



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne démocratique et populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche
scientifique



جامعة البليدة 1
Université BLIDA 1

كلية العلوم
Faculté des sciences

قسم الفيزياء
Département de physique

MEMOIRE DE MASTER

Filière : Physique .

Spécialité : Nanophysique .

Thème :

**Développement de poudre nanostructurée par
broyage mécanique pour une application dans
le domaine industriel.**

Présenté par :

Melle.Boubtana Imene.

Melle. Khaldi Hanane.

Soutenu le 12.07.2023 devant le jury composé de :

| | | | |
|--------------------|-------|-------|--------------|
| Dr.Lafane Slimane | MRA | CDTA | Président |
| Dr.Laslouni Warda | MCB | USDB | Examinatrice |
| Dr.Belkada Rachid | Di.Re | CRTSE | Encadreur |
| Dr.Hassein-Bey AEK | MCB | USDB | Co-Encadreur |

Promotion 2022/2023

ملخص:

الهدف من هذا العمل هو دراسة المساحيق الدقيقة التي تدخل في تركيب حبر الطابعة أو جهاز الاستنساخ بالليزر، ووضع منهج قائم على الهندسة العكسية بتحليل مسحوق تونر الطابعة، وتصنيع مسحوق نانوي البنية يحمل نفس خصائص المسحوق الأصلي بأسهل طريقة ممكنة.

تتكون دراستنا من جزأين أساسيين: الجزء الأول يعتمد على وصف المسحوق الاولي للحبر في حالته الخام وبعد عدد من عمليات الطابعة. يركز توصيف هذا المسحوق على: حيود الأشعة السينية (DRX) ، المسح المجهر الإلكتروني (SEM)، حجم جسيمات الليزر، والمحلل باستخدام المسبار الإلكتروني (EPMA). الجزء الثاني يتناول تصنيع مسحوق نانوي البنية محاكي للمسحوق المستهدف.

Résume:

L'objectif de ce travail est d'étudier les poudres fines qui entrent dans la composition du toner d'imprimante ou du copieur laser, et de développer une approche basée sur la rétro-ingénierie en analysant la poudre de toner d'imprimante, et en fabriquant une poudre nanostructurée qui porte les mêmes caractéristiques que la poudre d'origine de la manière la plus simple possible.

Notre étude se compose de deux parties principales : la première partie, est basée sur la description de la poudre de toner initiale à l'état brut et après un certain nombre de procédés d'impression, la caractérisation de cette poudre a porté sur : la diffraction des rayons X (DRX), la microscopie électronique à balayage (SEM), la taille des particules laser et l'analyseur à sonde électronique (EPMA). La deuxième partie, traite de la fabrication d'une poudre nanostructurée similaire à la poudre cible.

Abstract :

The objective of this work is to study the fine powders that go into the composition of printer toner or laser copier, and to develop an approach based on reverse engineering by analyzing printer toner powder, and by making a nanostructured powder, that bears the same characteristics as the original powder in the simplest way possible.

Our study consists of two main parts: the first part is based on the description of the initial toner powder in its raw state and after a certain number of printing processes. The characterization of this powder focused on: the X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), laser particle size and electron probe analyzer (EPMA). The second part deals with the fabrication of a nanostructured powder similar to the target powder.

Remerciements :

Prophète Muhamed dit : (celui qui ne remercie pas les gens ne remercie pas Dieu).

Tout d'abord, nous remercions Dieu pour la force et la santé que nous avons donnée pour atteindre là où nous sommes, à nos parentes qui nous ont beaucoup soutenu pendant tout le long de notre parcours.

On tient à remercier notre promoteur **Mr BELKADA RACHID** directeur de recherche du CRTSE, pour son entière disposition et ses judicieux conseils, sa contribution générale à l'élaboration de ce travail.

Nous remercions tout particulièrement l'enseignant qui a joué le rôle de père tout au long de l'étude de master **Mr HASSEIN BEY AEK**.

Nous nous ferons un agréable devoir de remercier la prochaine docteur **Mme TERKI MANIA** de nous avoir dirigé ce travail de mémoire et nous avoir fait bénéficier de son expérience et de ses précieux conseils.

Nos remerciements s'adressent également à tous les membres du jury pour l'honneur qu'ils nous font en acceptant de juger notre travail.

Nous remercions également :

- Mr **AOUDJ SALAH EDDINE** docteur en chimie pour nous aider dans ce travail.
- Mme **LADJALI AICHA** pour nous aider dans ce travail.
- ALFEL ALGERIENNE DES FONDERIES D'EL HARRACH**.
- Mr **Saci Tayeb** et Mr **Hamdadou Tayeb** pour nous aider dans ce travail.
- Mr **FRIHA SEIFEDDINE** et Mr **MANSERI AMAR** L'équiperesponsable de l'analyse MEB de laboratoire du centre de recherche en technologie des semi-conducteurs pour l'énergétique (CRTSE).
- l'équipe **CMMO/CCPM** du centre de recherche en technologie des semi-conducteurs pour l'énergétique (CRTSE).
- Mr **HAMDOUBILLEL** l'ingénieur responsable de l'analyse EPMA du centre de recherche en technologie des semi-conducteurs pour l'énergétique (CRTSE).

On tient à remercier tous nos amis et collègues pour leur soutien moral tout au long de cette préparation.

Enfin, on tient à remercier tous ceux et celles qui ont participé de près ou de loin à l'élaboration de la présente mémoire.



Dédicace:

Je dédie ce mémoire :

A mes grands-pères Allah yerhamhom

A mes chers parents ma mère et mon père

Pour leur amour, leur patience, leur soutien et leur

Encouragement durant mon parcours scolaire.

A mes frères : Rida et Mohamed.

A ma sœur: Warda.

A ma tante :ZORA

A la famille « KHALDI »et « KADOUR ».

A mon fiancé :Djamelet sa familles BEN SMAIL

A mon Binôme :Boubtanalmene.

A Mme : Hassein bey ALS.

A mes amis:Fayza et yasmine.

Et à l'ensemble des étudiants de la promotion Master

Nanophysique2022/2023

Sans oublier tous les professeurs que ce soit du primaire,

Moyen, du secondaire ou deL'enseignement supérieur.



KHALDI HANANE



Dédicace:

Je tiens à Didier cet humble travail à :

*Mon grand-père **Benameur** et ma grand-mère **Meriem** que Dieu
leur pardonne.*

*Ma chère mère et mon cher père source de mon bonheur je leur
souhaite une longue vie.*

*Mes frères : **Abdellhak-Abderrahmane**.*

*Mes sœurs bien aimées : **Meriem -Sarah**.*

*Mon fiancé : **Abderzak** et sa famille **kermadj**.*

*Ma chère amie : **Mme Hassein-bey ALS**.*

*Mr : **MISSERAOUI IBRAHIM**.*

*La famille **Boubtana, Fendil et Akri**.*

*Mon binôme **Khaldi Hanane**.*

*L'équipe de la pharmacie **ALEM DJ EPS STAMBOULI**.*

Tous mes amis de la mosquée.

*Mes amis: **Asmaa, Hadjer, Soumia, Imene, Amina, Fayza, Rania**.*

*Et à l'ensemble des étudiants de la promotion master
Nanophysique 2022/2023.*

*Sans oublier tous les professeurs que ce soit du primaire,
Moyen, du secondaire ou de L'enseignement supérieur.*



IMENE BOUBTANA

Table des matières

| | |
|--|----|
| Résume | 2 |
| Table des matières | 6 |
| La liste des tableaux..... | 8 |
| La liste des figures..... | 9 |
| Introduction générale | 11 |
| Chapitre1: Etude Bibliographie | 14 |
| 1.1. Introduction | 15 |
| 1.2. Terminologie et Définitions | 15 |
| 1.2.1. Le préfixe "NANO" | 15 |
| 1.2.2. Nanotechnologies et Nanosciences | 15 |
| 1.2.3. Nanomatériaux | 16 |
| 1.2.4. Les familles de nanomatériaux | 16 |
| 1.2.5. Les matériaux nanostructures | 17 |
| 1.2.6. Propriétés importantes des nanomatériaux | 18 |
| 1.3. Méthodes de synthèse | 18 |
| 1.3.1. Approche « descendante » Top-down | 18 |
| 1.3.2. Approche « ascendante » Bottom-up | 19 |
| 1.3.3. Procédés d'élaboration des nanomatériaux | 19 |
| 1.4. Applications des nanomatériaux | 22 |
| 1.5. Imprimante et toner | 23 |
| 1.5.1. Imprimante | 23 |
| 1.5.2. Toner | 25 |
| Chapitre 2 : Caractérisation et élaboration | 30 |
| 2.1. Introduction | 31 |
| 2.2. Poudres de base | 31 |
| 2.3. Techniques de caractérisation | 31 |
| 2.3.1. Microscopie électronique à balayage | 31 |
| 2.3.1.1.Principe de fonctionnement | 33 |
| 2.3.2. Microanalyseur à sonde électronique(EPMA) | 34 |
| 2.3.2.1. Préparation des pastilles | 34 |
| 2.3.3. Granulométrie Laser | 36 |
| 2.3.4. La diffraction des rayons X (DRX) | 37 |
| 2.3.4.1. Principe de fonctionnement | 38 |
| 2.4. Technique d'élaboration | 39 |

| | |
|--|----|
| 2.4.1. La Mechnanosynthèse | 39 |
| 2.4.2. Broyeur Planétaire PM 200 | 40 |
| 2.4.2.1. Principe de fonctionnement | 40 |
| 2.4.3 . Les étapes d'élaboration | 41 |
| 2.4.3.1 Nettoyage de jarres et de billes | 41 |
| 2.4.3.2. Préparation de mélange de poudres | 41 |
| 2.4.4. Les conditions d'élaboration | 42 |
| 2.3.4.1. Manipulation | 43 |
| Chapitre 3 :Résultats et Discussions..... | 44 |
| 3.1. Introduction | 45 |
| 3.2. Analyse microscopie électronique à balayage | 45 |
| 3.2.1. Morphologie des poudres par MEB | 45 |
| 3.2.2. Représentation de rapport de l'analyse SEM-EDS | 46 |
| 3.2.2.1. Poudre Avant utilisation | 46 |
| 3.2.2.2. PoudreAprès utilisation | 47 |
| 3.3. L'analyse EPMA | 48 |
| 3.4. GRANULOMETRIE LASER | 50 |
| 3.4.1. Présentation des résultats depoudre du toner avant utilisation | 50 |
| 3.4.2. Présentation des résultats de poudre de toner après l'utilisation | 51 |
| 3.5. L'analyse DRX | 52 |
| 3.5.1. Présentation des résultats de poudre de toner..... | 52 |
| 3.6. Caractérisations des poudres élaborées | 54 |
| 3.6.1. Analyse microscopie électronique à balayage | 54 |
| 3.6.1.1. Présentation de morphologie | 54 |
| 3.6.1.2. Représentation de rapport de l'analyse SEM-EDS | 55 |
| 3.6.2. Evolution de la structure cristalline | 59 |
| Conclusion générale | 63 |
| Références | 64 |

La liste des tableaux

| | |
|---|----|
| Tableau 2.1 Les conditions de cette manipulation..... | 42 |
| Tableau3.1 Analyses EDS de poudre du toner neuve..... | 46 |
| Tableau3.2 Analyses EDS de poudre du toner utilisée..... | 47 |
| Tableau3.3 Résultats obtenue par granulométrie laser..... | 51 |
| Tableau3.4 Résultats obtenue par granulométrie laser | 52 |
| Tableau3.5 L'évolution du paramètre, du volume de la maille et la tailles des cristallites de poudre de toner | 53 |
| Tableau3.6 Analyses EDS des poudres broyées à 30min..... | 55 |
| Tableau3.7 Analyses EDS des poudres broyées à 1h30min..... | 56 |
| Tableau3.8 Analyses EDS des poudres broyées à 3h..... | 57 |
| Tableau3.9 Analyses EDS des poudres broyées à 40h..... | 58 |
| Tableau3.10 L'évolution du paramètre, du volume de la maille et la tailles des cristallites en fonction du temps de broyage..... | 61 |

La liste des figures

| | |
|--|----|
| Figure1.1 Echelle Dimensions | 16 |
| Figure1.2 Classification des nanomatériaux selon la norme ISO TS 80004-1..... | 18 |
| Figure1.3 Illustration représentant les approches pour atteindre des nanostructures... | 20 |
| Figure1.4 Schéma de broyage mécanique (mécanosynthèse)..... | 21 |
| Figure1.5 Différents types de broyeurs..... | 22 |
| Figure1.6 Lithographie sur papier. | 25 |
| Figure1.7 Zincographie sur papier jaune..... | 26 |
| Figure1.8 Les parties de toner. | 27 |
| Figure1.9 Schématique représentation du principe d'électro photographie utilisé dans l'opération de photocopier..... | 27 |
| Figure1.10 Structure schématique des particules de toner..... | 28 |
| Figure1.11 Structures de l'Oxydes de fer..... | 28 |
| Figure1.12 a- Noire de carbone. b-Poudre de noir de carbone..... | 29 |
| Figure1.13 Image d'un silicium..... | 29 |
| Figure2.1 Deux échantillons de poudre de toner avant et après utilisation..... | 31 |
| Figure2.2 Microscope électronique à balayage JEOL JSM – 67610plus(CRTSE)..... | 32 |
| Figure2.3 Principed'un Microscope Électronique à Balayage..... | 33 |
| Figure2.4 Des moules métalliques..... | 34 |
| Figure2.5 Presse hydraulique SPECAC..... | 34 |
| Figure2.6 Pastille préparé..... | 34 |
| Figure 2.7 Microanalyseur a sonde électronique JXA-8230 (CRTSE) | 35 |
| Figure2.8 a-Schéma d'un microanalyseur à sonde électronique ; b-cercle de Rowland. | 36 |
| Figure2.9 Granulométrie laser marque Malvern Mastersizer 2000, Hydro 2000 MU.... | 36 |
| Figure2.10 Différent types des interactions entre laser et les particules..... | 37 |
| Figure2.11 Diffractomètre à rayon X Rigaku (USDB1) | 37 |
| Figure2.12 Condition de Bragg, principe de diffraction de rayons X..... | 38 |

