contrôle permet de déterminer les caractéristiques de la pièce à contrôler (conductivité électrique, perméabilité magnétique, dimension, revêtement,...), et déceler certaines anomalies dans la structure métalliques.

### III.8.2 Principes des courants de Foucault :

Le contrôle par courants de Foucault est basé sur la création des courants électriques dans le matériau à contrôler et sur l'observation de leur comportement (figure III-19).

Les courants de Foucault sont des courants induits dans un matériau conducteur électrique par une variation temporelle du flux d'induction magnétique [16]. Ces courants créent un flux magnétique de manière à s'opposer à et réduire l'induction d'excitation.

Par application d'un champ magnétique variable situé près d'un matériau conducteur, les courants de Foucault sont créés. Ce sont des boucles fermées de courants induits circulant dans des plans perpendiculaires au flux magnétique. Ils circulent parallèlement aux spires de la bobine et au plan de la surface.

Les courants de Foucault produisent à leur tour un champ magnétique qui s'oppose au champ d'excitation. Le champ d'équilibre est affaibli (non ferromagnétique), ce qui provoque un changement d'impédance de la bobine d'excitation.

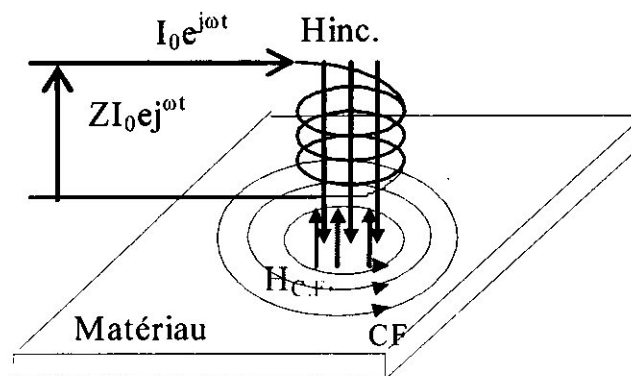
En observant l'impédance de la bobine d'excitation, les caractéristiques électriques, magnétiques et géométriques de l'échantillon peuvent être extraite par calcul [17].

Il en découle dans le matériau conducteur une induction résultante ou un champ résultant qui varie en module et en phase, en fonction de la profondeur pénétrée.

Leur intensité et leur répartition dépendent de certains paramètres tels que [18] [19]:

- La conductivité électrique,
- La perméabilité magnétique,
- La fréquence de travail,
- Le couplage entre le conducteur (échantillon à contrôler) et le capteur,

Des défauts dont la présence se manifestent à travers une combinaison complexe des paramètres précédents.



Figure(III-10) principe des courants de Foucault

### III.8.3 Répartition des courants de Foucault :

La répartition de courants de Foucault est très importante dans la définition des caractéristiques électrique et magnétique du matériau, en effet elle est dépendante de structure (conductivité, perméabilité, géométrie de la pièce).

Les courants de Foucault suivent des trajectoires fermées perpendiculaires.

Les courants de Foucault sont normalement parallèles aux spires du bobinage.

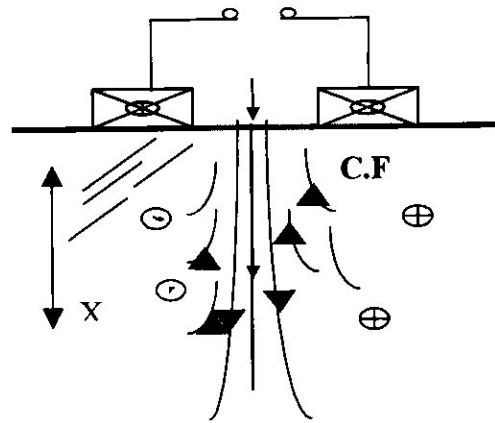


Figure (III-11): courants de Foucault induits dans un matériau

L'équation donnant la répartition de la densité du courant par rapport à la surface est

$$\frac{J_x}{J_0} = \lambda^{-\beta} \sin(\omega t - \beta) \quad (\text{III-9})$$

Où  $\frac{J_x}{J_0}$  est le quotient de la densité des courants de Foucault  $J_x$  à la profondeur  $x$  Par la densité des courants à la surface  $J_0$ .

### III.9 LA PROFONDEUR STANDARD :

La profondeur de pénétration standard est la profondeur à laquelle la densité des courants de Foucault vaut 37% de la valeur de la surface. Elle dépend de la résistivité du matériau, de la perméabilité et de la fréquence

$$\delta = 50 \sqrt{\frac{\rho}{\mu_r \cdot f}} \quad (\text{III-10})$$

$f$  : la fréquence de contrôle (HZ)

$\mu_r$  : la perméabilité magnétique relative (sans unité)

$\rho$  : la résistivité électrique en microhme-cen<sup>-1</sup>

$\delta$  : profondeur standard (mm).

La pénétration des courants de Foucault diminue lorsque la conductivité, la perméabilité magnétique ou la fréquence augmente .les courants de Foucault circulent de plus en plus en surface .ce phénomène est appelé « l'effet de peau ».

### III.10 LES SONDES :

Dans le contrôle non destructif par courant de Foucault, la conception des capteurs ainsi que leurs caractérisations sont très importantes pour faciliter l'interprétation des résultats

### III.11 CAPTEURS INDUCTIFS :

Le contrôle non destructif par capteurs inductifs est un procédé relativement répandu dans l'industrie, c'est par intermédiaire d'un champ magnétique variable que s'établit l'interaction entre le dispositif de mesure et la cible, la mesure peut s'effectuer sans contact .une faible distance est recommandée ; du fait de la décroissance rapide des champs électromagnétiques dans l'air (lift-off) afin de localiser au maximum le champ produit vers la zone utile.

Principe d'un capteur inductif : il est constitué d'un circuit magnétique ouvert avec une grande perméabilité, sur lequel est bobiné un ou plusieurs enroulements parcourus par un courant variable .l'approche d'une pièce conductrice au capteur modifie la répartition des lignes de champ et se traduit par une variation de réluctance et apparition des pertes électromagnétiques dues à la pénétration du champ à l'intérieur de la pièce, l'effet de cette perturbation peut être mis en évidence ,puis analysé en mesurant l'impédance ou la tension du capteur d'excitation ou de réception d'après le mode de mesure .

### III.12 FONCTION D'UN CAPTEUR :

#### III.12.1 Capteur à double fonction :

Le même bobinage est utilisé pour l'émission et la réception du signal, le bobinage peut être divisé pour focaliser le champ ou effectuer une compensation de température.



Bobinage simple

Figure (III-12-a) : capteur à double fonction

### III.12.2 Capteur à fonctions séparées :

Ils sont constitués de deux enroulements, l'un produit le champ émetteur l'autre joue le rôle de récepteur ; utiliser pour des champs magnétiques intenses (stabilité en température) ces capteurs permettent de faire deux types de mesures :

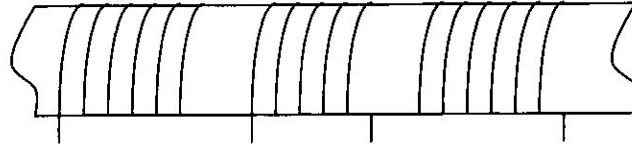


Figure (III-12-b) : Capteur à fonction séparée (émission - réception)

- **Absolue :**

Le récepteur ne comporte qu'un enroulement de mesure et ne fait aucune comparaison.

- **Différentielle :**

Le principe consiste à comparer en permanence, à l'aide de deux bobinages, deux sections voisines de l'échantillon .ces capteurs différentielles sont à flux additifs ou on flux soustractifs.

### III.12.3 Dimensions du bobinage : cas d'une bobine encerclant ou cas d'une sonde.

-diamètre de la bobine

-longueur de la bobine      uniformité

-longueur des bobinages      fonction de la longueur.

**III.13 EXPRESSION DU CHAMP MAGNETIQUE :**

**III.13.1 Etude du champ magnétique créé par deux spires identique:**

Soit deux spires supposées idéales semblables parcourues dans le même sens par le même courant d'intensité I

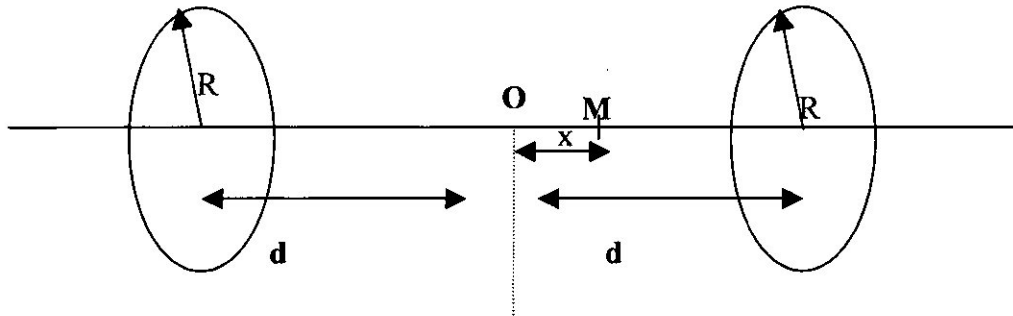


Figure (III-13) : Induction créée par deux spires idéales

Calculant le champ magnétique B créé par les deux bobines au point M repéré par rapport au centre des spires par les coordonnées « x » compte tenu de la relation (annexe1) [20] on obtient :

$$B = \frac{\mu_0 NI}{2} \left[ \frac{R^2}{(R^2 + (d+x)^2)^{3/2}} + \frac{R^2}{(R^2 + (d-x)^2)^{3/2}} \right] \tag{III-11}$$

D'après l'annexe (1) on obtient :

$$\vec{B} = \frac{\mu_0}{4\pi} I_0 R \int_0^{2\pi} \frac{[(z_0 \cos \theta) \vec{i} + (z_0 \sin \theta) \vec{j} + (\sin \theta y_0 + x_0 \cos \theta - R) \vec{k}]}{[x_0^2 + y_0^2 + z_0^2 + R^2 - 2R(x_0 \cos \theta + y_0 \sin \theta)]^{3/2}} d\theta \tag{III-12}$$

$$\vec{B} = B_x \vec{i} + B_y \vec{j} + B_z \vec{k}$$

$$B_x = \frac{\mu_0}{4\pi} I_0 R \int_0^{2\pi} \frac{[z_0 \cos \theta]}{[x_0^2 + y_0^2 + z_0^2 + R^2 - 2R(x_0 \cos \theta + y_0 \sin \theta)]^{3/2}} d\theta \tag{III-13}$$

$$B_y = \frac{\mu_0}{4\pi} I_0 R \int_0^{2\pi} \frac{[z_0 \sin \theta]}{[x_0^2 + y_0^2 + z_0^2 + R^2 - 2R(x_0 \cos \theta + y_0 \sin \theta)]^{3/2}} d\theta \tag{III-14}$$

$$\vec{B}_z = \frac{\mu_0}{4\pi} I_0 R \int_0^{2\pi} \frac{[(\sin \theta \ y_0 + x_0 \cos \theta - R)]}{[x_0^2 + y_0^2 + z_0^2 + R^2 - 2R(x_0 \cos \theta + y_0 \sin \theta)]^{3/2}} d\theta \quad (III-15)$$

A partir des résultats obtenus l'étude de la variation du champ magnétique en fonction de la variation du diamètre et de la hauteur du capteur, on a

### III.13.2 Induction Bx, By:

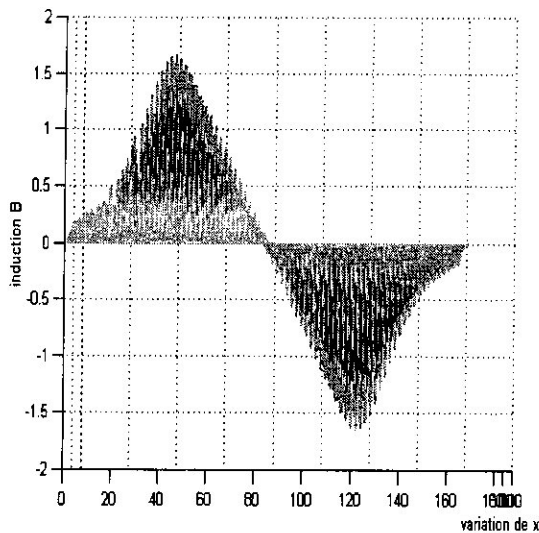


Figure (III-14-a) : représentations d'induction suivant l'axe X

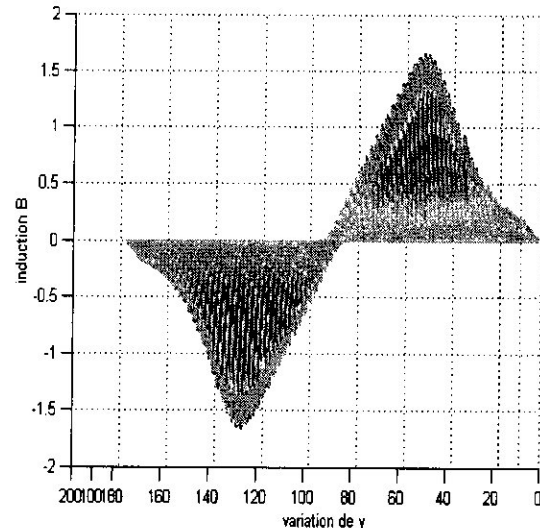


Figure (III-14-b) : représentations d'induction suivant l'axe Y

Les inductions du capteur Bx, By représentent une symétrie suivant les plans (Yz, Xz) respectivement et s'annulent au centre pour atteindre des valeurs maximales au bord du capteur (R).

On constate que l'intensité du champ est faible au voisinage du centre de la sonde, la variation de l'amplitude dépend principalement du rayon R, le champ est faible au voisinage du centre.

Ceci nous implique à mettre la condition sur le diamètre de la sonde de réception qu'elle doit être appropriée à cette zone.

Dans notre cas, on a l'induction suivant l'axe Z (Bz)

### III.13.3 Induction $B_z$ :

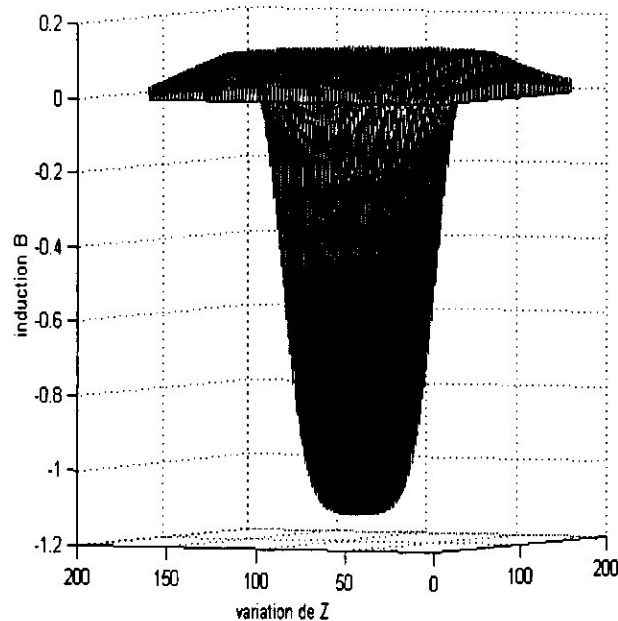


Figure (III-14-c): représentation de induction suivant l'axe Z

On constate que l'induction magnétique  $B_z$  atteint des valeurs maximales au centre du capteur et diminue au fur et à mesure que le rayon augmente jusqu'à ce qu'elle s'annule aux points  $-2r$  et  $+2r$ .

Selon les figures (23-a), (23-b), (23-c) le champ d'action d'une sonde peut s'étendre jusqu'à deux fois son diamètre ainsi l'uniformité peut être considérée.

### III.13.4 Variation d'induction $B_z$ pour un rayon fixe :

Au centre de la bobine, le champ magnétique est maximal, parallèle à l'axe Z. En s'éloignant de l'axe de révolution et pour des valeurs de Z allant de  $-R$  à  $+R$ , le champ subit des courbures, l'effet du champ diminue au-delà de ces valeurs.

### III.13.5 Variation d'induction $B_z$ pour un rayon variable :

Pour un petit diamètre de la sonde, le champ d'action de celle-ci est petit mais l'induction est plus forte.

Pour des sondes à large diamètre le champ d'action est large et l'induction est approximativement constante.



Plus le rayon est important plus l'uniformité et la stabilité du champ est maintenu au voisinage du centre.

### **III.13.6 Influence de la hauteur de la sonde sur l'induction :**

L'induction s'atténue au fur et à mesure que la hauteur de la bobine augmente.

Il est préférable de travailler avec des capteurs en multicouche afin de focaliser et augmenter de l'induction.

## Chapitre IV

---

# TECHNIQUES EXPERIMENTALES

## IV.1 ELABORATION DES MELANGES FE-CO :

### IV.1.1 condition d'élaboration :

Les mélanges FeCo ont été élaborés par mécanosynthèse à partir de poudres élémentaires pures du Fe et du Co, dans un broyeur planétaire de type Pulvérisette 7 avec une vitesse de rotation des jarres de l'ordre de 380 tours part minute.

Le broyage est réalisé avec 16 billes de diamètre  $\phi = 20$ . mm dans des jarres en acier sous atmosphère d'argon.

L'étanchéité des jarres au cours du broyage est assurée à l'aide d'un joint en téflon. Le rapport massique poudres / billes est de 50/1. Afin de minimiser les effets relatifs à l'augmentation de la température locale à l'intérieur des jarres, Le broyage est interrompu pendant 20mn après chaque une heure et demi de broyage

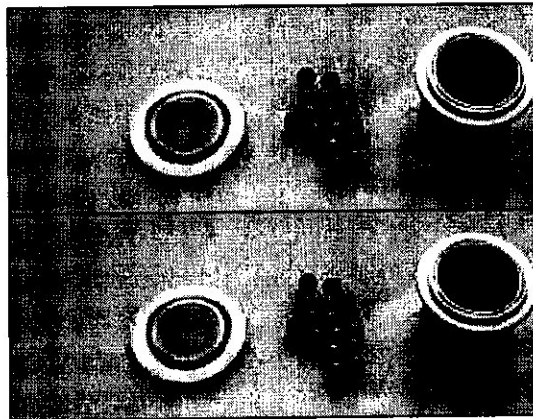


Figure (IV-1) : les jarres et les billes utilisées dans le broyage.

### IV.1.2 Broyeur planétaire Pulvérisette P7 :

Le broyeur planétaire de type Pulvérisette P4 (retsch PM 400) est un broyeur à haute énergie qui permet l'obtention de poudres ultrafines. Son principe réside dans la mise en rotation d'un plateau sur lequel sont disposées quatre jarres, chaque deux jarres (l'une par rapport à l'autre) tournant elles même dans le sens inverse figure (IV-24).

La combinaison des deux mouvements de rotation crée un effet de frottement des billes qui, restent collées contre la paroi des jarres avant d'être renvoyées violemment par la force centrifuge contre la paroi diamétralement opposée. L'énergie d'impact des billes dans la direction normale, atteint une valeur 40 fois supérieure à celle due à l'accélération de la pesanteur. De ce fait, le broyeur planétaire peut être utilisé pour des broyages à grande vitesse

surtout que la haute énergie d'impacte et la haute fréquence d'impacte réduisent le temps de formation des alliages par mécano synthèse.