| | |
|--|----|
| Figure 2.13 Broyeur planétaire de type (Retsh PM 200) | 40 |
| Figure2.14 Présentation du mouvement de plateau et les jarres du broyeur..... | 40 |
| Figure2.15 Le sable et l'éthanol utilisé Pour le nettoyage. | 41 |
| Figure2.16 Les sources des poudres utilisées..... | 41 |
| Figure2.17 Malaxage de marque EL-SOLTANA STARS..... | 42 |
| Figure3.1 Morphologie de la poudre neuve du toner (a) x250, (b) x1000..... | 45 |
| Figure3.2 Morphologie de la poudre utilisée du toner (a) x250, (b) x1000..... | 45 |
| Figure3.3 Analyses EDS de poudre du toner neuve | 46 |
| Figure3.4 Analyses EDS de poudre du toner utilisée..... | 47 |
| Figure 3.5 Imagerie prise d'une analyse EPMA de poudre du toner neuve..... | 48 |
| Figure3.6 L'analyse spectrale EPMA pour la poudre neuve du toner..... | 49 |
| Figure3.7 Imagerie prise d'une analyse EPMA de poudre du toner utilisée..... | 49 |
| Figure3.8 L'analyse EPMA pour la poudre du toner utilisée..... | 50 |
| Figure3.9 Distribution granulométrie de poudre de toner avant l'utilisation..... | 51 |
| Figure3.10 Distribution granulométrie de poudre de toner après l'utilisation..... | 52 |
| Figure3.11 Diffractogramme de rayons X de poudre de toner neuf..... | 53 |
| Figure3.12 Diffractogramme de rayons X de poudre de toner utilisée..... | 53 |
| Figure3.13 Evolution de la forme du mélange C Fe Si en poudres en fonction du temps de broyage..... | 54 |
| Figure3.14 Analyses EDS des poudres broyées à 30 min..... | 55 |
| Figure3.15 Analyses EDS des poudres broyées à 1h30 min..... | 56 |
| Figure3.16 Analyses EDS des poudres broyées à 3h..... | 57 |
| Figure3.17 Analyses EDS des poudres broyées à 40 h..... | 58 |
| Figure3.18 Diffractogramme de rayons X de mélange CFeSi en fonction du temps de broyage (30min)..... | 59 |
| Figure3.19 Diffractogramme de rayons X de mélange CFeSi en fonction du temps de broyage (1h30min)..... | 59 |
| Figure 3.20 Diffractogramme de rayons X de mélange CFeSi en fonction du temps de broyage (40h)..... | 60 |
| Figure 3.21 Diffractogramme de rayons X de graphite utilise..... | 61 |

Introduction générale

L'expression "nanotechnologie" a été utilisée pour la première fois en 1974 par Norio Tanigushi, et Eric Drexler l'a popularisée plus tard dans les années 1980 [1]. L'état actuel des progrès et du développement de la science a permis d'étudier les interactions entre divers processus de synthèse des matériaux à l'échelle nanométrique [2].

Les nanotechnologies englobent un large éventail de domaines technologiques qui ont le dénominateur commun de la taille structurelle à l'échelle nanométrique. Un exemple de domaine d'application est le domaine de l'électronique, qui utilise des structures de plus en plus minuscules qui atteignent des échelles nanométriques dans les technologies de l'information et de la communication. L'émergence des nanotechnologies est un tournant important dans le développement industriel du XXI^e siècle. Selon la Commission européenne, le marché mondial des nanotechnologies était estimé à plus de 40 milliards d'euros en 2001 [3]. Les risques économiques associés à l'adoption mondiale des nanotechnologies devraient atteindre 1 milliard d'euros chaque année entre 2010 et 2015 et affecter l'emploi de près de 2 millions de personnes [4].

Toutes les grandes familles de matériaux sont touchées par la nanotechnologie, y compris les métaux, la céramique, les diélectriques, les oxydes magnétiques, les polymères, les métalloïdes, etc.

Les nanomatériaux se distinguent souvent par leurs formes, qui sont déterminées par les dimensions structurelles des nano-objets qui les composent. Il existe trois grandes catégories de nanomatériaux : les nanoparticules tridimensionnelles, les nanofibres unidimensionnelles et leurs dérivés, et les nanofeuilles bidimensionnelles. Par conséquent, afin d'édifier les matériaux, les propriétés physiques uniques de ces nanomatériaux sont obtenues par structuration, donnant lieu à la nature des matériaux nanostructures. Selon la taille et la dispersion des nanoparticules qui composent ces nanostructures de matériaux, il y a généralement trois familles d'entre eux. Les producteurs ou agrégats de nanoparticules ou de nano-entités. Ces derniers peuvent apparaître sous forme de particules primaires individuelles ou d'agrégats de tailles sensiblement supérieures ou égales à 100 nm Les nano composites fabriqués entièrement ou partiellement de nano-objets qui ont des propriétés qui sont améliorées

ou uniques à l'échelle nanométrique. Dans les nano composites, les nano-objets sont incorporés dans une matrice ou sur une surface pour fournir une nouvelle fonctionnalité ou modifier certaines autres propriétés uniques. Les matériaux avec des pores d'échelle nanométrique mesurable constituent une autre famille de matériaux utilisés dans les nanostructures. En raison de leurs propriétés uniques, les matériaux dotés de nanostructures sont très attrayants pour les progrès technologiques futurs dans une variété de domaines d'application et d'innovation.

Les propriétés des nanostructures peuvent être contrôlées dans les matériaux directement ou indirectement. Les approches descendantes et ascendantes sont les deux principales approches utilisées dans la synthèse des nanomatériaux. Dans l'approche descendante, les solides subissent des modifications mécaniques ou physiques pour séparer l'acier en petites particules avec nanostructure [5].

Dans notre travail, nous avons utilisé l'approche descendante avec le processus de synthèse mécanique de haute énergie connu sous le nom de représentation mécanique. Les véhicules sont autorisés à se former et à avoir une structure selon une nomenclature caractérisée par des phases identifiées par des investigations de structure atomique sans impliquer l'intégration d'éléments. Le processus de pinot se fait dans des conditions sèches en utilisant un concasseur à haute énergie équipé de conteneurs (ustensiles) contenant de la poudre des ingrédients du mélange. Les composés produits par synthèse mécanique subissent une série de processeurs mécaniques dans des états solides et en poudre qui comprennent de fréquentes collisions de particules de poudre mélangées ensemble dans un broyeur à boulets pour produire des matériaux homogènes.

Le mémoire est structuré en une introduction générale et trois chapitres :

- Le premier chapitre : consacré à la recherche bibliographique où nous connaissons tout ce qui était à l'échelle nanométrique, les processus d'élaboration et plus précisément la mécanosynthèse, l'imprimante et le fonctionnement des toners.
- Le deuxième chapitre comporte deux parties: une partie sur la caractérisation de la poudre de toner par différentes techniques (MEB, EPMA, GRANULOMÉTRIE LASER, DRX), et une section sur l'élaboration d'une poudre selon un concept de rétro-conception à l'aide de mécano-synthèse pour obtenir une poudre nanostructurée de caractéristiques semblables à la poudre initiale.

- Le troisième chapitre : on présentera tous les résultats obtenus et on les analysera par de simples interprétations.

Nous concluons notre mémoire en faisant une conclusion générale.

Chapitre1:

Etude Bibliographie.

1.1. Introduction :

Ce chapitre donne un aperçu complet de la recherche bibliographique sur les nanomatériaux et fournit des informations détaillées sur la nature et les caractéristiques physiques de la poudre de toner utilisée dans les équipements d'impression.

1.2. Terminologie et Définitions :

1.2.1. Le préfixe "NANO":

NANO fait référence à un préfixe grec signifiant "nain" ou quelque chose de très petit de l'ordre d'un millième de millionième de mètre (10^{-9} m). À titre de comparaison, un seul cheveu humain mesure 60 000 nm d'épaisseur et le rayon d'une double hélice d'ADN est de 1 nm voir la **Figure 1.1** [6-7].

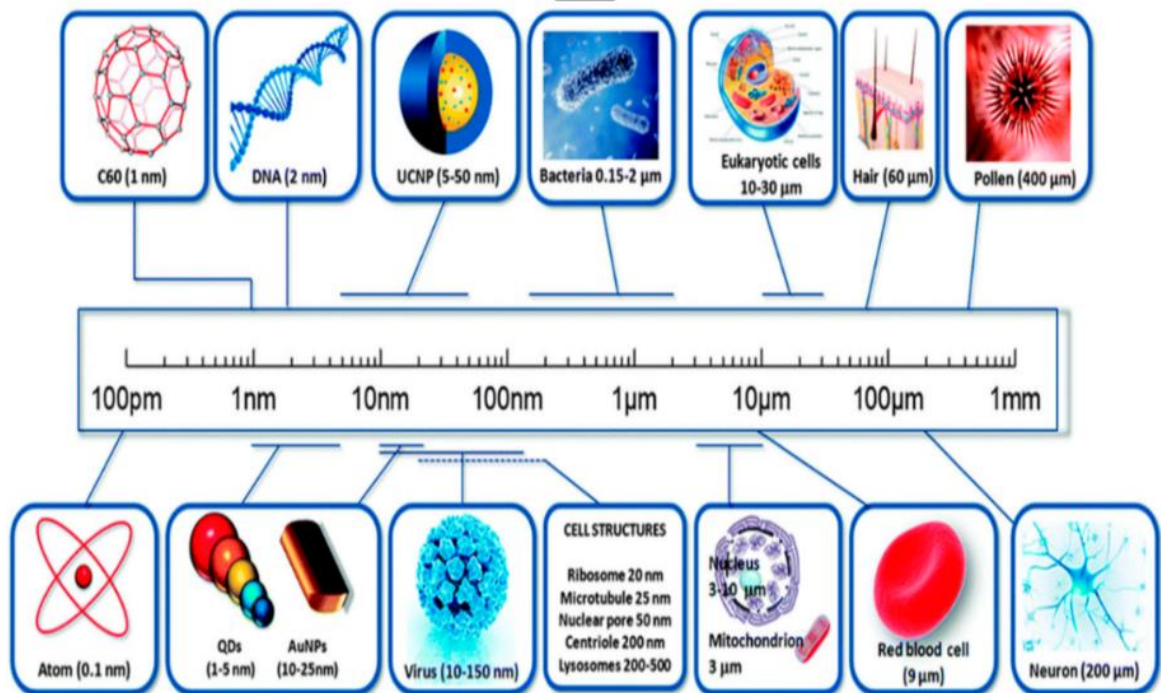


Figure 1.1 : Echelle Dimensions [8].

1.2.2. Nanotechnologies et Nanosciences :

La nanotechnologie est un domaine multidisciplinaire de recherche et de développement qui repose sur la connaissance et la maîtrise de l'infiniment petit. Plus précisément, elle rassemble toutes les méthodes utilisées pour fabriquer, manipuler et caractériser la matière à l'échelle nanométrique [9].

Les nanosciences concernent l'étude de la matière à une échelle atomique, moléculaire, dont les caractéristiques physico-chimiques diffèrent de celles des matériaux à une échelle plus large. De nos jours, cette discipline est très nouvelle et en plein développement [10].

1.2.3. Nanomatériaux :

Selon la norme ISO -Organisation internationale de normalisation-TS 80004-1, un nanomatériau est un matériau dont au moins une dimension à l'échelle nanométrique, c'est-à-dire comprise approximativement entre 1 et 100 nm, ou qui possède une structure interne ou de surface à l'échelle nanométrique [11].

1.2.4. Les familles de nanomatériaux :

Selon la norme ISO TS 80004-1, il existe deux grandes familles de nanomatériaux (**Figure 1.2**).

1.2.4.1. Les nano-objets :

Les matériaux avec une, deux ou trois dimensions externes à l'échelle nanométrique, c'est-à-dire entre 1 et 100 nanomètre, sont appelés nano-objets. Les nano-objets sont classés en trois catégories :

- A. Les nanoparticules**, sont des objets nanométriques à trois dimensions externes : des nanoparticules de latex, d'oxyde de zinc, de fer et de cérium, de dioxyde de titane, de carbonate de calcium, etc.
- B. Les nanotubes, les nanofibres, les nano filaments ou les nano bâtonnets**, sont des termes pour des nano-objets dont les deux dimensions externes sont à l'échelle nanométrique et la troisième dimension est significativement supérieure. Ces termes désignent des nano-objets longilignes avec une section d'environ 1nm et une longueur d'environ 500 à 10 000 nm [12].
- C. Les nanofeuillets, nanoplats ou nanoplaquettes**, Sont des termes pour des nano-objets dont une dimension externe est à l'échelle nanométrique et les deux autres dimensions sont même supérieures. Les nano-objets peuvent être utilisés sous forme de poudre, de gel ou de suspension liquide.

1.2.5. Les matériaux nanostructures :

Les matériaux qui ont une structure interne ou de surface à l'échelle nanométrique sont appelés matériaux nanostructures. Il est possible de classer plusieurs familles de matériaux nanostructures, y compris :

- A. Les agrégats et agglomérats de nano-objets** : les nano-objets peuvent se présenter soit sous forme individuelle (c'est-à-dire sous forme de particules primaires), soit sous forme d'agrégats ou d'agglomérats dont la taille est sensiblement supérieure à 100 nm.
- B. Les nanocomposites** : ces matériaux sont constitués de tout ou en partie de nano-objets qui présentent des propriétés améliorées ou spécifiques de dimension nanométrique. Les nano-objets sont incorporés dans une matrice ou déposés sur une surface pour apporter une nouvelle fonctionnalité ou modifier certaines propriétés mécaniques, magnétiques, thermiques, etc
- C. Matériaux nanoporeux** : ces matériaux ont des pores de taille nanométrique. Les aérogels de silice sont des matériaux nanoporeux qui ont des propriétés d'isolation thermique exceptionnelles.

Les "nanomatériaux manufacturés" sont des nanomatériaux produits intentionnellement par l'homme pour des applications spécifiques. Certains de ces nanomatériaux manufacturés, tels que le dioxyde de titane, le noir de carbone, l'alumine, le carbonate de calcium ou la silice amorphe, sont produits depuis de nombreuses années.

Il existe également des nanomatériaux non intentionnellement produits, également appelés particules ultrafines, issus de certains processus thermiques et mécaniques, tels que les fumées de soudage ou de projection thermique, les émissions de moteurs à combustion, etc.

Enfin, comme les fumées volcaniques ou les virus, des particules ultrafines naturelles sont présentes dans notre environnement [13].

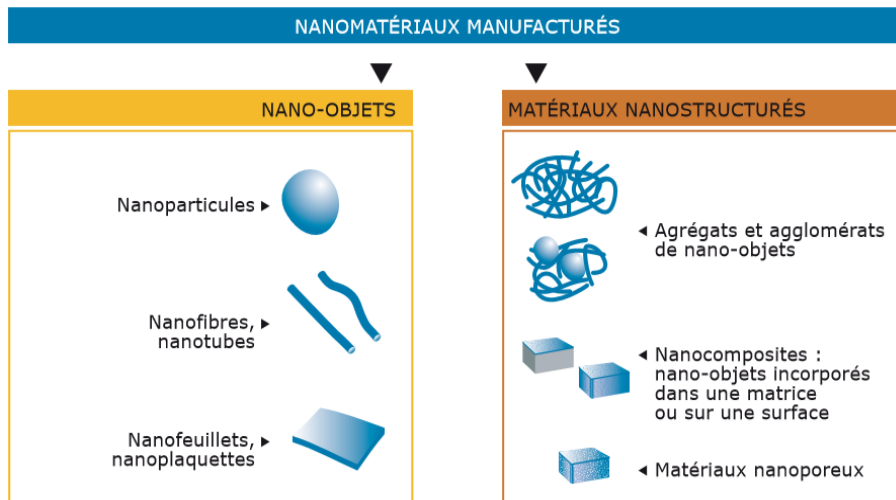


Figure 1.2 : Classification des nanomatériaux selon la norme ISO TS 80004-1 [13].

1.2.6. Propriétés des nanomatériaux :

❖ Propriétés mécaniques :

En réduisant l'échelle des grains du matériau et en gérant l'arrangement de ses atomes, les matériaux métalliques et leurs alliages deviennent plus durs et plus résistants pour supporter les différents poids qui s'exercent sur eux [13].

❖ Propriétés magnétiques :

La force de l'aimant dépend de la taille des grains du matériau ; plus les grains sont petits, plus l'aimant est puissant. La surface des nanoparticules augmente avec leur taille et la force de l'aimant augmente avec le nombre d'atomes à la surface [9].

❖ Propriétés électriques :

Lorsque les nanomatériaux sont utilisés pour fabriquer des micro capteurs et des puces, la taille nanométrique de leurs particules a un impact favorable sur les caractéristiques électriques des matériaux, telles que leur capacité à conduire le courant électrique [14].

1.3. Méthodes de synthèse :

Il existe deux approches dans l'élaboration des nanomatériaux :

1.3.1. Approche « descendante » Top-down :

L'approche descendante appelé 'top down' (du haut vers le bas) est une approche où on part du massif pour arriver à la taille nanométrique.

C'est une méthode basée sur la division de la matière de plus en plus petite. C'est la miniaturisation de la matière jusqu'à la taille d'une centaine de nanomètre ou même quelques atomes (**Figure1.3**) [15].

1.3.2. Approche « ascendante » Bottom-up :

La deuxième approche est issue des nanosciences et des laboratoires de recherche en nanotechnologie.

C'est une méthode d'assemblage et de construction de nanostructures à partir de briques élémentaires de la matière (atomes et molécules) pour créer des nanostructures de quelques molécules des démentions nanométriques allant jusqu'à la centaine de nanomètres (**Figure1.3**).

L'assemblage précis et contrôlé des atomes, des molécules ou des agrégats permet l'élaboration de matériaux fonctionnels dont la structure est complètement contrôlée [15].

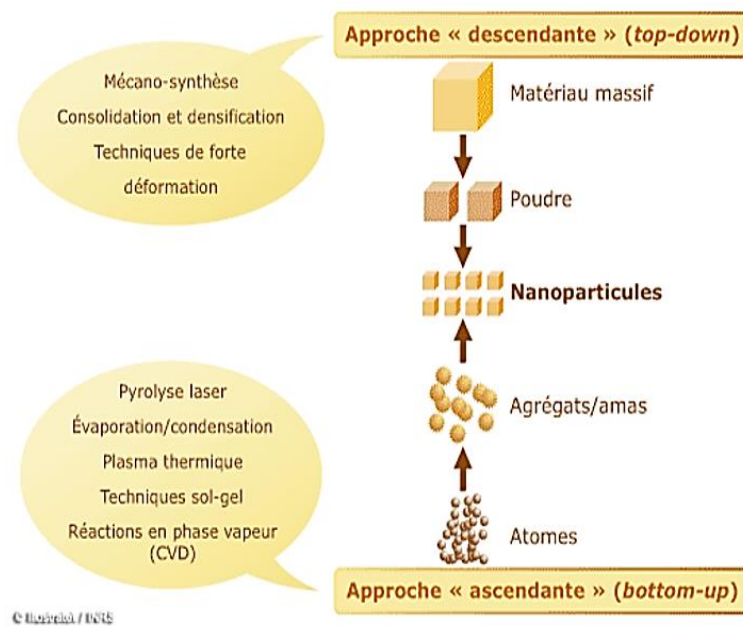


Figure 1.3 : illustration représentant les approches pour atteindre des nanostructures [16].

1.3.3. Procédés d'élaboration des nanomatériaux :

Les méthodes actuelles de production de nanomatériaux peuvent être divisées en trois groupes principaux :

1.3.3.1. Elaboration par voie physique :

Les méthodes physiques créent des particules en réduisant la taille de la source de matériau, une approche connue sous le nom d'hybride de micro- et nano-fabrication. Les techniques physiques comprennent le brochage, la condensation de gaz, l'électro pulvérisation, la lithographie et la décomposition thermique [17].

1.3.3.2. Elaboration par voie Chimiques :

Processus, connus sous le nom d'approches ascendantes, les particules sont produites par nucléation et croissance de particules à partir de précurseurs atomiques ou moléculaires généralement dans les phases liquide ou vapeur des réactions chimiques. Les procédés chimiques de synthèse de microparticules et de nanoparticules comprennent les procédés de microémulsion, hydro thermique, micro fluidique, vaporisation chimique, pyrolyse, et sol-gel. La synthèse chimique des nanoparticules donne des nanostructures avec moins de défauts, et permet de produire des compositions chimiques plus complexes et homogènes, et se prête facilement à une mise à l'échelle pour une production rapide et peu coûteuse [17].

1.3.3.3. Elaboration par méthode mécanique :(Mécanosynthèses) :

Un processus de métallurgie des poudres est la Mécanosynthèses. Comme son nom l'indique, cela implique l'utilisation de l'énergie mécanique pour réduire la taille des grains d'un matériau et produire un mélange à l'échelle des grains ou un alliage pour formée [18-19]. Il se produit par une succession de fissures et de soudures causées par des chocs mécaniques. Le produit final se présente généralement sous forme de grains de poudre nanométriques (c'est-à-dire avec une taille d'environ 10 nm) [20].

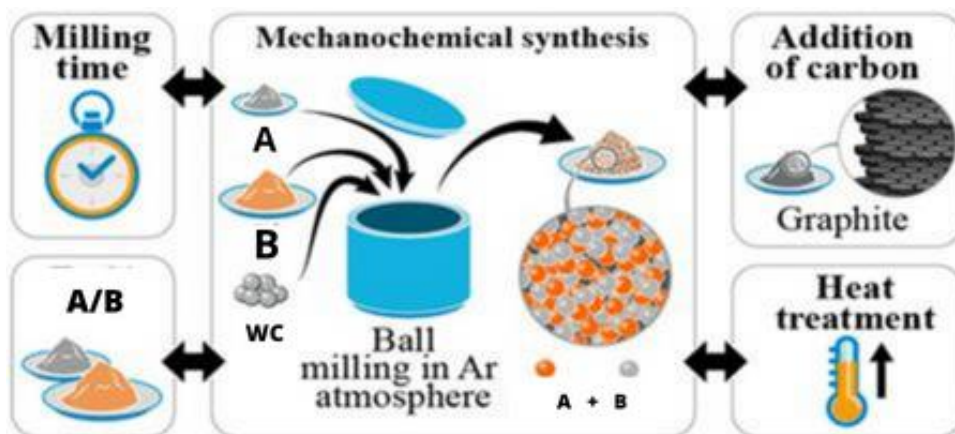


Figure1.4 : Schéma de broyage mécanique (mécanosynthèse)[21].

1.3.3.4. Les différents types de broyeur mécanique :

L'élaboration de poudres par synthèse mécanique peut se faire avec une variété d'équipements. Les principaux broyeurs utilisés sont de quatre types : le broyeur à hélice, le broyeur horizontal, le broyeur vibrant et le broyeur planétaire.

☞ Attrudeur ou moulin à friction :

Dans ce type de broyeur, les billes sont activées par des palettes reliées à un arbre central rotatif à un arbre central vertical rotatif, la capacité des attriteurs utilisés dans le domaine de la Mécanosynthèses varie entre 10kg et 50kg, la vitesse de rotation de l'arbre central vertical atteint 250 tr/min (voir figure 1.5) [18].

☞ Broyeur horizontal :

Dans ce type de broyeur, la poudre et les billes (ou tiges) sont placées dans une seule chambre. Dans un cylindre de plus d'un mètre de diamètre. Le broyeur horizontal peut traiter une grande quantité de poudre de l'ordre d'une tonne. Il est cependant beaucoup plus adapté à la production industrielle qu'à la recherche et au développement. Le cylindre tourne autour de son axe horizontal et les effets combinés de la force centrifuge induite par cette rotation et de la gravité font monter et descendre les billes (tiges) sur les particules de poudre. Les effets combinés de la force centrifuge et de la gravité font monter et descendre les billes (tiges) sur les particules de poudre, et pour obtenir un broyage à très haute énergie avec un broyeur horizontal, il faut augmenter la durée du broyage. Une étude réalisée en 1993 par Yamada et Koch a montré que 20 minutes de broyage avec un broyeur vibrant SPEX équivalaient à 20 heures de broyage avec un broyeur horizontal (faible énergie de broyage) et à quelques jours avec un broyeur horizontal (voir figure 1.5) [22].

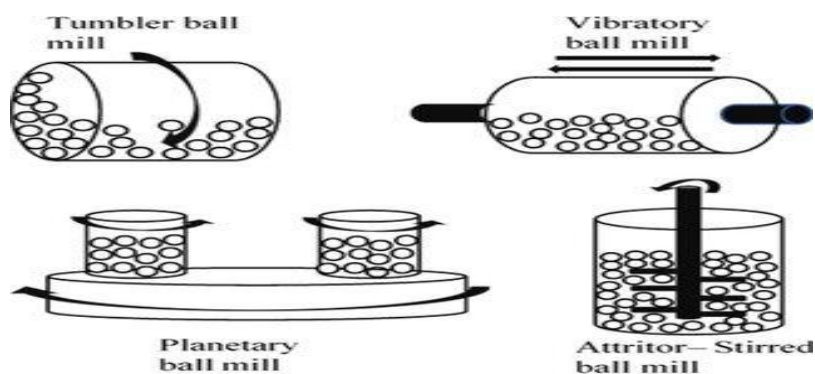


Figure 1.5: Différents types de broyeurs [23].

☞ **Broyeur vibrant :**

Le principe du broyeur vibrant est basé sur un mouvement de vibration à haute fréquence (20 Hz) d'un cylindre contenant la poudre à broyer et les billes. Le mouvement de vibration à haute fréquence (20 Hz) d'un cylindre contenant la poudre à broyer et les billes. Le broyeur vibrant le plus couramment utilisé est le SPEX 8000, qui peut contenir de 2 à 40 billes et peut traiter une quantité de poudre de l'ordre de 10 g (1,5 kg). De poudre de l'ordre de 10 g. Le broyage se fait uniquement par impact **(voir figure 1.5)** [24].

☞ **Le broyeur planétaire :**

Partout où les finesses doivent répondre aux exigences les plus strictes, les broyeurs planétaires à billes sont utilisés. Ces broyeurs sont non seulement capables de réaliser les opérations de broyage et de mélange traditionnels, mais ils répondent également à toutes les exigences techniques d'un broyage colloïdal et fournissent l'apport énergétique nécessaire à l'élaboration des alliages par voie mécanique. Les broyeurs planétaires produisent une grande énergie de broyage grâce à leurs forces centrifuges cruciales, ce qui entraîne des temps de broyage courts. Les matériaux mous, mi-durs à très durs, cassants et fibreux sont broyés et mélangés par des broyeurs planétaires à billes. Ils permettent un broyage sec ou humide. Les minéraux, les minerais, les alliages, les produits chimiques, le verre et d'autres substances peuvent tous être broyés. Rapidement, facilement et sans perte de temps. Les broyeurs à billes planétaires **(voir Figure 1.5)** [25].

1.4. Applications des nanomatériaux :

Dans le domaine de l'environnement, aucun secteur industriel ne reste à l'écart de la révolution "Nano", car le rapport surface/volume des particules favorable permet de piéger des polluants en quantité importante de manière sélective intéressante. Cela permet de réduire les émissions de polluants, traiter les effluents et nettoyer les gaz nocifs.

Les nanomatériaux à surface spécifique élevée contribuent au développement des énergies propres et à l'amélioration du rendement des systèmes énergétiques. Les nanopoudres de carbone pour les piles à combustible et les nanotubes pour le stockage de l'hydrogène sont quelques exemples.

Les nanomatériaux sont confrontés à des défis importants tels que la miniaturisation et l'intégration dans le domaine des technologies de l'information [26].

Pour ajouter ou modifier des propriétés mécaniques, optiques, magnétiques ou thermiques, des nano-objets sont incorporés ou fabriqués dans une matrice [27], dans les produits de beauté, les vernis, les peintures, le béton, l'encre d'impression, etc. Un excellent exemple en est le composite de nanotubes de carbone chargés. Ces nanopoudres [28] sont déjà utilisés dans de nombreuses applications industrielles. Par exemple :

- Les fumées de silice dans le béton, pour améliorer sa fluidité et ses propriétés mécaniques,
- L'alumine ultrafine destinée au polissage des disques durs en microélectronique,
- Le noir de carbone utilisé dans les encres d'imprimante et les pneumatiques,
- Les pigments colorés organiques et minéraux pour peintures et vernis,
- Les nanoparticules de dioxyde de titane comme protection au rayonnement ultra.

1.5. Imprimante et toner :

1.5.1. Imprimante :

L'impression est, bien entendu, beaucoup plus ancienne que l'ordinateur. Le premier livre imprimé connu est le "Sutra du diamant", imprimé en Chine en 868 de notre ère. Toutefois, on soupçonne que l'impression de livres a pu avoir lieu bien avant cette date.

Avant Johannes Gutenberg (vers 1400-1468), l'impression était limitée en nombre d'éditions et presque exclusivement décorative, utilisée pour des images et des dessins. Le matériau à imprimer était sculpté dans le bois, la pierre et le métal, roulé avec de l'encre ou de la peinture et transféré par pression sur du parchemin ou du vélin. Les livres étaient copiés à la main, principalement par des membres d'ordres religieux.