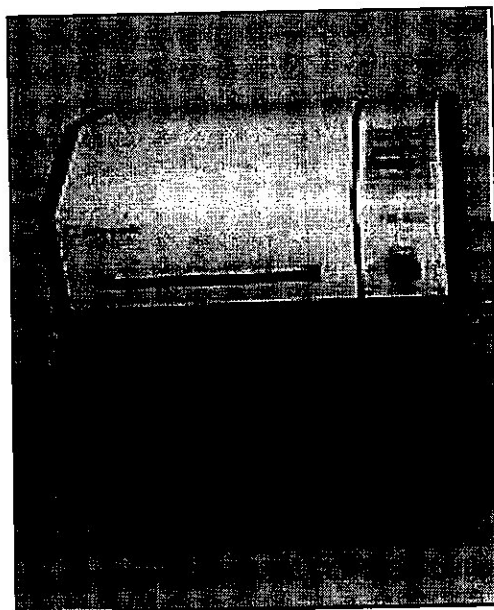


Figure (IV-2) : broyeur planétaire de type Pulvérisette P4 (retsch PM 400)

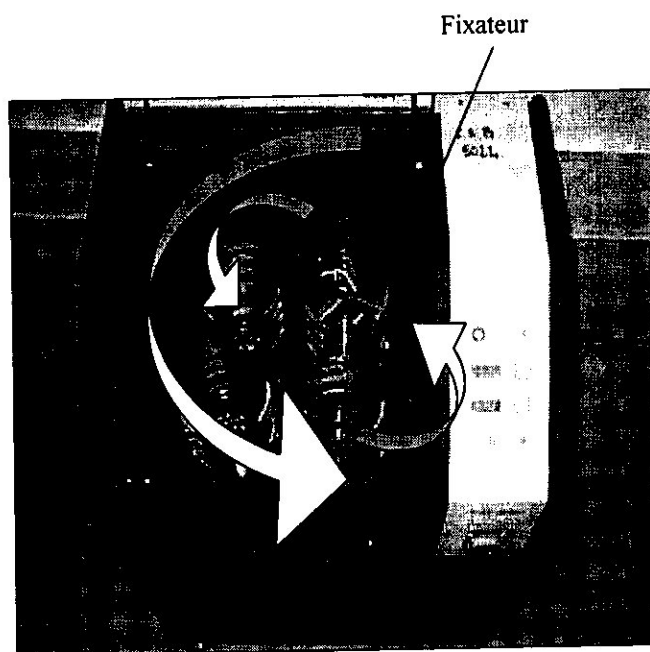


Figure (IV-3) : présentation schématique du mouvement de plateau et des jarres

### IV.1.3 Presse hydraulique :

Le compactage est réalisé avec une presse hydraulique de capacité de 40MPa et sous la température ambiante, Fig. (III.4).

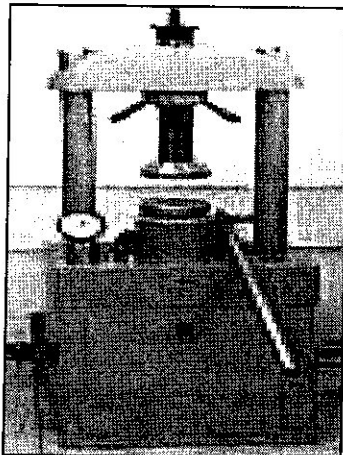


Figure : (IV-4) presse hydraulique

La poudre est compactée à froid et sous vide fig. (IV.4) dans une matrice en acier de diamètre intérieure de 13mm fig. (IV.6) avec une pression de 2GPa pendant 1H. Les pastilles obtenues sont conservées sous atmosphère d'argon pour éviter les contaminations.

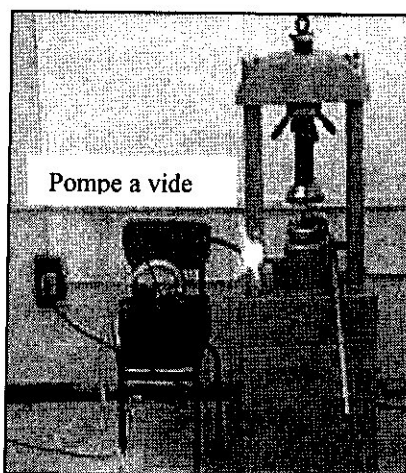


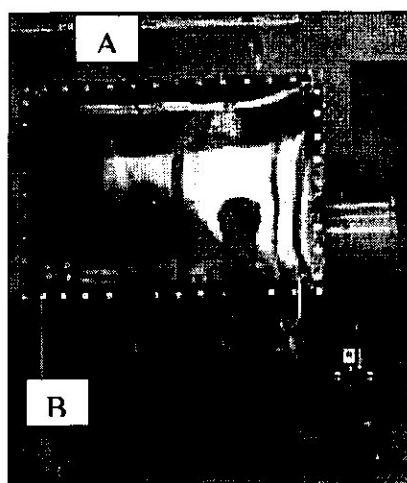
Figure (IV-5) : création de vide au cours de compactage



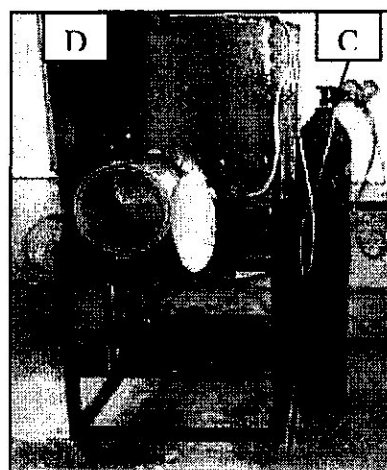
*Figure (IV-6) : la matrice*

#### IV.1.4 La boîte à gants :

Les pesées ont été fait dans une boîte à gants sous atmosphère d'argon à partir de poudres élémentaires de Fe et de Co. Figure (IV-30)



*a : vue de face*



*b : vue de gauche*

*Figure (IV-7) : La boîte à gants*

A : La partie dans laquelle se fait les pesées et la récupération de poudre broyée

B : Les gants : pour la manipulation

C : Bouteille d'argon

D : Le sac

## IV.2 Diffraction de Rayon X

La diffraction de rayon X est utilisée pour suivre le phénomène d'interdiffusion des éléments purs de Fe et Co, l'évolution de la taille moyenne des grains et du paramètre cristallin ainsi que le mécanisme de formation de alliages FeCo en fonction de temps de broyage. Les diffractogrammes de poudre de FeCo a été enregistré à l'aide d'un diffractomètre de type Siemens D501 Fig. (III.10) en utilisant la radiation  $K\alpha$  du cuivre de longueur d'onde  $\lambda = 0.154056\text{nm}$ .

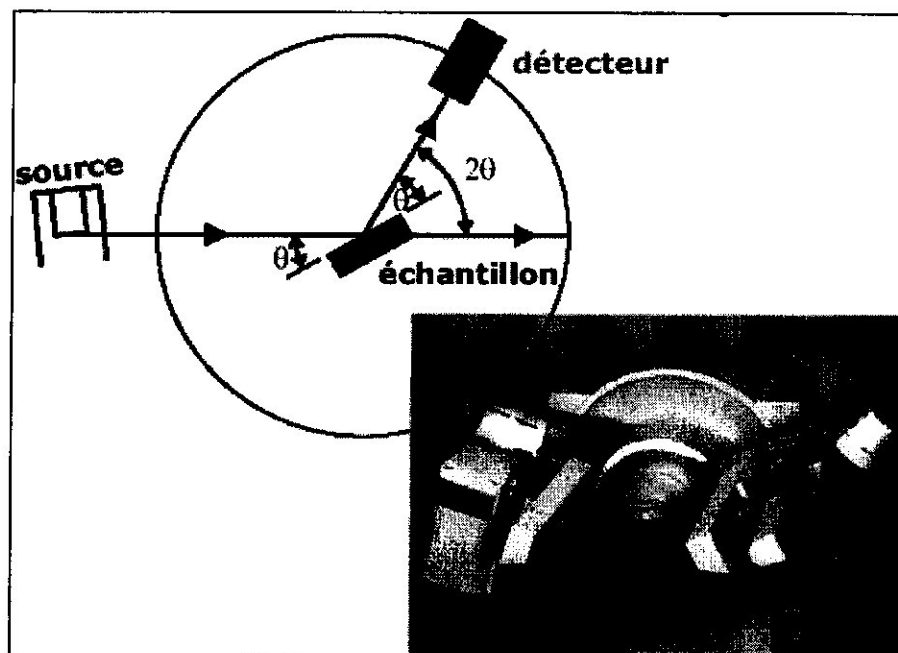


Figure (IV-8) : diffractomètre de type Siemens D501

Les échantillons à analysé sont déposés sur une plaque de verre en fine couche au moyen d'un solvant. La taille moyenne des grains de poudre à été calculée à partir de la position et la largeur à mi-hauteur des pics de diffraction, pour les différents temps du broyage. Par la formule de Scherrer [25] :

$$D = 0.91 \lambda / \beta \cos \theta \quad (\text{IV-1})$$

Avec :

$\lambda$  la longueur d'onde.

$\beta$  la largeur à mi-hauteur.

D la taille moyenne des grains.

$2\theta$  la position angulaire du pic de diffraction.

## IV.3 HYPERFREQUENCES :

### IV.3.1 Introduction :

Les hyperfréquences sont la relation dynamique entre les champs électriques et magnétiques qui donnent naissance aux ondes électromagnétiques. Contrairement à une radiation naturelle, les ondes hyperfréquences et radio sont produites en excitant un circuit électronique par un courant électrique fort qui produit un changement continu du champ magnétique et vice versa, durant l'interchangement mutuel d'énergie entre les deux champs, ces derniers se propagent loin de la source et continuent leur déplacement après que le courant qui leur a donné naissance a cessé, c'est ce qui permet à l'énergie de se propager. Ce phénomène de superposition des champs électrique et magnétique résultant des effets produits par un courant variable et propagés à distance est expliqué par les équations de MAXWELL.

La réflectométrie utilise un ou deux coupleurs directifs pour séparer le signal incident du signal réfléchi. La comparaison des deux signaux donne le facteur de réflexion. Cette méthode permet une mesure rapide de la réflexion.

Pour mesurer l'évolution du coefficient de réflexion ainsi que le coefficient de transmission en fonction de %CO nous avons utilisé une micro-onde en réflexion (hyperfréquences) avec un banc hyperfréquence PM700. La configuration d'une chaîne de mesure des coefficients de réflexion et de transmission d'une série d'échantillons est le suivant :

### Système d'analyse

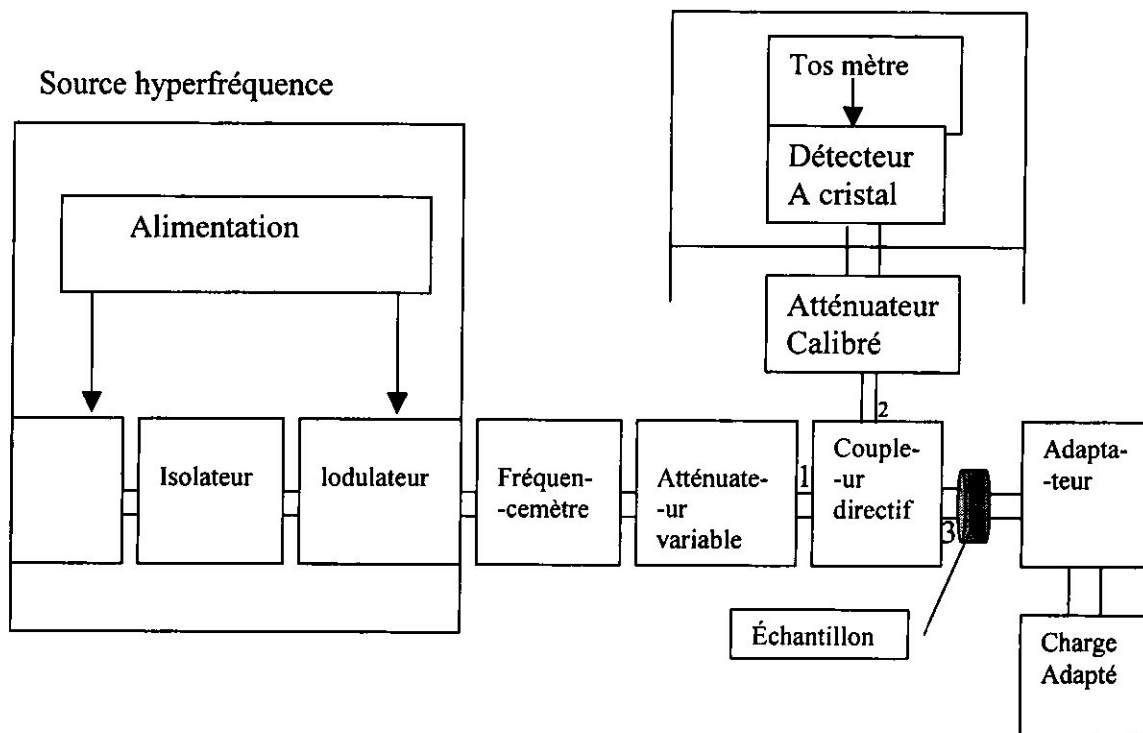


Figure (IV-8) : La configuration d'une chaîne de mesure du coefficient de réflexion



### IV-3-2) Principe de fonctionnement du coupleur directif :

Le coupleur directif est un composant hyperfréquence passif, c'est un dispositif à quatre accès constitué de deux guides d'ondes rectangulaires identiques, il existe des ouvertures dans la paroi commune aux deux guides qui permet un transfert de la puissance de guide principale au guide secondaire, pour notre application nous utilisons le coupleur directif avec uniquement de la puissance réfléchi, cas pour mesurer le coefficient de réflexion voir figure :

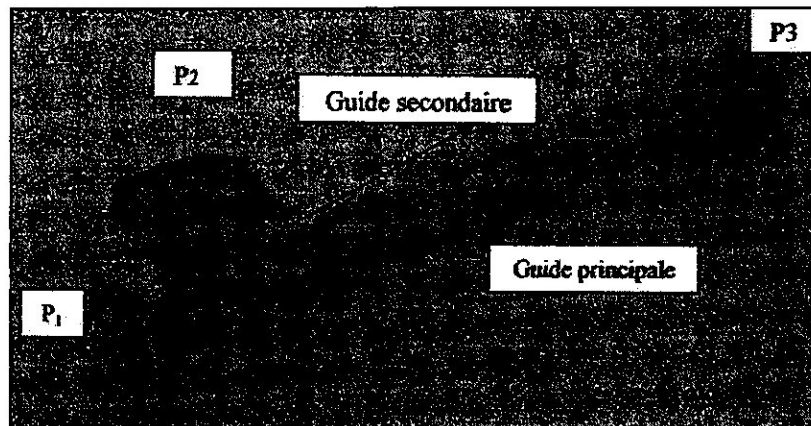


Figure (IV-10) : coupleur directif avec uniquement de la puissance réfléchi

L'échantillon à mesurer est placé à l'extrémité d'un guide d'onde, ce dernier est placé en contact avec la face plane du matériau à mesurer.

Pour mesurer la réflexion d'un échantillon, le signal hyperfréquence (puissance générée par la source) est introduit par le premier accès, l'échantillon à l'essai est connecté au troisième accès et le signal réfléchi est détecté au deuxième accès.

Le coefficient de réflexion  $R$  est défini par le rapport de l'onde réfléchi à l'onde incidente sur l'échantillon à l'essai :

$$|R| = \frac{P_r}{P_i} \quad (IV-2)$$

La mesure du coefficient de réflexion nécessite de connaître les puissances  $P_3$  et  $P_2$ . la source hyperfréquence génère de la puissance hyperfréquence à 9 GHz, 9.5GHz et 10GHz, cette puissance pénètre dans le coupleur directif par l'accès  $P_1$ .

Aux sortie nous retrouvons la puissance  $P_3$  incidente sur l'échantillon à l'essai et la puissance  $P_2$  réfléchi sur l'échantillon respectivement , le détecteur à cristal signale le niveau de puissance  $P_2$  .

Pour évaluer la puissance  $P_3$  sur l'échantillon à l'essai, nous remplaçons l'ensemble (échantillon, adaptateur, charge adaptée) par le court circuit qui réfléchit la puissance  $P_3$  totale et son niveau est signalé à l'accès 2 par le détecteur à cristal.

L'échantillon à l'essai absorbe la quantité de puissance (la puissance hyperfréquence)  $P_3 - P_2$ , cette différence permet de définir le coefficient de réflexion du matériau par l'équation :

$$20 \log_{10} |R| = 20 \log_{10} P_r - 20 \log_{10} P_i \quad (\text{IV-3})$$

$$\Rightarrow 20 \log_{10} |R| = [20 \log_{10} (P_r - P_i)] \quad (\text{IV-4})$$

Le coefficient de transmission en fonction de coefficient de réflexion est donné par :

$$T = 1 + R$$

Avec

R : le coefficient de réflexion

T : le coefficient de transmission

### IV-3) MESURE MAGNETIQUE :

Les paramètres magnétiques (le champ coercitif  $H_c$  et l'induction rémanente  $B_r$ ), qui permettent l'identification des matériaux sont le but de notre mesure.

Les mesures magnétiques de nos échantillons ont été effectuées à l'aide d'un dispositif qui a été mis en place au centre de soudage de CHERAGA (C.S.C), il permet de récolter les différentes valeurs de nos échantillons.

L'échantillon est soumis à un champ magnétique  $H$  créé par un électroaimant, le signal résulte de la variation de flux dû à l'aimantation de l'échantillon.

Le dispositif est représenté ci-dessous, il est constitué d'un générateur de tension relié à un amplificateur qui peut nous délivrer un courant de 5 A, le tout est relié à un électroaimant formé de 656 spires rempli de ferrite, la section du fil est  $1.2 \text{ mm}^2$ .

De l'autre côté, nous avons un tesla-mètre relié à une sonde à effet de halle qui permet de mesurer l'induction magnétique. La visualisation de signale est observé sur l'oscilloscope numérique de marque.

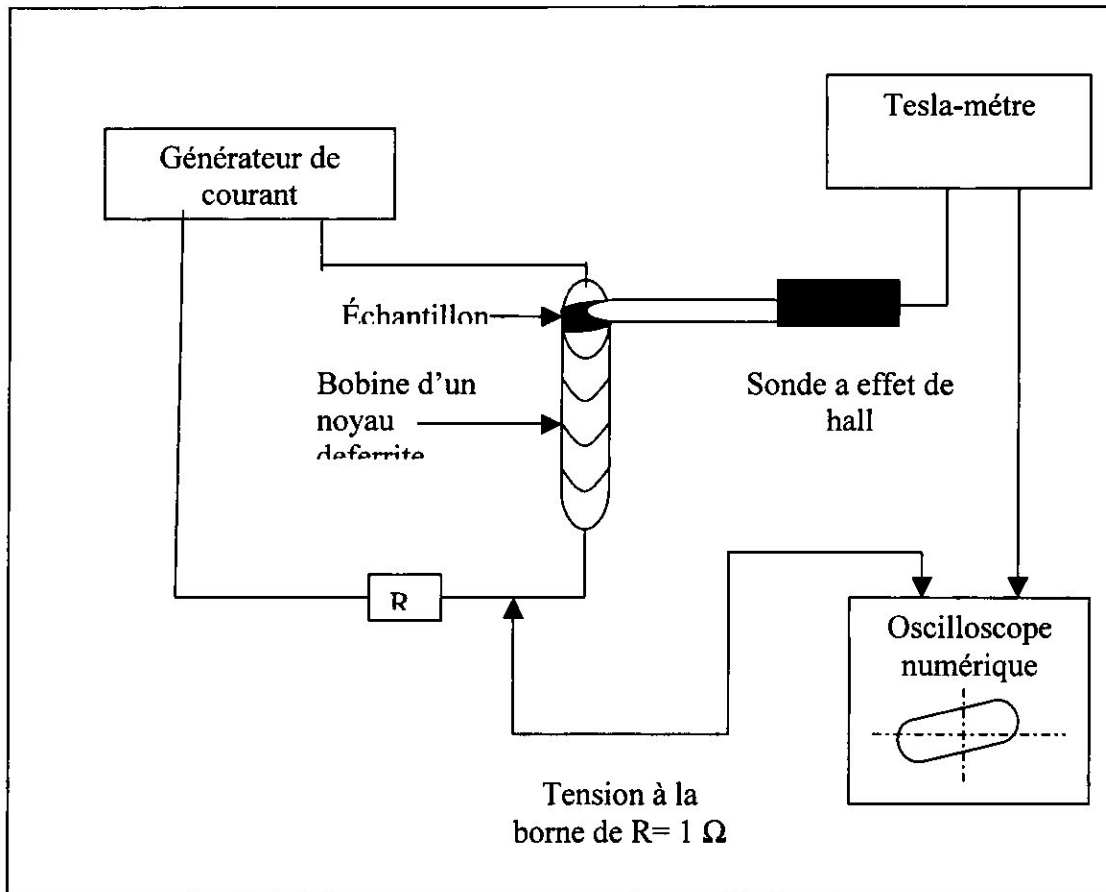


Figure (IV-11) : montage d'un mesure magnétique ( $H_c$ ,  $B_r$ )

#### IV.4 COURANT DE FOUCAULT :

L'industrie aéronautique a besoin d'une technique de contrôle non destructive rapide pour réduire le temps d'inspection tel que l'emploi de matrice de sondes à courants de Foucault qui permet d'augmenté le secteur et la vitesse d'inspection avec une plus grande résolution par rapport aux sondes conventionnelles et qui permettent aussi de suivre le profil de la pièce à inspecter.