Gutenberg était un artisan et un inventeur allemand, et il est surtout connu pour la presse de Gutenberg, une machine à imprimer innovante qui utilisait des caractères mobiles. Elle est restée la norme jusqu'au 20e siècle. Gutenberg a rendu l'imprimerie bon marché [29].

1.5.1.1. La première imprimante :

En informatique, l'impression permet une représentation persistante de graphiques ou de textes, généralement sur papier. La première imprimante informatique a été conçue par Charles Babbage pour sa machine à différences au 19^e siècle. La machine à différences est une calculatrice mécanique automatique inventée pour produire des tableaux sans erreur, ce qui était un processus compliqué à réaliser à la main.

1.5.1.2. La première imprimante électronique :

La première imprimante électronique a été l'EP-101, créée par la société japonaise Epson en 1968. Il s'agissait d'une toute petite imprimante, mesurant seulement 164 millimètres de largeur, 102 millimètres de hauteur et 135 millimètres de profondeur, et pesant à peine 2,5 kilogrammes.

L'imprimante a été créée par Epson (Shinshu Seiki Co.) lorsqu'elle travaillait pour le groupe Seiko, qui venait de devenir le chronométreur officiel des Jeux olympiques de Tokyo en 1964 et avait besoin d'une machine pour imprimer les temps recueillis dans ses montres [30].

1.5.1.3. L'évolution de l'imprimerie dans le temps :

➤ La lithographie :

Qui signifie dessiner sur la pierre, repose sur la relation de répulsion entre l'huile et l'eau. L'artiste dessine sur une plaque de calcaire poreuse (ou une plaque d'impression en métal) avec un médium gras. Une solution chimique d'acide et de gomme arabique est ensuite appliquée sur la surface, ce qui fixe l'image grasse dans la pierre, établissant les zones d'image et de non-image. Lors du processus d'impression, la pierre est maintenue humide pendant que de l'encre à base d'huile est appliquée sur la surface. L'image attire l'encre et repousse l'eau, tandis que les zones non dessinées attirent l'eau et repoussent l'encre. La pierre est recouverte d'une feuille de papier et passée dans une presse à haute pression qui transfère le dessin sur le papier [31].



Figure 1.6: Lithographie sur papier. [32]

➤ **Zincographie :**

Type de lithographie, le procédé de zincographie consiste à travailler sur une plaque de zinc plutôt que sur une pierre calcaire, plus coûteuse et plus encombrante. La plaque de zinc est préparée de la même manière qu'une pierre lithographique et s'appuie également sur les propriétés répulsives de l'huile et de l'eau pour créer l'image souhaitée [31].

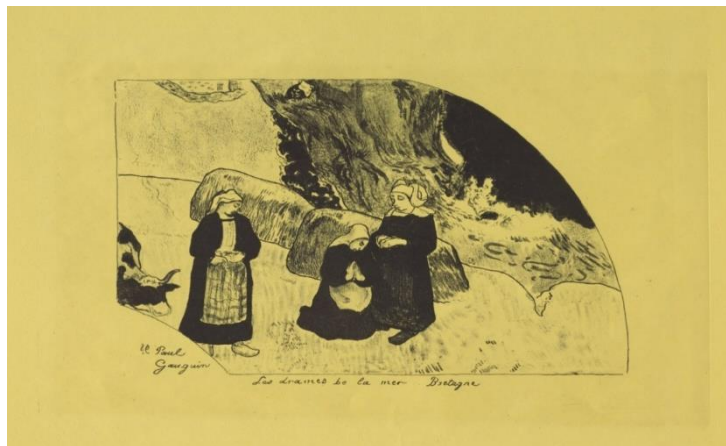


Figure 1.7: Zincographie sur papier jaune [33].

➤ **Xérogaphie :**

La xérogaphie (ou électro-photographie) est une technique de photocopie à sec inventée par Chester Carlson en 1938. Dans la technique xérogaphique, les particules de toner chargées négativement adhèrent au tambour chargé positivement [34].

1.5.2. Toner :

1.5.2.1. Cartouche de toner :

Est une cartouche qui contient des supports d'impression physiques pour une imprimante laser moderne. Plutôt que de contenir de l'encre humide, une cartouche de toner contient de la poudre de toner à l'intérieur qui est utilisée pour former du texte et des graphiques sur une page grâce à un processus d'impression chargé et chauffé électroniquement [35].

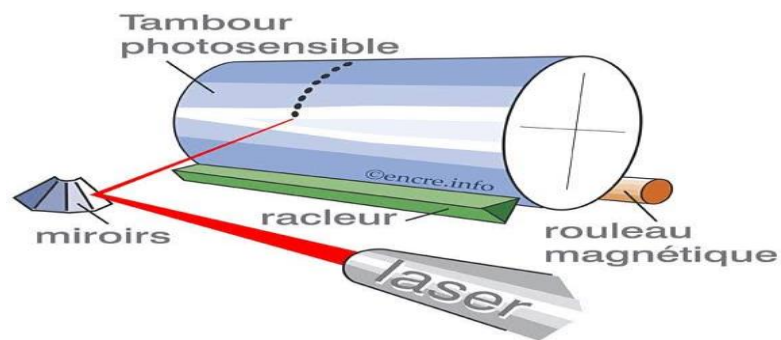


Figure1.8: les parties de toner [36].

1.5.2.3. Fonctionnement d'un photocopieur :

Il est basé sur l'électro photographie, le transfert électrostatique du toner (encre en poudre) d'abord sur une surface photoconductrice chargée électriquement surface photoconductrice chargée électriquement, puis secondairement sur une feuille de papier **Figure 1.9**. Schématiquement, les photocopieurs sont composés d'un toner, d'un tambour photoconducteur, de rouleaux chauffants. La **figure 1.9** illustre schématiquement le fonctionnement d'un photocopieur [37].

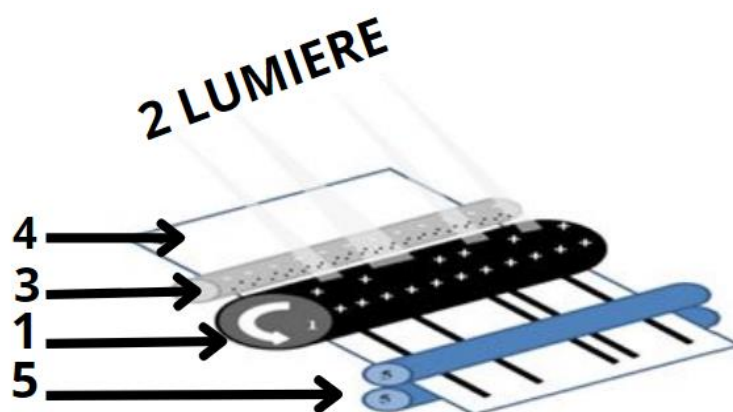


Figure1.9: Schématique représentation du principe d'électro photographie utilisé dans l'opération de photocopier [38].

La lumière (2) émise par le photocopieur traverse les zones claires du document à photocopier et suffisamment d'énergie pour faire disparaître les charges positives à

la surface du tambour photoconducteur (1). Les surfaces du tambour photoconducteur (1). Les charges positives restantes attirent le toner chargé négativement (3). Un courant de décharge transfère le toner du tambour photoconducteur vers une feuille de tambour vers une feuille de papier (4). Le papier est ensuite dirigé vers des rouleaux chauffants (5), qui permettent de fixer le toner sur le papier et le papier et la photocopie est créée [37].

1.5.2.4. Composantes de poudre de toner :

Les toners mono composants sont formés de particules de toner qui utilisent une résine polymère comme matériau de base, des pigments (généralement du noir de carbone) et des oxydes métalliques magnétisables (par exemple, de l'oxyde de fer). Les pigments peuvent être incorporés dans le matériau de base et/ou former un revêtement à la surface des particules de toner. Des additifs tels que des particules de dioxyde de silicium sont utilisés pour empêcher la formation de grumeaux et des matériaux tels que le manganèse, le chrome ou le zinc servent de pigments colorés.

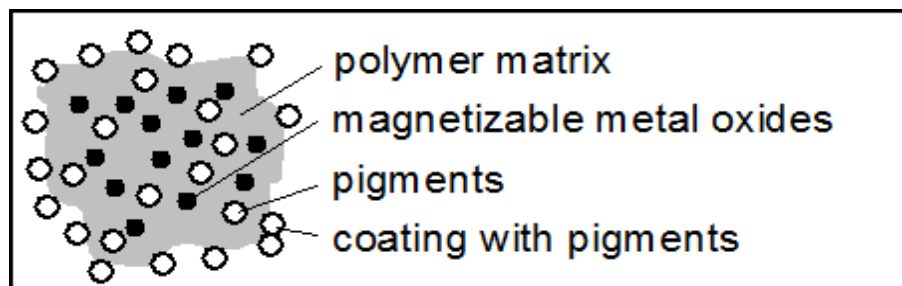


Figure.1.10: Structure schématique des particules de toner [38].

☆ Fer:

Un élément chimique, de symbole Fe et de numéro atomique 26. C'est le métal de transition et le matériau ferromagnétique le plus courant et le plus utilisé sous forme pure ou d'alliages [39], Le Fer est ductile, malléable et unique par sa propriété magnétique [40].

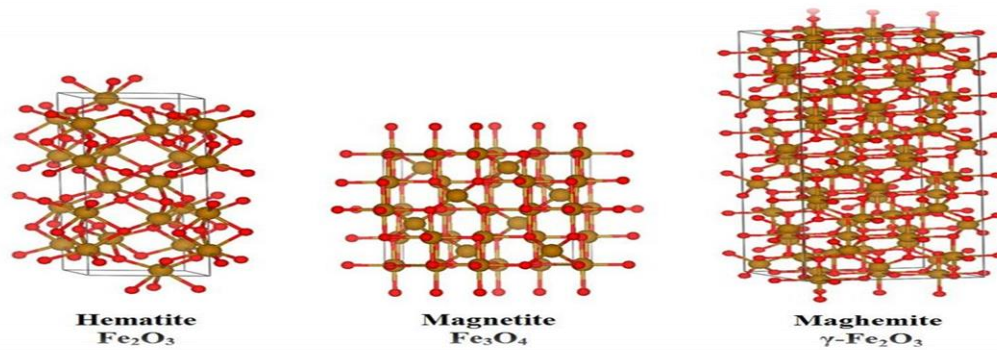


Figure 1.11: Structures de l'Oxydes de fer [41].

☆ **Le noir de carbone :**

Le noir de carbone appartient à une forme amorphe du carbone contrairement au diamant et au graphite, ils appartiennent à une forme cristalline du carbone. Le noir de carbone est une forme de carbone élémentaire obtenu industriellement. Il se présente sous forme de très petites particules. À cause de sa grande utilisation il est la forme de carbone élémentaire le plus fortement répandu. Le noir de carbone est produit dans des conditions minutieusement contrôlées. Il existe plusieurs noms pour le noir de carbone comme : Noir d'acétylène, Noir de fourneau, Noir de fumée, Noir thermique, Noir tunnel ...etc [42].



Figure1.12 : a- Noire de carbone [43].b-Poudre de noir de carbone [44].

☆ **Le silicium :**

Un élément chimique, de symbole Si et de numéro atomique 14. C'est l'élément le plus abondant sur la Terre après l'oxygène (27,6%). Il n'existe pas à l'état libre mais sous forme de composés : sous forme de dioxyde silice (dans le sable, le quartz, la cristobalite, etc.) ou de silicates (dans le feldspath, la kaolinite, etc.). C'est un faible conducteur d'électricité. Il est quasiment insoluble dans l'eau. Il est attaqué par l'acide

fluorhydrique (HF) ou un mélange acide fluorhydrique/acide nitrique (HNO₃) en fonction de la phase.

En tant que semi-conducteur, le silicium est aussi l'élément principal utilisé pour la fabrication de cellules solaires photovoltaïques [45].



Figure1.13: Image d'un silicium [46].

Chapitre 2 :
Caractérisation et
élaboration.

2.1. Introduction :

Dans ce chapitre, nous avons mené une étude sur une poudre de toner de marque Raven, produite aux États-Unis pour les imprimantes de type Kyocera. Ce chapitre contient deux parties : une partie sur la caractérisation de poudre de toner par différentes techniques (MEB, EPMA, GRANULOMETRIE LASER, DRX), et une partie sur l'élaboration d'une poudre selon un concept de retro-conception en utilisant la mécano-synthèse pour obtenir une poudre nano-structurée de caractéristiques similaire à la poudre initiale.

2.2. Poudres de base :

On a deux poudres de marque Raven d'imprimante Kyocera (Figure 2.1), Poudre neuve avant utilisation dans la cartouche d'imprimante et une poudre déjà utilisée.



Figure 2.1: Deux échantillons de poudre de toner avant et après utilisation.

2.3. Techniques de caractérisation :

2.3.1. Microscopie électronique à balayage :

Nous avons analysé les échantillons au niveau du laboratoire du centre de recherche en technologie des semi-conducteurs pour l'énergétique (CRTSE). L'analyse a été réalisée en utilisant un microscope électronique à balayage de marque **JEOL JSM-7610FPlus**, qui permet d'obtenir des images sur la morphologie en surface d'un échantillon avec une possibilité d'une analyse des différents éléments EDX. (Figure 2.2)



Figure2.2 : Microscope électronique à balayage JEOL JSM – 67610plus (CRTSE).

Le Microscope Electronique à Balayage c'est une microscopie, qui est essentiellement une technique d'observation. Electronique, c'est à dire qu'elle utilise un faisceau d'électrons pour obtenir les informations sur la cible, « à balayage », et l'image de la cible est obtenue, non pas comme dans un microscope classique par un traitement optique mais par un balayage du faisceau d'électrons finement focalisé sur la cible, celui étant synchronisé avec celui d'un écran cathodique sur lequel l'image va se former, technique identique à celle utilisée en télévision.

Un microscope électronique est constitué d'une source d'électrons, le canon, d'une colonne électronique composée de plusieurs lentilles électromagnétiques, d'un dispositif de balayage et de différents détecteurs associés aux diverses émissions électroniques et électromagnétiques issues des interactions entre les électrons incidents et les atomes de la cible [47].

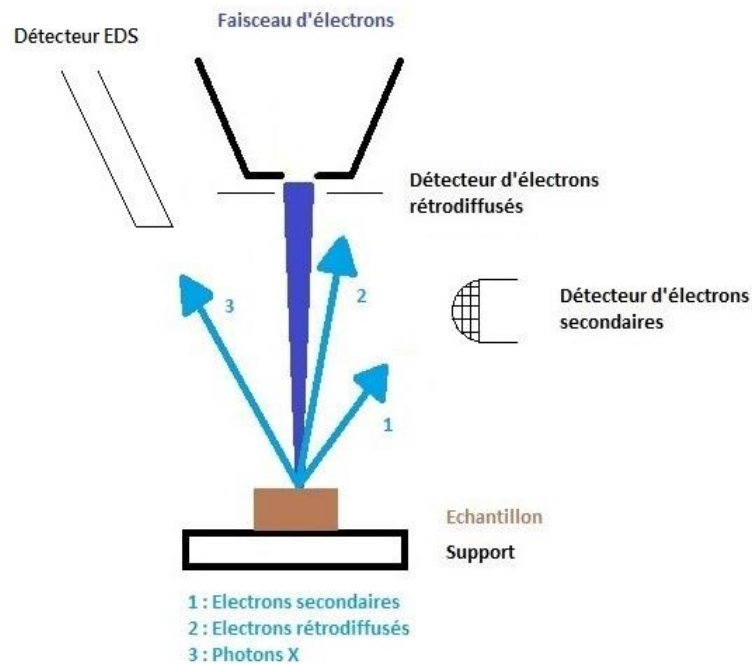


Figure2.3 : Principe d'un Microscopie Électronique à Balayage [48].

2.3.1.1. Principe de fonctionnement :

Dans un Microscopie Électronique à Balayage, un faisceau électronique balaye la surface d'un échantillon. L'interaction électron-matière génère alors plusieurs types d'émissions, comme le montre le schéma simplifié ci-contre. Les électrons secondaires permettent d'imager la surface de l'échantillon, avec un contraste topographique. Les électrons rétrodiffusés donnent une image avec un contraste chimique sur une surface plane. Les photons X rendent possible l'analyse chimique en Spectroscopie à Dispersion d'Énergie (EDS)[48].

- **Émission d'un photon X :** Un électron primaire du faisceau incident entre en collision avec l'échantillon. L'électron interne d'une couche est éjecté. Il est remplacé par un électron d'une couche supérieure. Un photon d'énergie égale à la différence entre les deux niveaux d'énergie électronique est libéré. Un électron supplémentaire d'une couche encore plus élevée émet un photon tout en contrôlant le vide dans la couche supérieure. Ainsi, une cascade est produite. L'étude des photons X permet une analyse quantitative de la composition chimique de l'échantillon [49].

- **Electron secondaire** : Lorsque le faisceau primaire, qui a perdu une partie de son énergie, excite les atomes de l'échantillon, les électrons secondaires sont émis. Les électrons secondaires ont un spectre vaste mais une faible énergie (environ 50 eV) [50].
- **Les électrons rétrodiffusés** : ou back-scattered électrons ou BSE sont des électrons du faisceau primaire qui ont réagi de façon quasi élastique avec les atomes de l'échantillon. Ils sont renvoyés dans une direction proche de leur direction d'origine avec une faible perte d'énergie [50].

2.3.2. Microanalyseur à sonde électronique(EPMA) :

2.3.2.1. Préparation des pastilles :

Nous avons préparé deux échantillons de poudre de toner - avant et après utilisation - sous forme de pastilles pour étudier leurs propriétés grâce à EPMA, au niveau de laboratoire de centre de recherche en technologie des semi-conducteurs pour l'énergétique (CRTSE). Nous avons commencé par nettoyer le moule **Figure 2.4** bien avec de l'éthanol pour éliminer les sédiments et éviter une contamination des échantillons La poudre est à l'intérieur du moule, puis nous l'insérons dans la machine de pressage SPECAC **Figure 2.5**, dont la masse atteint 25 tonnes. Nous avons appliqué une force de 6 tonnes pendant environ deux minutes, et nous avons obtenu deux échantillons **Figure 2.6** d'un diamètre de 13 mm et d'une épaisseur d'environ 1mm.



Figure2.4 : Des moules métalliques.



Figure 2.5 : Presse hydraulique SPECAC.

Figure 2.6 : pastille préparé.

Les poudres ont été analysé par un microanalyseur a sonde électronique de marque **SUPERPROBE JXA-8230**(Figure 2.7) au niveau du laboratoire du centre de recherche en technologie des semi-conducteurs pour l'énergétique (CRTSE).



Figure 2.7: Microanalyseur a sonde électronique JXA-8230 (CRTSE).

- **Caractéristique de l'EPMA** : l'identification des éléments chimiques est plus précise que EDX du MEB. L'analyse reste semi-quantitative et en gros qualitative.

L'EPMA fonctionne en bombardant un échantillon solide avec un faisceau d'électrons accéléré et focalisé qui provoque diverses interactions entre l'électron du faisceau et les atomes de tous les éléments inclus dans l'échantillon **Figure 2.8**. Le

rayonnement électronique produit par les interactions ne réduit pas le volume de l'échantillon, Donc l'analyse EPMA est considérée comme "non destructive", permettant de nombreuses analyses des mêmes matériaux [51].

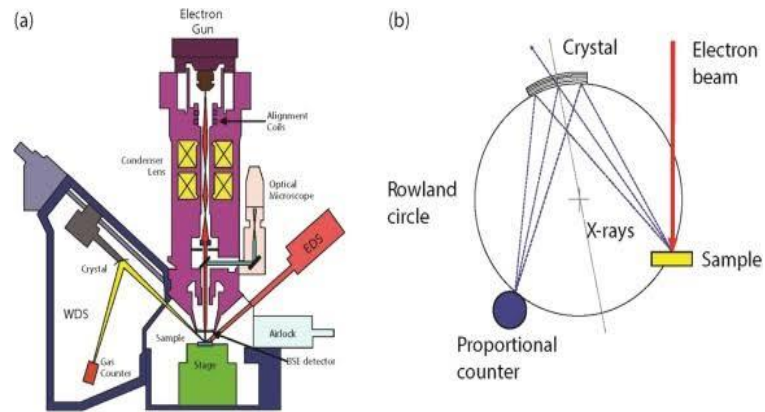


Figure2.8: a-Schéma d'un microanalyseur à sonde électronique ; b-cercle de Rowland [52].

2.3.3. Granulométrie Laser :

Nous avons mené cette analyse Granulométrie laser au niveau du Laboratoire de Science et Génie des Matériaux, Faculté de Génie Mécanique et Génie de procédés de l'Université Houari Mahfoud Bâb Ezzouar. L'appareil de marque **Malvern Mastersizer 2000, Hydro 2000 MU (Figure2.9)**, pour connaître la taille des particules de l'échantillon.



Figure 2.9 : granulométrie laser marque Malvern Mastersizer 2000, Hydro 2000 MU [53].

Pour préparer l'échantillon, nous mélangeons un peu de poudre de toner dans une solution d'eau ou d'éthanol. Les résultats des analyses granulométriques sont représentés sous forme de courbe à l'aide d'un logiciel **MASTERSIZER**.

La taille des particules de l'échantillon est dérivée de l'interaction entre un groupe de particules et le faisceau laser **figure 2.10**, et les résultats sont basés sur l'étude de la tache de diffraction du faisceau. L'appareil peut mesurer la taille des particules dans une gamme de $0,02\mu\text{m}$ à 2mm . [54]

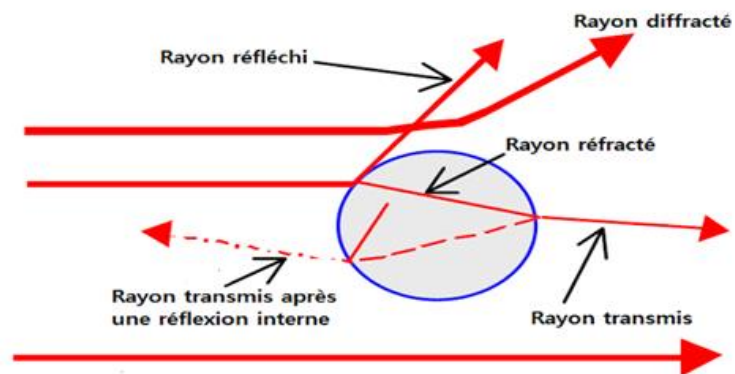


Figure 2.10 : Différent types des interactions entre laser et les particules. [55]

2.3.4. La diffraction des rayons X (DRX) :

Les poudres ont été analysé par un diffractomètre de haute résolution de marque **RIGAKU SmartLab** au niveau de laboratoire de chimie physique des interfaces des matériaux appliqués à l'environnement (PIMAE) université Saad Dahleb Blida1 (USDB1).



Figure 2.11 : Diffractomètre à rayon X Rigaku (USDB1).

La diffractométrie de rayons X (sur poudre) est une méthode d'analyse physico-chimique qualitative et quantitative. Cette technique permet de déterminer la nature de chaque phase cristalline au sein d'un échantillon mais aussi de remonter à la structure du système analysé (paramètres de maille, positions atomique, ...). [56]

➤ **Un diffractomètre de Rayons-X est principalement constitués de 4 éléments:**

Un tube à rayons X, un porte-échantillon, un détecteur de rayons X et un Goniomètre. [57]

2.3.4.1. Principe de fonctionnement :

Lorsqu'un faisceau de rayons X monochromatique (une seule longueur d'onde λ) interagit avec un solide, il n'y a diffraction que si les atomes de ce solide sont ordonnés (cristal). Une partie du faisceau incident est diffractée par les atomes sous forme d'un rayonnement X de même longueur d'onde. Si les rayonnements diffusés sont en phase, l'intensité du rayonnement X réémise sera observable et formera un faisceau diffracté. (Figure. 2.12) [58]

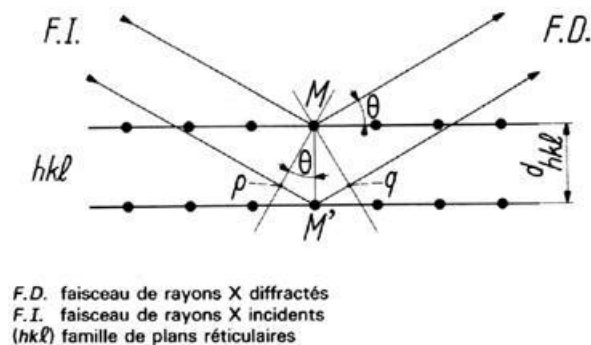


Figure.2.12. Condition de Bragg, principe de diffraction de rayons X. [59]

▪ **Loi de Bragg :**

$$2d \sin \theta = n \lambda \dots\dots (1)$$

λ : Longueur d'onde du de faisceau (Å).

θ : Angle de diffraction (rad).

d_{hkl} : distance inter réticulaire (Å).

n: ordre de diffraction (entier positif)

Les rayons X ont été produits à partir d'une source de radiation Cu-K α ($\lambda_{Cu}=0.154056\text{nm}$). Les spectres de diffraction des rayons X ont été enregistrés à température ambiante dans la gamme de 2θ comprise entre 10 et 90° avec des pas d'angle de 0.04° . Les diagrammes de DRX ont été affinés par l'utilisant le programme High Score plus. Cette dernière nous a permis de déterminer les paramètres de réseau, la taille des grains et les micro-contraintes.

▪ **Détermination de la taille des grains :**

La taille moyenne des grains de poudre a été calculée à partir de la position delta largeur à mi-hauteur des pics de diffraction, pour les différents temps du broyage par la formule de Scherer. [60]

▪ **La formule de Scherer :**

$$L_{hkl} = K \lambda / \beta \cos(\theta) \dots\dots(2)$$

Où :

β : Largeur du pic principal à mi-hauteur

θ : Angle de diffraction,

λ : Longueur d'onde de rayonnement X utilisé = $1,54 \text{ \AA}$.

2.4. Technique d'élaboration :

2.4.1. La Mécanosynthèse :

Nous avons étudié la Mécanosynthèses du mélange de poudres composites de fer, silicium et de graphite en fonction du temps de broyage. La quantité de mélange de poudres utilisée pour chaque jarre est de 8 grammes. Après différents temps de broyage (30 minutes, 1 heure, 1 heure 30, 2 heures, 3 heures et 40 heures), la structure a été examinée.

2.4.2. Broyeur Planétaire PM 200 :

Un broyeur à haute énergie (Retsh PM 200) produit des poudres ultrafines en faisant tourner un plateau avec deux jarres, chacun se déplaçant dans des directions opposées.



Figure. 2.13: Broyeur planétaire de type (Retsh PM 200).

2.4.2.1. Principe de fonctionnement :

Une énergie dynamique élevée est libérée à la suite de l'interaction entre les forces de frottement et d'impact causées par les différences de vitesse entre les becs et les bols de brochage. La combinaison de ces forces est ce qui donne aux broyeurs à marteaux planaires leurs niveaux de broyage élevés et puissants. [15]

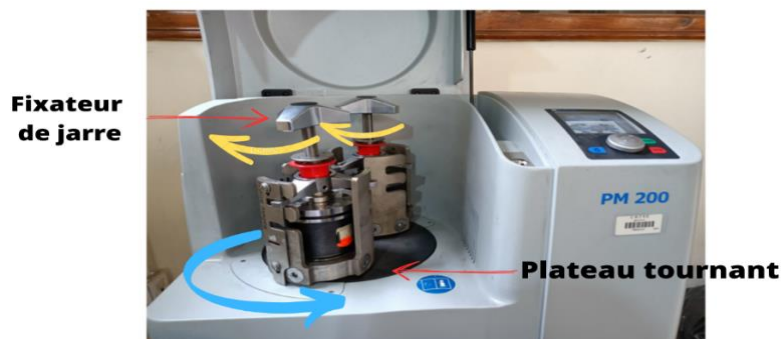


Figure 2.14 : Présentation du mouvement de plateau et les jarres du broyeur.

2.4.3 : Les étapes d'élaboration :

2.4.3.1 Nettoyage de jarres et de billes :

Le nettoyage de jarre et des billes avant et après chaque utilisation, est une étape très importante pour l'obtention de bons résultats, car le degré de contamination est essentiellement lié à la qualité du nettoyage. De ce fait, nous avons, comme première étape, nettoyé nos jarres et billes avec de sable pour finir on a utilisé l'éthanol pour éliminer particules les plus fines accrochées sur les parois ou la surface des billes (Figure 2.15).



Figure2.15. Le sable et l'éthanol utilisé Pour le nettoyage.