Pour les mesures des courants de Foucault, on a utilisé le montage suivant préparé au niveau de laboratoire de C.S.C, dont on a mis notre échantillon de FeCO sur la sonde et nous avons pris les résultats de ( $R_s$ ,  $L_s$ , et  $Z$ ) constatés dans ce qui suit.

La sonde a été caractérisée au niveau de laboratoire de C.S.C de CHERAGA.

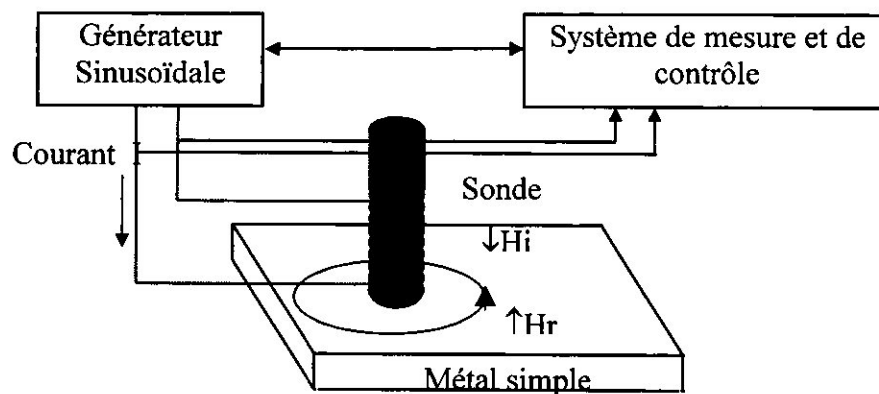


Figure (IV-12): système de contrôle par courants de Foucault.

#### IV.5.1 Réalisation des sondes :

La conception des capteurs, compte tenu de plusieurs paramètres :

- La position du capteur par rapport aux matériaux
- La dimension du capteur (nombre de spires, rayon)
- Rapport entre la sonde d'excitation et la sonde de mesure.

Le capteur est donc constituée de plusieurs spires, il doit satisfaire certaines conditions telle que la longueur qui ne doit pas dépasser une certaine valeur de  $2R$  du à la diminution du champ au point considéré au fur et à mesure que la hauteur augmente .ce résultat montre q'un capteur très long n'apporte aucun avantage, donc il est préférable de réaliser un capteur a multicouche qui augmente l'intensité et maintien le champ magnétique plus uniforme possible.

Le rayon est un facteur très important, car sa variation influe directement sur l'amplitude de l'inductance magnétique, en augmentant le rayon, le champ diminue .on peut donc conclure que la sonde réceptrice ayant un rayon très petit va nous permettre d'avoir une induction uniforme suivant l'axe  $Z$ . L'induction suivant l'axe  $X$  et l'axe  $Y$  s'annule au centre de la sonde.

#### IV.5.2 Réalisations des capteurs :

La méthode de contrôle par courants de Foucault consiste à mesurer la différence de potentiel aux bornes d'un capteur.

Les réalisations des capteurs sont le paramètre le plus important lors du contrôle par les courants de Foucault. Le capteur de réception transporte la tension induite de l'aimantation des matériaux.

L'induction est proportionnelle à :

- la perméabilité relative
- le courant
- le nombre de spires

Afin de construire un capteur fiable, nous avons optimisé le nombre de spires en prenant un fil de très faible sections (courant est faible)

Un bobinage est caractérisé par les valeurs de son inductance et de sa résistance

#### IV.5.3 Caractéristiques des échantillons de FeCO :

échantillon	Epaisseur(mm)	Masse Fe (g)	Masse CO (g)	Diamètre (mm)
Fe <sub>85</sub> Co <sub>15</sub>	2	1.7	0.3	13
Fe <sub>75</sub> Co <sub>25</sub>	2	1.5	0.5	13
Fe <sub>65</sub> Co <sub>35</sub>	2	1.3	0.7	13
Fe <sub>55</sub> Co <sub>45</sub>	2	1.1	0.9	13
Fe <sub>50</sub> Co <sub>50</sub>	2	0.1	0.1	13
Fe <sub>35</sub> Co <sub>65</sub>	2	0.7	1.3	13
Fe <sub>15</sub> Co <sub>85</sub>	2	0.3	1.7	13
Fe <sub>5</sub> Co <sub>95</sub>	2	0.1	1.9	13

## Chapitre V

---

# RESULTATS ET INTERPRETATION

## V.1 DIFFRACTION DE RAYON X :

Le processus d'inter diffusion durant la mécanosynthèse, l'évolution de la taille moyenne des grains et du paramètre cristallin sont suivis par la diffraction de rayon X en fonction de temps de broyage figure (V-1) montre l'évolution des diffractogrammes de rayon X de mélange  $Fe_{60}CO_{40}$  en fonction de temps de broyage.

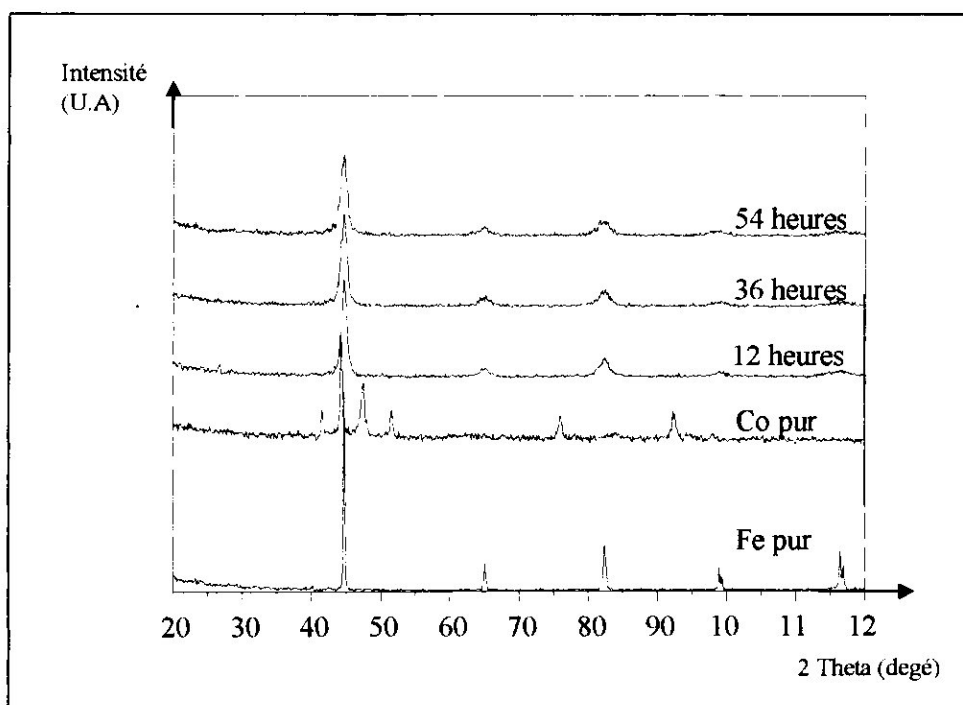


Figure (V-1): diffractogrammes du mélange  $Fe_{60}CO_{40}$  en fonction de temps de broyage.

Au cours du broyage du poudre  $Fe_{60}CO_{40}$  tous les spectres de rayon X montrent, pour les faibles durée de broyage, d'abord une disparition progressive ou une diminution de l'intensité intégrale de cobalt, contrairement aux pics de fer, ou leur intensité ne diminue pas aussi rapidement .

L'élargissement des pics de diffraction peut être attribué aux effets conjugués de la diminution de la taille des grains et l'augmentation des contraintes crée par les processus de fracture et de soudage.

Après douze heures de broyage on observe la disparition totale des pics de CO, cette dernière est liée à la diffusion des atomes de CO dans la matrice de Fe.

## V.2 COURANT DE FOUCAULT :

Courants étudiés par le physicien français Léon Foucault, apparaissant dans la masse de tout matériau conducteur en mouvement dans un champ magnétique, ou dans tout matériau conducteur placé dans un champ magnétique variable.

Les lignes de ces courants sont fermées sur elle-même : on parle de boucles de courants.

Les courants de Foucault sont en rapport direct avec les caractéristiques électriques et métallurgiques des matériaux (conductivité électrique, perméabilité magnétique). De ce fait, ils sont très utilisés en technique de contrôle non destructif, caractérisations des matériaux.

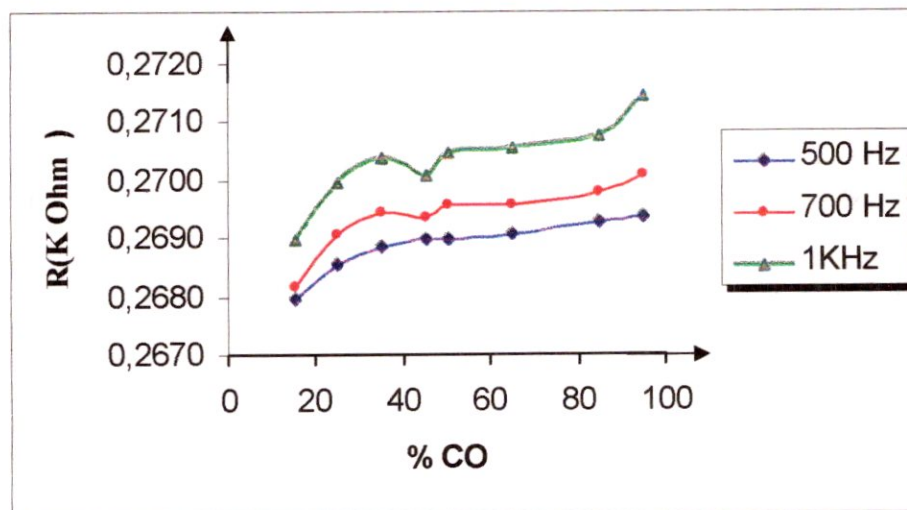


Figure (V-2) : variation de la résistance en fonction de %CO

Pour mieux voir le comportement de nos échantillons, nous avons étudié l'évolution de la résistance R en fonction de %CO dans un temps de broyage de 36 heures.

Nous remarquons d'après la Figure (V-2) une augmentation progressive de la résistance R en fonction du pourcentage de cobalt, mis à part, un léger fléchissement pour l'alliage 50 de cobalt.



En effet, dans ce type de matériaux (nanocomposites), les joints de grains dans les zones de contraintes mécaniques induisent des barrières de potentiel.

La résistance dans ce cas là ne peut qu'augmenter.

Le genre de comportement confire à ce matériau une caractéristique très importante qui peut être bénéfique dans les applications industrielles.

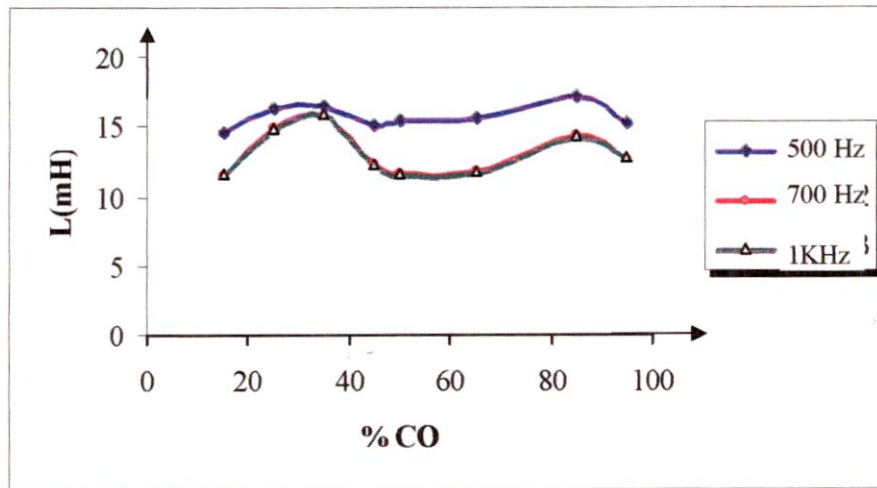


Figure (V-3) : variation de l'inductance en fonction de %CO

Nous remarquons d'après la Figure (V-3), une augmentation progressive de l'inductance en fonction du pourcentage de cobalt, mise a part, une diminution dans la zone des alliages 45,65 de cobalt. Donc c'est la zone ou notre matériaux devient un matériau absorbons.

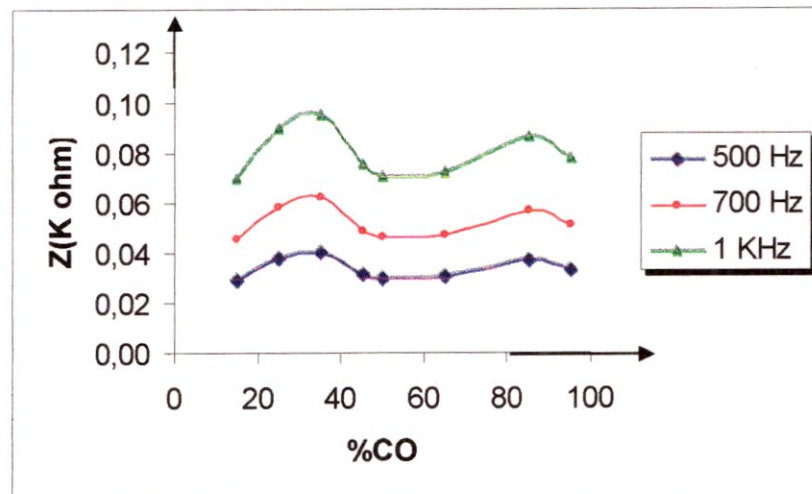


Figure (V-4) : variation d'impédance en fonction de %CO.

Nous avons mesuré l'évolution de l'impédance  $Z$  de nos échantillons, les résultats sont représentés dans la figure (V-4). On constate que la variation d'impédance est proportionnelle à la fréquence, cette variation est due à la profondeur de pénétration.

Cette figure permet de connaître l'influence du %CO sur l'impédance qui dépend de la structure cristallographique du matériau (paramètres électromagnétiques)

Cette variation d'impédance est constituée de deux parties, partie réelle et partie imaginaire.

La partie réelle représente les pertes par effet de joule, d'après la figure (V-2), on a une augmentation de la résistance proportionnelle à la fréquence et au % de CO.

La partie imaginaire représente l'échange d'énergie entre la sonde et le matériau, d'après la figure (V-3) on a une diminution inversement proportionnelle à la fréquence, on remarque que la zone 45-65 de %CO représente le minimum d'échange d'énergie qui est dû à l'absorption.

L'allure des courbes montre que pour les différentes fréquences, le minimum de l'impédance est au voisinage de 45% de cobalt. Ce qui est confirmé par l'étude de l'hyperfréquence.

Cette variation s'explique par les différents changements de la microdureté de nos pastilles

### V.3 MAGNETISME :

L'existence d'une hystérésis signifie que l'aimantation  $M$  est couplée au réseau cristallin et à ses défauts ainsi qu'à la forme géométrique de l'échantillon.

L'aimantation d'un corps peut se faire par déplacement des parois, mais dans le cas d'une particule monodomaine, l'aimantation ne peut se faire par rotation des moments magnétiques. Le moment magnétique d'une particule doit pouvoir prendre toutes les directions de facile aimantation avec un temps caractéristique.

Le changement de la forme de la courbe d'hystérésis suite à l'organisation des nanomatériaux peut être du aux interactions nanocristallin

Après coupure du champ saturant, seul les petits grains ont, du fait de l'agitation thermique, des moments qui vont se redistribuer au hasard sur leur direction de facile aimantation. En effet, pour retourner les moments magnétiques sur cette direction, il faut fournir une énergie d'anisotropie magnétique  $E_a$  qui est proportionnelle au volume  $V$  du grain.

Les petits grains ne participeront pas à l'aimantation rémanente,  $B_r$  sera due à la fraction des gros grains pour lesquels les moments de ces gros grains resteront bloqués sur la direction de facile aimantation mais dans le sens du champ magnétique précédemment appliqué.

On sait que cette aimantation rémanente est due à la présence de gros grains bloqués dans la direction de facile aimantation cela signifie que nos échantillons sont riches de gros grains figure (V-5) cette figure représente le comportement de l'induction rémanente Fe-Co on variant le % de CO.

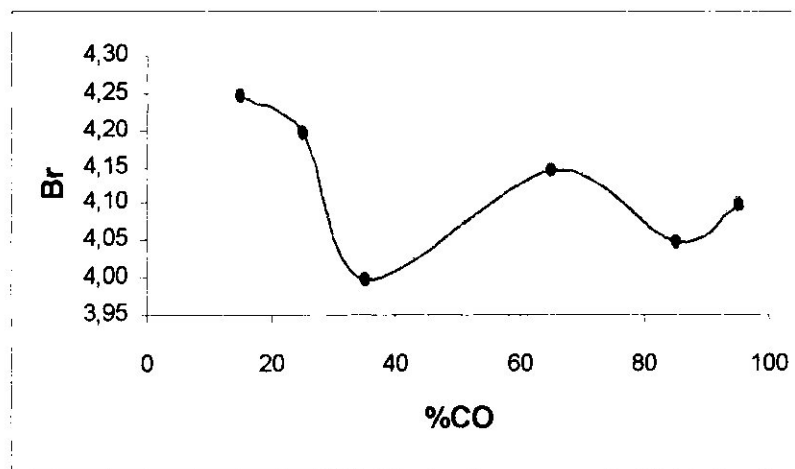


Figure (V-5) : variation de l'induction rémanente en fonction de %CO

Le champ coercitif est le champ nécessaire pour annuler l'aimantation rémanente. Les petits grains participent au champ coercitif  $H_c$  due à la fraction des petits grains pour lesquels leurs moments nécessitent une aimantation pour changer leur direction de facile aimantation dans le sens du champ magnétique appliqué.

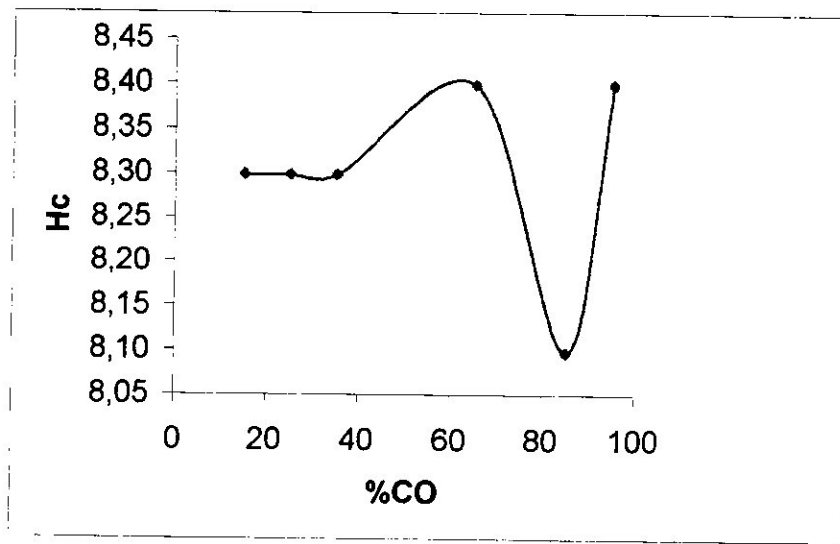


Figure (V-6) : variation champ coercitif en fonction de CO%

La figure montre la variation de moment de saturation mesurée en fonction de %CO. Un échantillon possède des petits grains nécessite une aimantation plus importante pour atteindre la saturation qui est aussi juste en fonction de taille des grains, d'après la figure on constate qu'on deux maximum de Ms a 15 et 65 % de CO.