2.4.3.2. Préparation de mélange de poudres :

Dans cette partie on a utilisé une balance commerciale pour peser les jarres et une balance électronique de marque **SHIMADZU ATX224R** pour peser les billes et les poudres. Nous avons fait un mélange de 8g de poudre dans 6 échantillons composées : **68%**de graphite, **14 ,88%**de fer, **1,3%**de silicium.

a) Les sources des poudres utilisées

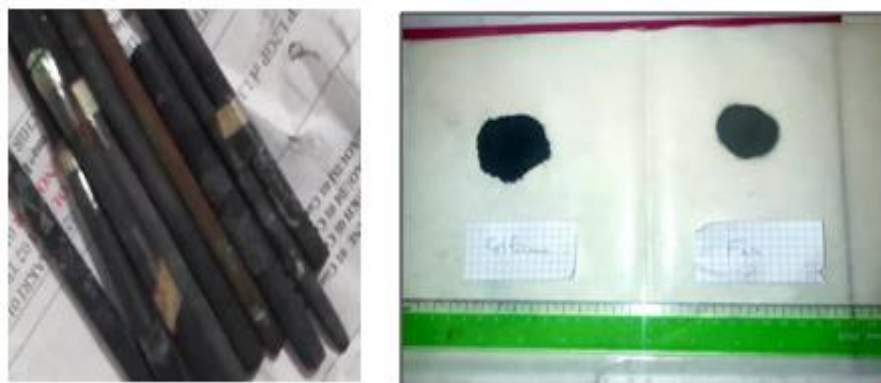


Figure2.16. Les sources des poudres utilisées.

Le graphite : des électrodes de graphite déjà utilisé (voire figure2.16). Nous avons broyé ces barres des électrodes de graphite en poudre à l'aide d'un malaxeur de marque **EL-SOLTANA STARS** (voir figure 2.17).



Figure2.17. Malaxage de marque EL-SOLTANA STARS.

Le fer : Fer pure (Voire figure2.16), sous forme de poudre.

Le silicium : récupérer des panneaux solaires (Voire figure2.16), sous forme de poudre.

2.4.4. Les conditions d'élaboration :

Le tableau 2.1 Ci-dessous contient un regroupement des conditions opératoires utilisées dans ce travail Utilisées dans ce travail.

Tableau 2.1: Les conditions de cette manipulation.

| | |
|--------------------------------------|-------------------------------|
| Le rapport M poudres / M billes | 1/12 |
| La masse de poudre (g) | 8 |
| Vitesse de la rotation (tours / min) | 250 |
| Temps de broyage | 30min /1h/1h30min/2h /3h /40h |
| Intervalle de Temps (mn) | 15min |
| Temps de pause (break time) (mn) | 5min |

2.3.4.1. Manipulation :

On ajuste d'abord la poudre pendant 30 minutes selon les paramètres indiqués dans un tableau (tableau 2.1) et dans un ordre séquentiel des heures (30 min/1h/1h30 min/2h/3h/40 h), récupération de la poudre en chaque point et mise dans des boites stérilisées.

Chapitre 3 :

Résultats et Discussions.

3.1. Introduction :

Ce chapitre présente et discute des résultats des deux parties, des caractérisations et de l'élaboration.

3.2. Analyse microscopie électronique à balayage :

3.2.1. Morphologie des poudres par MEB :

Les figures 3.1 et 3.2 illustrent la morphologie des poudres initiales du toner avant et après utilisation.

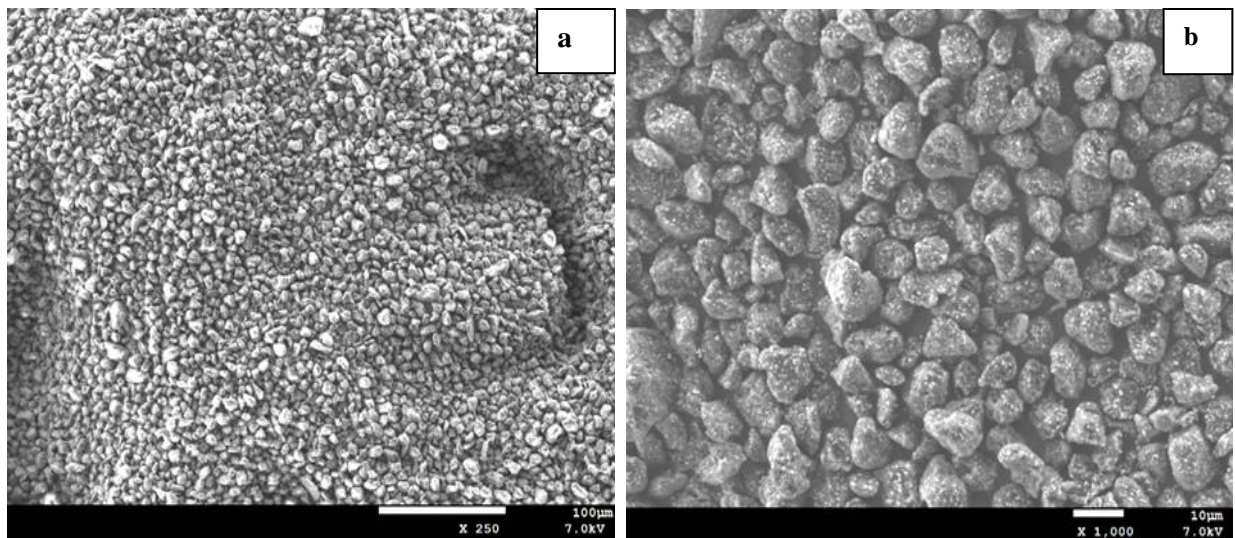


Figure 3.1 : Morphologie de la poudre neuve du toner (a) x250, (b) x1000.

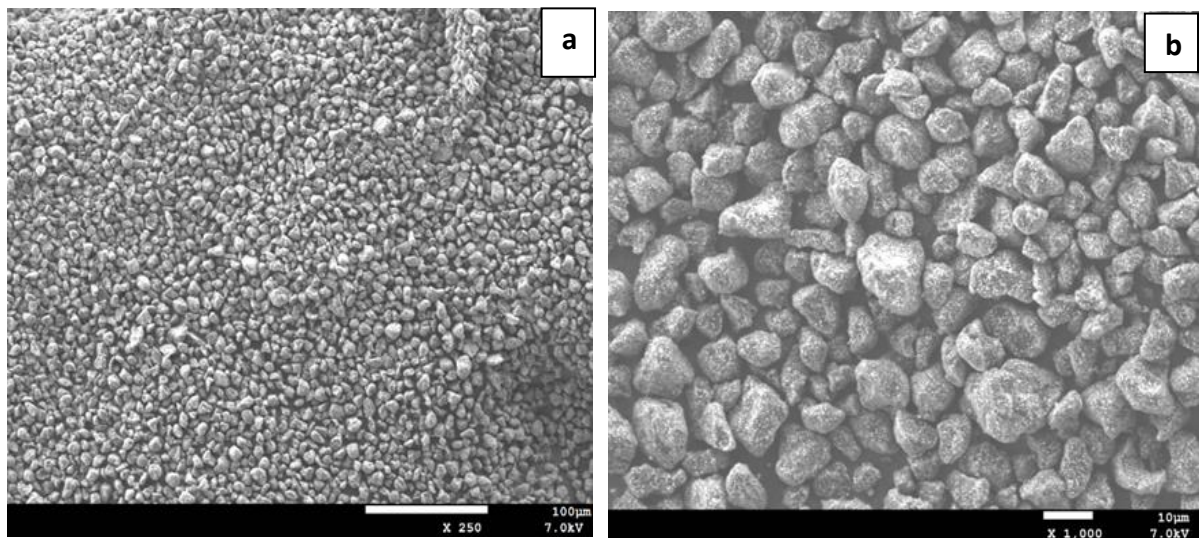


Figure 3.2 : Morphologie de la poudre utilisée du toner (a) x250, (b) x1000.

L'observation au microscopique électronique à balayage des poudres de toner neuve et après utilisation montrent une morphologie non homogène. Les particules de poudre se présentent sous forme d'agrégats (certains agrégats sous forme sphérique figures 3.1, 3.2 (a)). L'observation grossissement plus fort montrent que ces agrégats sont constitués des particules non homogène (figures 3.1, 3.2 (b)).

3.2.2. Représentation de rapport de l'analyse SEM-EDS :

3.2.2.1. Poudre Avant utilisation :

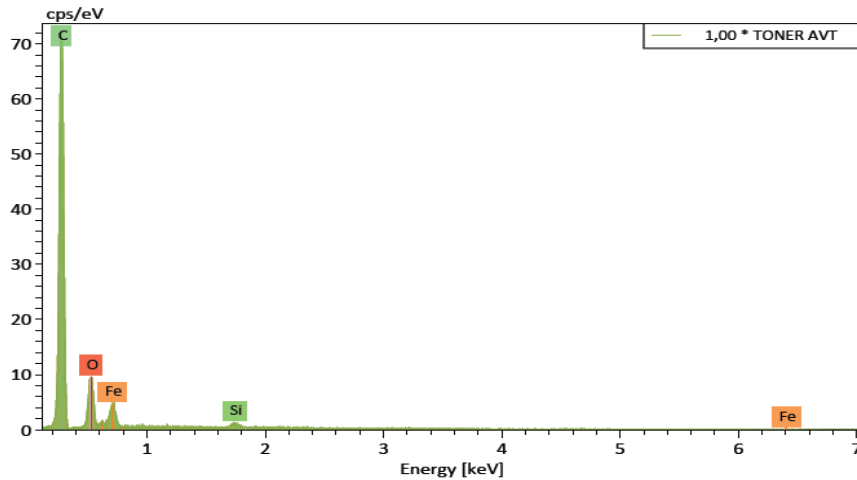


Figure 3.3 : Analyses EDS de poudre du toner neuve .

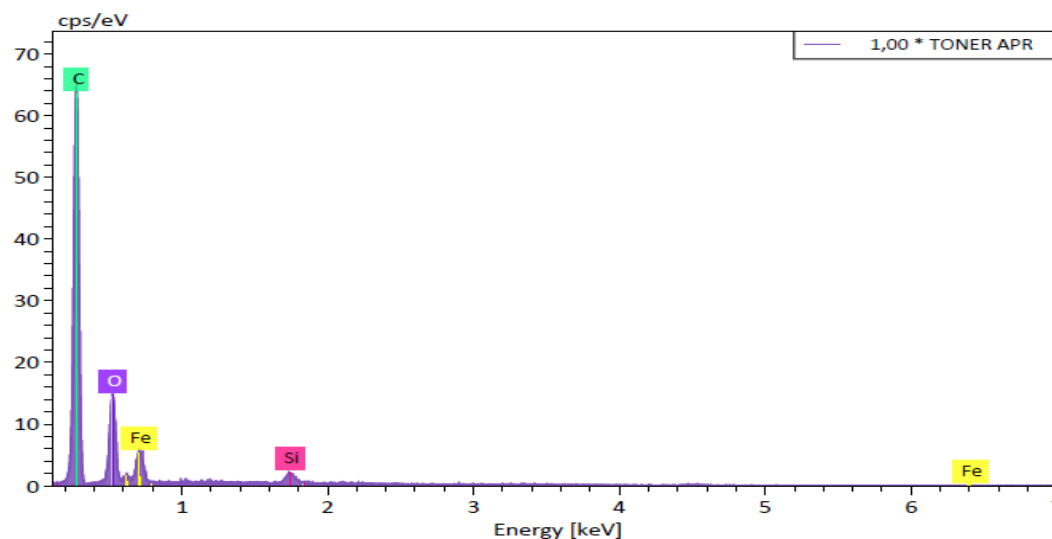
La poudre de toner neuve se compose de 4 éléments, qui sont : le carbone, l'oxygène, le fer et le silicium, où le carbone occupe le pourcentage le plus élevé avec 68%, puis l'oxygène avec 15.82% puis le fer 14.88% et le silicium 1.3%.

Tableau 3.1 : Analyses EDS de poudre du toner neuve.

| TONER AVT | | Mass. [%] | Mass. norm. [%] | Atom. [%] | erreur abs. [%] (1 sigma) | erreur abs. [%] (2 sigma) | erreur abs. [%] (3 sigma) | erreur rel [%] (1 sigma) |
|----------------|-----------|---------------|-----------------|---------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|--------------------------|
| Elément | Raie Net | | | | | | | |
| carbone | 6 K-Serie | 13683968,00 | 68,00 | 81,31 | 7,56 | 15,12 | 22,68 | 11,12 |
| oxygène | 8 K-Serie | 21072 | 15,82 | 15,82 | 14,20 | 2,04 | 4,09 | 6,13 |
| fer | 26L-Serie | 13216 | 14,88 | 14,88 | 3,83 | 2,03 | 4,06 | 6,09 |
| silicium | 14K-Serie | 2989 | 1,30 | 1,30 | 0,67 | 0,09 | 0,18 | 0,26 |
| Total : | | 100,00 | 100,00 | 100,00 | | | | |

3.2.2.2. Poudre Après utilisation :

Figure 3.4: Analyses EDS de poudre du toner utilisée.



La poudre de toner se compose de 4 composants, qui sont le carbone, le fer, l'oxygène et le silicium, où le carbone occupe le pourcentage le plus élevé avec 59.65%, puis l'oxygène avec 21.11%, puis le fer 3,83%, et le silicium 2.4%.

Tableau 3.2 analyses EDS de poudre du toner utilisée.

| TONER APR | | | | | | | | | | |
|----------------|----|---------|--------|---------------|-----------------|---------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|----------------------|
| Elément | A | Raie | Net | Mass. [%] | Mass. norm. [%] | Atom. [%] | erreur abs. [%] (1 sigma) | erreur abs. [%] (2 sigma) | erreur abs. [%] (3 sigma) | erreur rel (1 sigma) |
| carbone | 6 | K-Serie | 115483 | 59,65 | 59,65 | 74,42 | 6,69 | 13,38 | 20,07 | 11,22 |
| oxygène | 8 | K-Serie | 30224 | 21,11 | 21,11 | 19,77 | 2,62 | 5,24 | 7,87 | 12,42 |
| fer | 26 | L-Serie | 15024 | 16,84 | 16,84 | 4,52 | 2,26 | 4,52 | 6,78 | 13,41 |
| silicium | 14 | K-Serie | 5586 | 2,40 | 2,40 | 1,28 | 0,13 | 0,27 | 0,40 | 5,60 |
| Total : | | | | 100,00 | 100,00 | 100,00 | | | | |

3.3. L'analyse EPMA :

On a confirmé les résultats pris à l'aide d'un MEB par EPMA, nous avons les mêmes résultats avec l'identification des même éléments (même éléments).