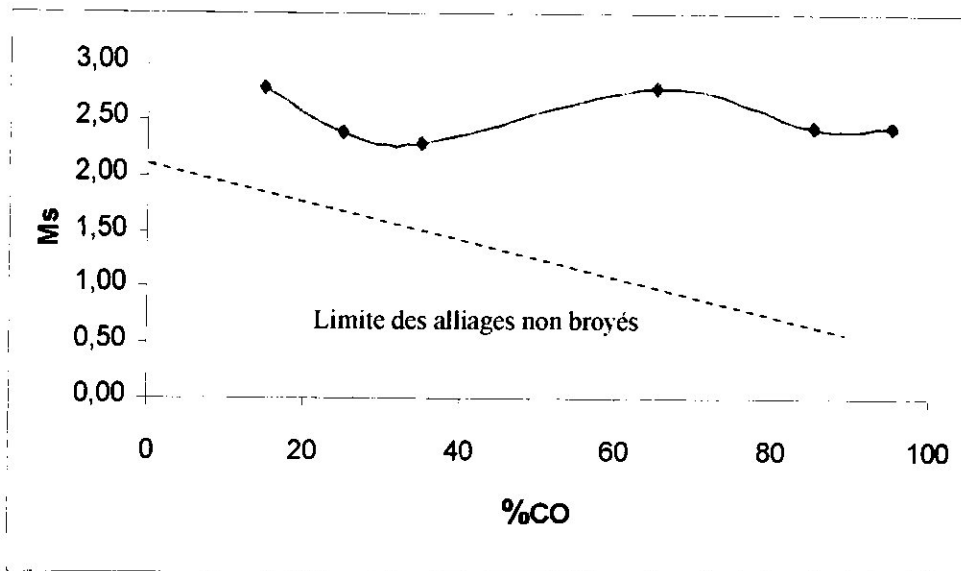


Figure (V-7) : variation de moment de saturation en fonction de %CO

78

signifie que notre matériau ne genere pas de courant de Foucault a haute fréquence.

Le coefficient de réflexion est proportionnellement inverse à la fréquence qui due à la pénétration de l'onde incidente et on a une diminution de l'onde réfléchie.

On distingue que l'allure de la courbe décroît jusqu'à 65% de CO au-delà il y'a une augmentation, cette décroissance signifie : que le matériau après certain %de CO il perd les caractéristiques d'un conducteur et il devient un matériau absorbant électrique à haute fréquence.

79

# CONCLUSION

Les nanomatériaux prennent à l'heure actuelle un essor considérable au niveau fondamental, du a leur très large potentiel d'applications. Dans le domaine des métaux, les propriétés magnétiques et électromagnétiques sont les plus intéressantes pour des applications industrielles. Néanmoins, les propriétés de ces métaux dépendent fortement du processus de synthèse choisi.

L'étude théorique exposée a permis la compréhension des phénomènes de génération et d'élaboration par mécanosynthèse, dans un broyeur à haute énergie de type fritch pulvérisette P7, à partir des poudres pures de fer et de cobalt. Les poudres Fe-CO obtenues ont été caractérisées par hyperfréquence, par mesure magnétique et par courants de foucault.

La formation de l'alliage Fe-CO est fait après 12heurs de broyage, d'une solution solide de CO(hcp) dans le Fe de structure(CC),la taille moyenne des grains est de l'ordre 13nm après 54heurs de broyage. Les différents dispositifs réalisés au sein de laboratoire CSC et le DAB ont permis la mesure des différents paramètres.

L'étude théorique des propriétés électromagnétiques a permis la compréhension des différents phénomènes responsable sur le comportement des échantillons et leur réponse en présence d'une énergie externe.

Nous avons procédé a trois type de caractérisation ,qui on montré l'influence de la variation du cobalt sur les paramètres électromagnétique des échantillons en fonction de la fréquence utilisé.

Il apparaît après l'étude par micro-ondes que les résultats obtenus expliquent la grande capacité d'absorption dans un %CO précis.

On plus les mesures magnétique montre une diminution de champ coercitif  $H_c$  et une augmentation de l'induction rémanente  $B_r$ , ces résultats caractérisent les matériaux magnétique doux ayant un faible champ coercitif et une très grande induction rémanente.

Notons en outre que les résultats obtenus par courants de Foucault expliquent les résultats précédents de magnétique et hyperfréquence. L'ensemble des résultats montre que la mécanosynthèse permet d'élaborer à partir des poudres d'élément purs et quelques soit la composition initiale, des mélanges Fe-CO à l'échelle atomique homogènes et nanostructurés.

Les alliages Fe-CO présentent de nombreuses caractéristiques intéressantes, toutefois leur développement reste confiné dans des applications spécifiques.

La rareté et le prix du cobalt en sont les principaux responsables.

## CONCLUSION

---

Le travail présenté est une première étude sur l'influence du pourcentage du cobalt, nous envisageons comme perspective :

- Une étude sur la densité du matériau en fonction du pourcentage du cobalt.
- Une étude optique des matériaux compactés.

# Annexe I

---

## I- PROPRIETES ELECTRIQUES ET MAGNETIQUES DES MATERIAUX :

Avant d'aborder ces paramètres, il faut avoir en idée quelques notions sur le magnétisme qui sont explicités largement dans l'annexe1, telle que l'induction magnétique  $\vec{B}$ , le champ magnétique  $\vec{H}$ , l'aimantation  $\vec{M}$ .

### I.1 Définition de la susceptibilité :

Toute substance placée dans un champ magnétique  $\vec{H}$  s'aimante, c'est-à-dire que chacun de ses éléments de volume acquiert un moment magnétique.

Donc il existe une relation approximativement linéaire entre l'aimantation  $M$  et le champ magnétique  $\vec{H}$ .

Si de plus le milieu considéré est isotrope, on aura la relation suivante :

$$M = X_m H$$

Où  $X_m$  est une constante scalaire sans dimension caractéristique du milieu appelée susceptibilité magnétique.

### I.2 Définition de la conductivité électrique :

La conductivité est un paramètre qui caractérise la réponse d'un milieu matériel sous forme de courant électrique, à l'application d'un champ électrique macroscopique.

La loi d'ohm permet de définir cette conductivité  $\sigma$  d'un milieu part :  $J = \sigma E$ .

Le domaine de cette loi constitutive est vaste puisque la gamme des conductivités s'étend sur plus de vingt ordres de grandeur ( $10^{-12} < \gamma < 10^8$  S/M).

Ce qui permet de classer les divers matériaux entre les très bons conducteurs (les métaux), semi-conducteurs, et les très mauvais conducteurs (les isolants).

Cette classification repose sur les mécanismes responsables de la conduction ( Mobilité, densité volumique), qui sont directement liés à la nature cristalline, la pureté et la température. Dans notre cas ce qui nous intéresse se sont les métaux qui se caractérisent par



Une conductivité très grande ( $< 10^4$  S/M), dont la conduction est assurée par des électrons libres,

### I.3 Définition de la perméabilité magnétique :

Une relation entre l'aimantation  $\vec{M}$  et le champ magnétique  $\vec{H}$  implique également une relation linéaire entre l'induction magnétique  $\vec{B}$  et le champ magnétique  $\vec{H}$  (non ferromagnétique), car chaque matière aimantée peut être décrite à l'aide de deux paramètres seulement qui sont l'induction magnétique  $\vec{B}$  et le champ magnétique  $\vec{H}$  et c'est la perméabilité magnétique qui traduit cette liaison.

L'induction  $\vec{B}$  est donnée par la relation suivante :

$$\vec{B} = \mu_0 (\vec{H} + \vec{M})$$

Avec

$$\mu_0 = 4\pi 10^{-7} \text{ H/M} : \text{Perméabilité du vide}$$

$$\vec{M} = X_m \vec{H}$$

D'où

$$\vec{B} = \mu_0 (\vec{H} + X_m \vec{H})$$

$$\vec{B} = \mu_0 \vec{H} (1 + X_m)$$

On définit alors la perméabilité relative  $\mu_r$  (dimension)

$$\mu_r = 1 + X_m$$

La perméabilité absolue  $\mu$  :

$$\mu = \mu_0 \cdot \mu_r$$

on aura alors : 
$$\vec{B} = \mu_0 \cdot \mu_r \vec{H}$$

## Annexe II

---

## II EXPRESSION DU CHAMP MAGNETIQUE :

### II.1 Etude du champ magnétique créé par deux spires identique:

Soit deux spires supposées idéales semblables parcourues dans le même sens par le même courant d'intensité  $I$

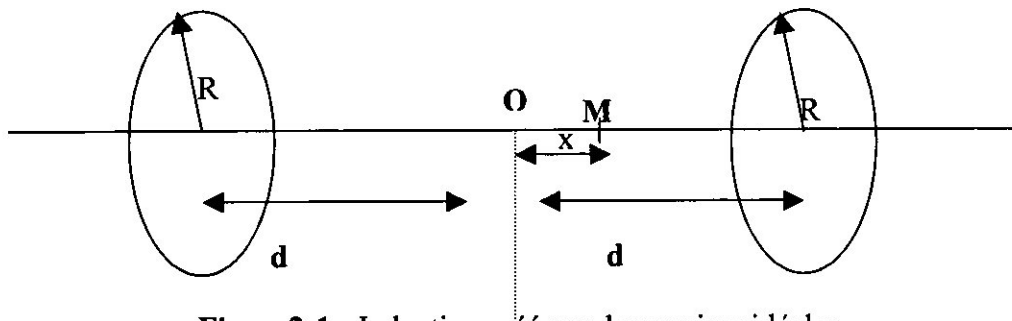


Figure2-1 : Induction créé par deux spires idéales

Calculant le champ magnétique  $B$  créé par les deux bobines au point  $M$  repéré par rapport au centre des spires par les coordonnées «  $x$  »:

$$B = \frac{\mu_0 N I}{2} \left[ \frac{R^2}{(R^2 + (d+x)^2)^{3/2}} + \frac{R^2}{(R^2 + (d-x)^2)^{3/2}} \right] \dots \dots \dots (2-1)$$

et en posant

$$f(y) = \frac{\mu_0 N I R^2}{(R^2 + y^2)^{3/2}}$$

On peut écrire  $B=f(d+x)+f(d-x)$

nous supposons que le champ d'excitation résultant est au centre de la sonde au point «  $O$  » et que la propagation se fait seulement suivant l'axe  $Z$ .