Les éléments majoritaires dans la poudre neuve sont : le carbone avec un pourcentage de 68.87%, l'oxygène 17.65%, le fer 13.18% et le silicium 0.29%.

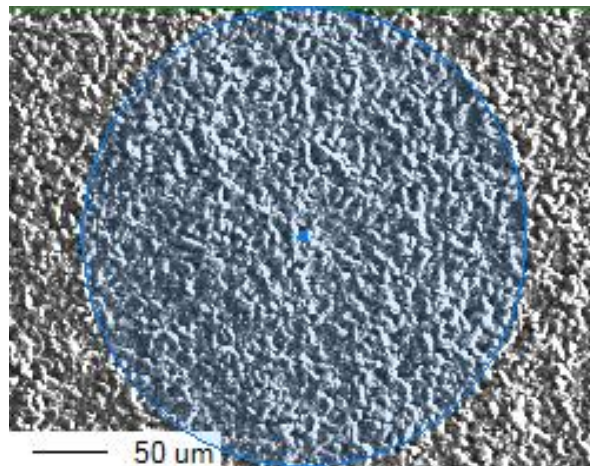


Figure 3.5 : Imagerie prise d'une analyse EPMA de poudre du toner neuve.

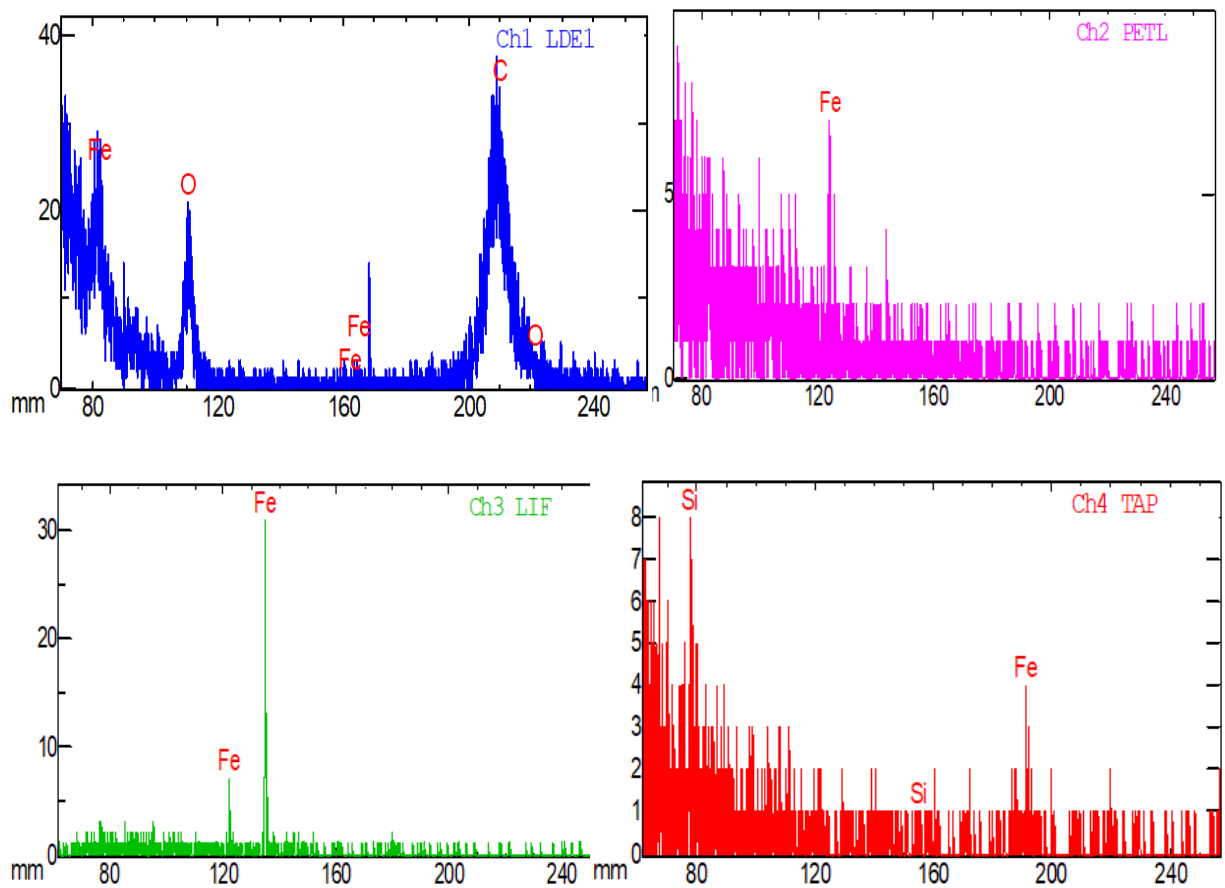


Figure3.6. L'analyse spectrale EPMA pour la poudre neuve du toner.

Après utilisation, la plupart des composants de la poudre sont: le carbone avec un pourcentage de 63.69%, l'oxygène 20.60%, le fer 15.19% et le silicium 0.5%.

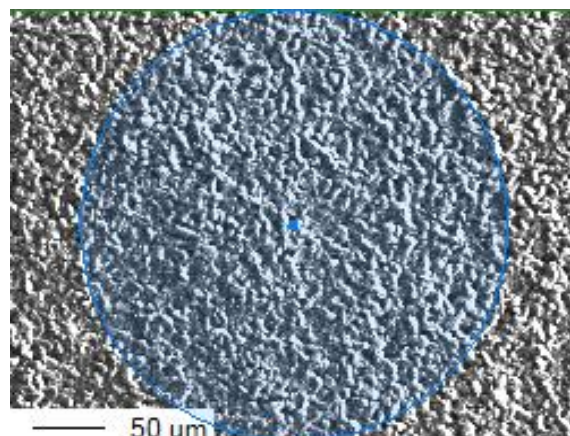


Figure3.7. Imagerie prise d'une analyse EPMA de poudre du toner utilisée.

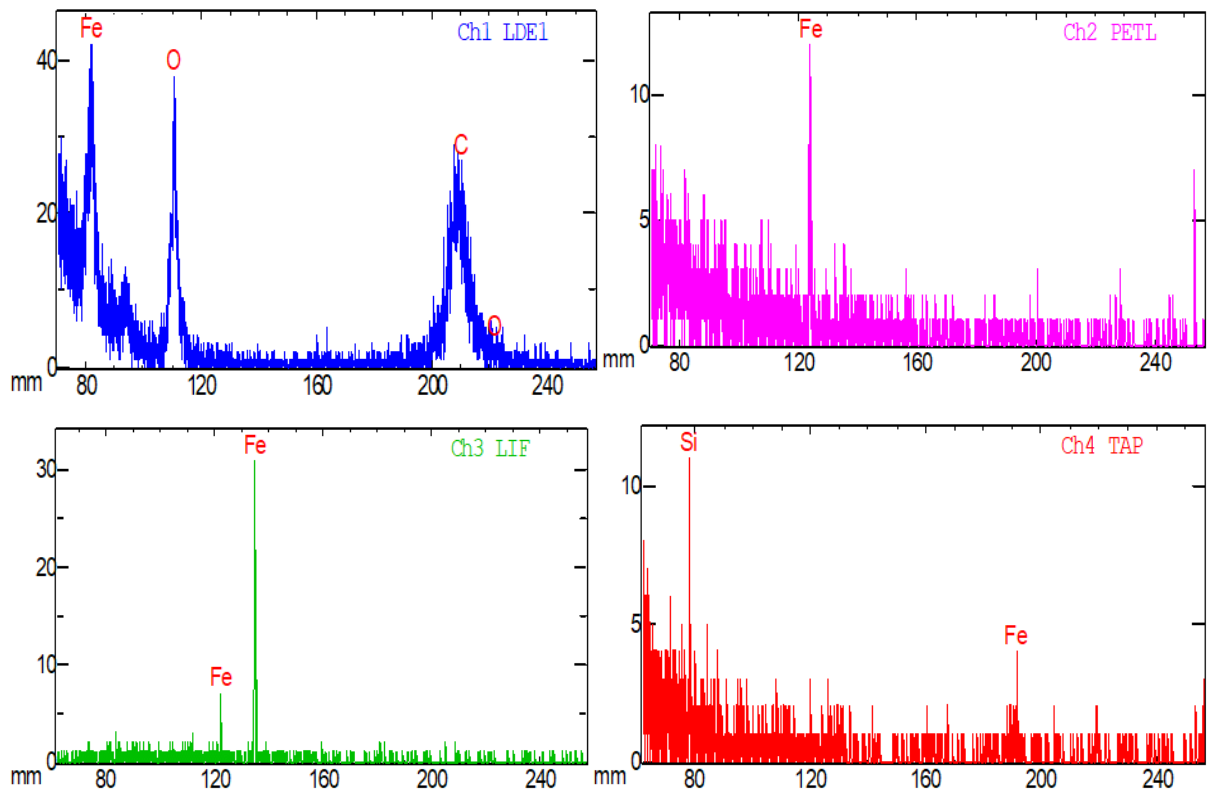


Figure3.8. L'analyse EPMA pour la poudre du toner utilisée.

3.4. GRANULOMETRIE LASER :

3.4.1. Présentation des résultats de poudre du toner avant utilisation :

d(0.1): 5.129 um d(0.5): 8.099 um d(0.9): 12.536 um

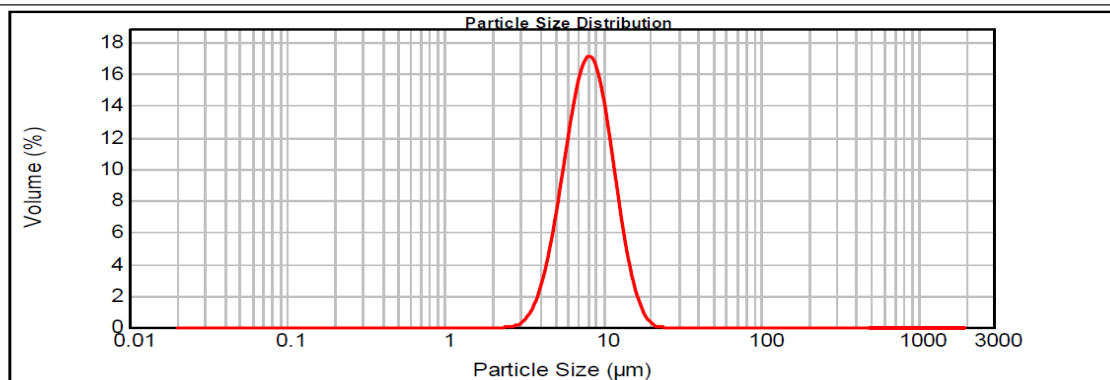


Figure3.9: Distribution granulométrie de poudre de toner avant l'utilisation.

Tableau3.3. Résultats obtenus par granulométrie laser

| Pourcentage de diamètre | La taille des particules | Populations des particules |
|-------------------------|--------------------------|----------------------------|
| 10% | 5.129um | Aucun |
| 50% | 8.099um | Existe |
| 90% | 12.536um | Aucun |

Il existe une seule population de pourcentage 50%de diamètre, taille des particules8.099um ça signifie que : la taille des particules de poudre de toner avant l'utilisation tend vers 8.099um.

3.4.2. Présentation des résultats de poudre de toner après l'utilisation :

d(0.1): 5.414 um d(0.5): 8.534 um d(0.9): 13.223 um

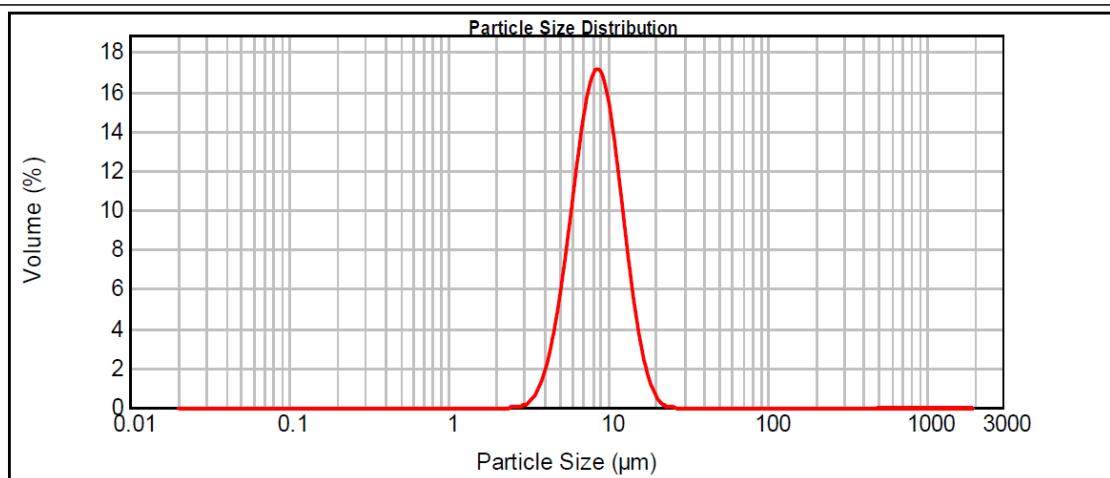


Figure3.10 : Distribution granulométrie de poudre de toner après l'utilisation.

Tableau3.4. Résultats obtenus par granulométrie laser

| Pourcentage de diamètre | La taille des particules | Populations des particules |
|-------------------------|--------------------------|----------------------------|
| 10% | 5.414um | Aucun |
| 50% | 8.534um | Existe |
| 90% | 13.223um | Aucun |

Il existe une seule population de pourcentage 50% de diamètre, taille des particules 8.534um ça signifie que : la taille des particules de poudre de toner après l'utilisation tend vers 8.534um.

3.5. L'analyse DRX :

3.5.1. Présentation des résultats de poudre de toner :

Les spectres de diffraction des RX montrent les différentes étapes de la formation d'une nouvelle phase.