Afin de satisfaire ces suppositions nous avons établie certaines conditions sur la sonde d'excitation.

Les conditions sur le champ magnétique au voisinage du centre  $O$  pour qu'il soit uniforme.

En supposant la distance  $x$  très petite devant  $d$ , effectuons un développement limité de l'ordre 3

Au voisinage de zéro :

$$F(d+x)=f(d) + x f'(d) + \frac{1}{2} x^2 f''(d) + \frac{1}{6} x^3 f'''(d)$$

$$F(d-x)=f(d) - x f'(d) + \frac{1}{2} x^2 f''(d) - \frac{1}{6} x^3 f'''(d)$$

D'ou

$$B= f(d+x) + f(d-x)=2f(d)+x^2 f''(d).....(II-2)$$

Pour que **B** varie le moins possible en fonction de **x** au voisinage de **O** l'équation (II-2) montre qu'il faut annuler  $f''(d)$ , soit:

$$f(y) = \frac{\mu_0 N I R^2}{(R^2 + y^2)^{3/2}}$$

le champ magnétique  $B(y)$  créé sur l'axe par la bobine est donc une fonction paire.  $B(z)$  tend vers zéro quand  $y$  tend vers plus ou moins l'infini, il est maximal quand  $z=0$ , c'est-à-dire au centre de la bobine.

$$f''(x) = -3\mu_0 N I R^2 (R^2 - 4d^2) (R^2 - x^2)^{-7/2} .....(II-3)$$

pour annuler  $f''(d)$  de façon à ce que le champ magnétique soit le plus uniforme possible, il suffit donc que :

$$d=R/2 .....(II-4)$$

L'équation (II-4) soit vérifiée, les bobines doivent se situer l'une par rapport à l'autre à une distance **R**.

Nous disons que le champ obtenu sur l'axe de révolution est alors le plus uniforme possible.

L'augmentation du champ magnétique avec la condition d'uniformité se fait par l'utilisation des multicouche contrairement au cas classique où la bobine est supposée infiniment long.

## II.2 Induction magnétique créée en point quelconque de l'espace :

L'induction **B** est calculée suivant les trois axes **x**, **y**, et **z**.

Nous essaierons plus loin de négliger l'influence du champ suivant **x**, **y**, en respectant certaines conditions, l'uniformité du champ suivant **z**.

### II.3 Expression du champ magnétique produit par une spire [30]:

Considérant une spire circulaire de rayon  $R$ , parcourue par un courant d'intensité  $I_0$ , et cherchons l'induction en un point  $M_0$ .

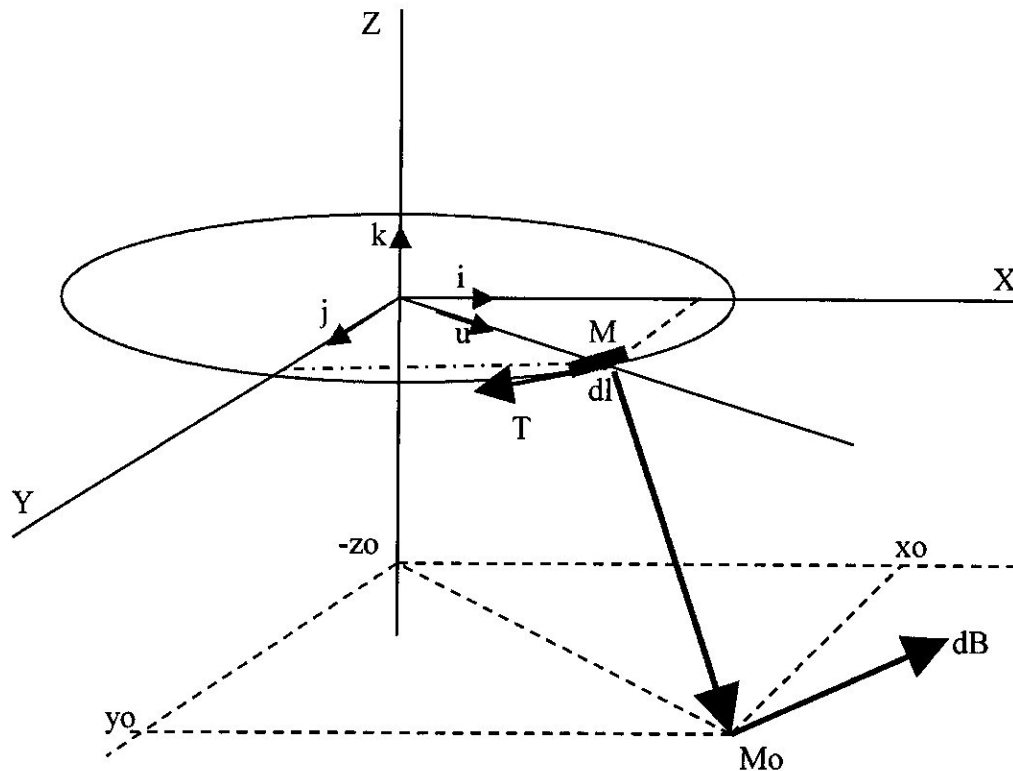


Figure (II-2) : induction d'un point d'espace par rapport à une spire

$$OM \vec{=} x \vec{i} + y \vec{j} = R [\cos\theta \vec{i} + \sin\theta \vec{j}]$$

$$OM_0 \vec{=} x_0 \vec{i} + y_0 \vec{j} - z_0 \vec{k}$$

$$MM_0^2 = (x_0 - R \cos\theta)^2 + (y_0 - R \sin\theta)^2 + z_0^2$$

$$MM_0^2 = x_0^2 + y_0^2 + z_0^2 + R^2 - 2R(x_0 \cos\theta + y_0 \sin\theta)$$

# BIBLIOGRAPHIE

- [1]: Y. Chen, R. Le Hizift and G. Martin, *sol.start. Phen* vol.23 ET 24 (1992)
- [2]: A. Calka, A. P. Radlink, *Master sci, eng, A* (134), (1991)
- [3]: P.H. Shingu, *Mechanical alloying, Materials Science Forum* 88-89 (1992).
- [4]: L. Renato de Araujo Pontes, *thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine* (1992)
- [5]: P.S. Gilman and J.S Benjamin, *Ann. Rev. Master, sci.vol.13* (1983)
- [6]: DO KIM .Young, j Youl chung ,K , jongryoul, j.h yeongtag , *Master .sci and eng .A291*, (2000)
- [7]: S. Senoussi, *J.physi.paris* (1984)
- [8]: H.J. Richter, *J.phys* (1999)
- [9]: W. Wernsorfer, *thèse de doctorat, université .J.Fourier-grenoble* (1992)
- [10]: C. Kittel, « *introduction à la physique de l'état solide* » (1972)
- [11]: A. Michel « *phénomènes magnétiques et structures* » (1966)
- [12]: B. Hickel, *biological and chemical actions of ionising radiation, Academia-Erasme, louvain-la-Neuve, Belgium, B. Tilquined*, (1992)
- [13]: J.N. Armor, *App.cat.A: general*, (1999).
- [14]: M. Cyrot. Dans « *Entre l'atome et le cristal* ». CNRS Paris (1981)
- [15]: J.A. Dalmon, « *Matériaux et catalyse* », IRC Lyon, (1988)
- [16]: B. BENOIST  
Thèse *Système expert d'analyse automatique des signaux de défauts lors du contrôle non destructif des générateurs de vapeur des centrales nucléaires*  
Soutenu le 16 octobre 1990 université de technologie de compiegne France
- [17]: B. Helifa : *Thèse, Contrôle non destructif par courant de Foucault*  
Soutenu October 2001 univ de Laghouat
- [18]: C.V. Dodd and W.E. Deeds: *Analytical solutions to eddy current probe-coil problems*  
*J. appl phys vol 39 no6 pp 2829-2838*
- [19]: J. Van Boweler : *Electromagnetic fields. New York: MCGraw-Hill, 1964 pp115.*
- [20]: S. Fang and W. Chou : *analysis and measurements of eddy current effects of a beam tube in a pulsed magnet , Fermi National Accelerator Laboratory*  
P.O. Box 500 Batavia, Illinois 60510, USA

# BIBLIOGRAPHIE

[21] :A.HADDAD

Thèse de magister conception et analyse d'un système de contrôle non destructif par courant de Foucault pulsés, soutenu en 2003, université de Blida.

[22] :A.HAMOUDA

Thèse de magister approche physique dans la détermination de caractéristique des matériaux en CND par CF, soutenu en 2003, université de Blida.

[23] : M YOUSRI AHMED

Etude de faisabilité de la mesure du taux d'humidité dans un échantillon textile par les hyperfréquences

[24] Y.BENGUEDOUAR :

Thèse de magistère, propriété magnétique d'agrégat NI et NI-Pt greffes sur silice élaboré par radiologie.

[25]:B.Dcullity,dans“ elementofX-ray diffraction”Adition Wellesley publishing company.

## DOCUMENTATION:

PAUL MC INTIRE: Nanodestructive testing hand book (volume force electromagnetic testing).

Hyperfréquences (théorie, pratique et mesures) (A.620.178.EX:7)

Les micro-ondes (circuits, microrubans, fibres) (A620.180.EX1)

F.GARDIOL électromagnétisme (DUNOD)

Livre : électromagnétique à l'usage des ingénieurs tome 1, A.fouillé

Livre : nanomatériaux observatoire français des techniques avancées (ARAGO27)