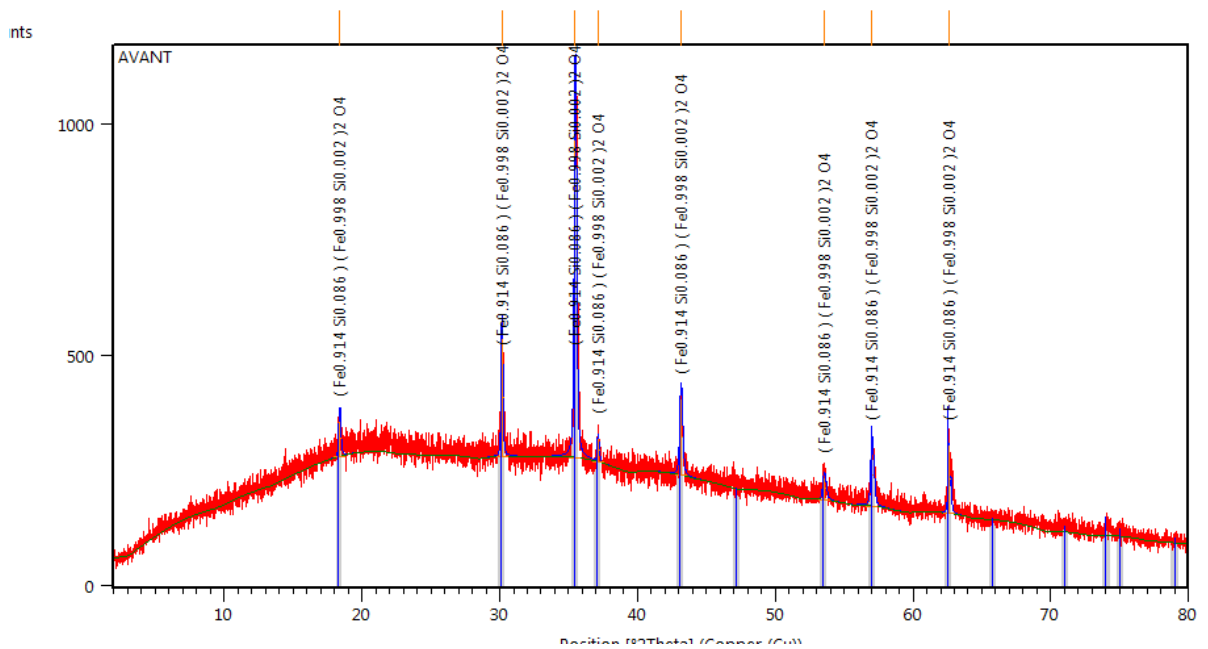


Figure3.11 :Diffractogramme de rayons X de poudre de toner neuve .

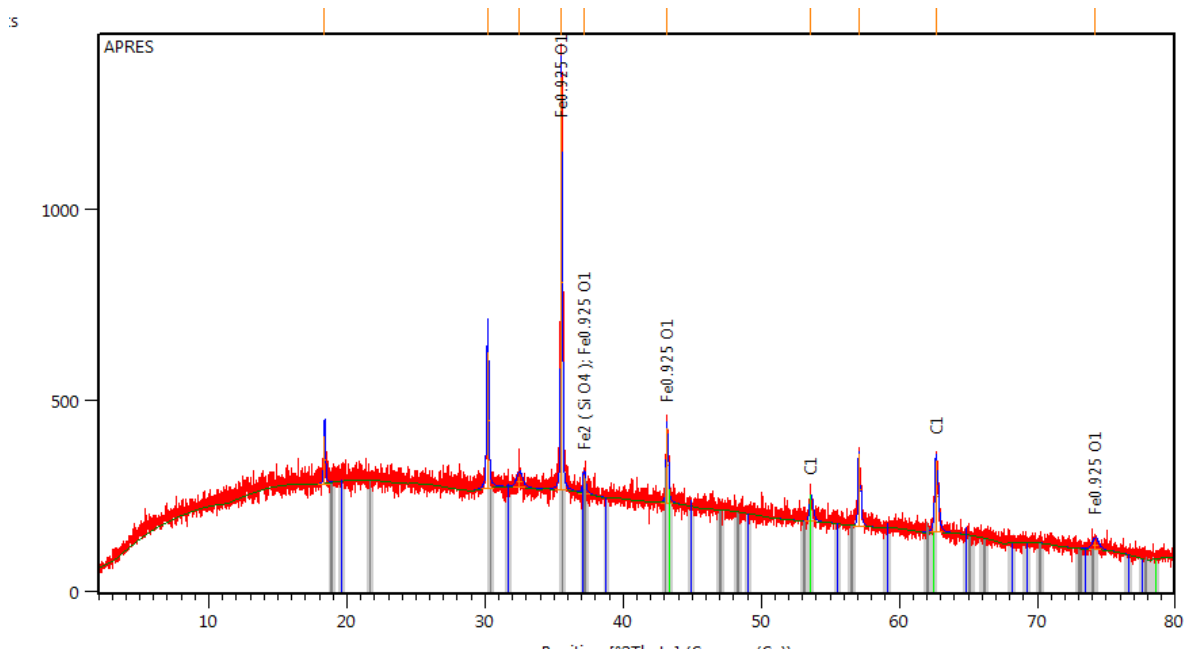


Figure3.12 : Diffractogramme de rayons X de poudre de toner utilisée.

Aucun pic de superstructure (pas de phases ordonnées) n'a été observé. Nous pouvons supposer que la poudre de toner est un mélange monophasé.

Tableau 3.5 : L'évolution du paramètre, du volume de la maille et la tailles des cristallites de poudre de toner

| Temps de broyage (h) | Phase | Parameters de maille (Å) | | | Structure cristalline | volume (10 ⁶ pm ³) |
|----------------------|---|--------------------------|-------|-------|-----------------------|---|
| | | A | B | C | | |
| Avant | Fe _{0.914} Si _{0.086} | 8.392 | 8.392 | 8.392 | C | 591.01 |
| Après | C ₁ | 4.261 | 4.261 | 4.261 | C | 77.36 |

L'évolution des spectres de diffraction des rayons X, obtenues à température ambiante (poudre de toner neuve et après utilisation), montre que toutes les intensités

des pics observés dans chaque diagramme (figure 3 .11-12) peuvent être indexées en réflexions de Bragg correspondant à la structure cristalline.

3.6. Caractérisations des poudres élaborées :

3.6.1. Analyse microscopie électronique à balayage :

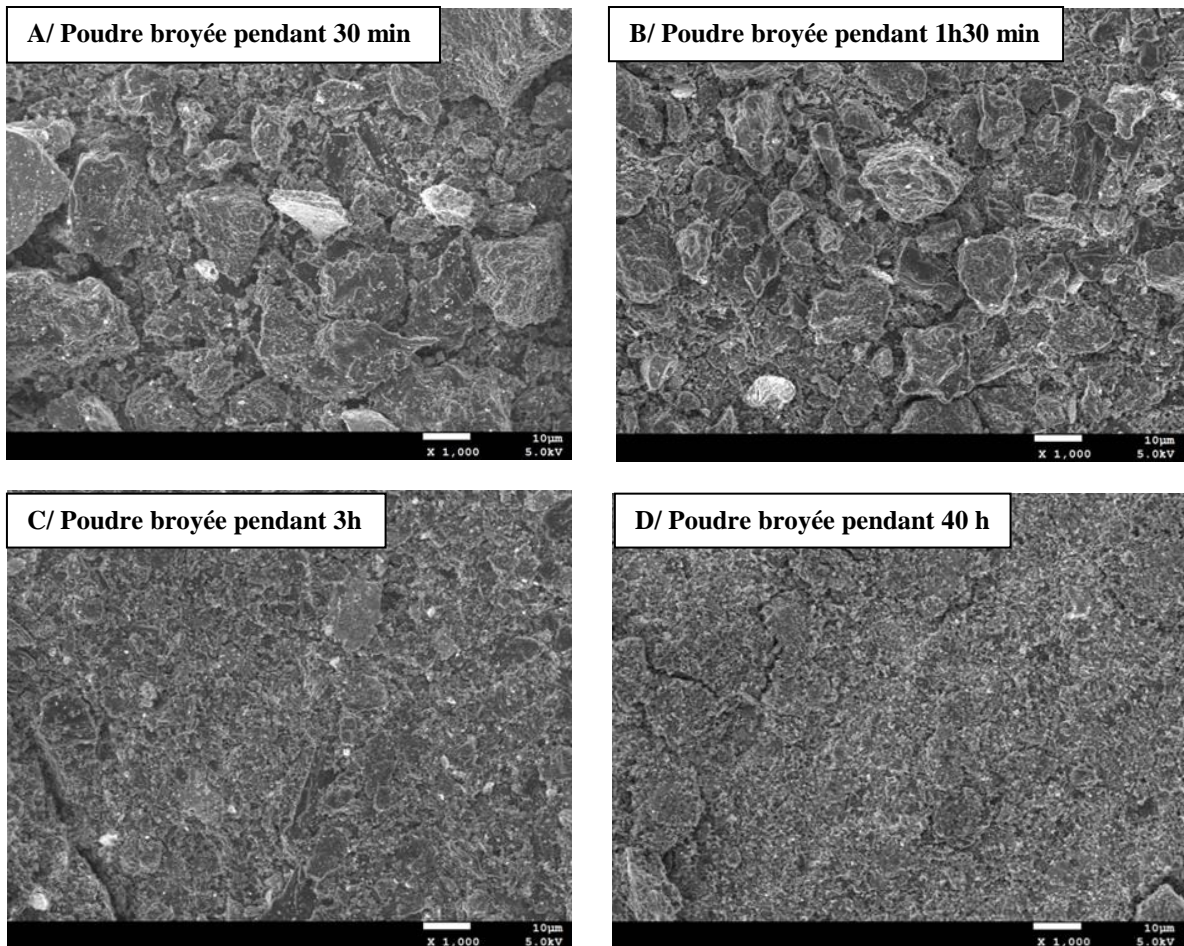


Figure 3.13: Evolution de la forme du mélange C Fe Si en poudres en fonction du temps de broyage.

3.6.1.1. Présentation de morphologie :

L'évolution de la forme du mélange de poudres graphite, fer et silicium, après différents temps de broyage [30min ,1h30min ,3h et 40h], est représentée dans la figure 3.13, Nous avons quatre images en 3D pris par MEB de grossissement [1000].

A notez que poudres broyées de 30min ,1h et 1h30min leurs granules sont de forme irrégulière, inégale et non homogènes (Figure 3.13A, B, C), La taille des

particules est infinitésimale lorsque la poudre est broyée pendant 40 heures, Il y a des particules brillantes dans les quatre poudres.

3.6.1.2. Représentation de rapport d'analyse SEM-EDS :

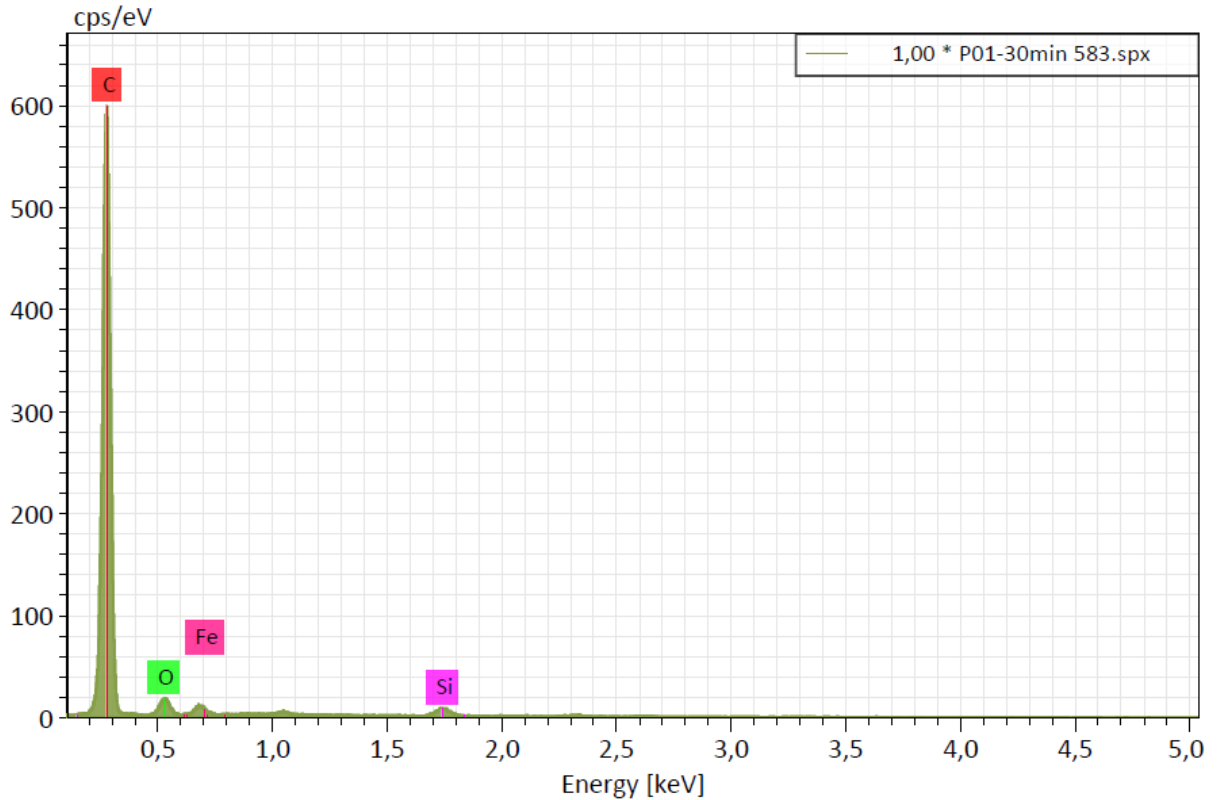


Figure 3 .14: Analyses EDS des poudres broyées à 30 min.

Tableau 3.6 : analyses EDS des poudres broyées à 30min.

| P01-30min 583.spx | | | | | | | | | |
|-------------------|--------|---------------|---------------|-----------------|---------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|----------------------|
| Elément | A Raie | Net | Mass. [%] | Mass. norm. [%] | Atom. [%] | erreur abs. [%] (1 sigma) | erreur abs. [%] (2 sigma) | erreur abs. [%] (3 sigma) | erreur rel (1 sigma) |
| carbone | 6 | K-Serie170663 | 88,37 | 88,37 | 93,88 | 9,72 | 19,44 | 29,15 | 11,00 |
| oxygène | 8 | K-Serie5471 | 4,77 | 4,77 | 3,81 | 0,76 | 1,52 | 2,28 | 15,93 |
| fer | 26 | L-Serie2672 | 3,55 | 3,55 | 0,81 | 0,66 | 1,31 | 1,97 | 18,44 |
| silicium | 14 | K-Serie4202 | 3,30 | 3,30 | 1,50 | 0,19 | 0,39 | 0,58 | 5,91 |
| Total : | | | 100,00 | 100,00 | 100,00 | | | | |

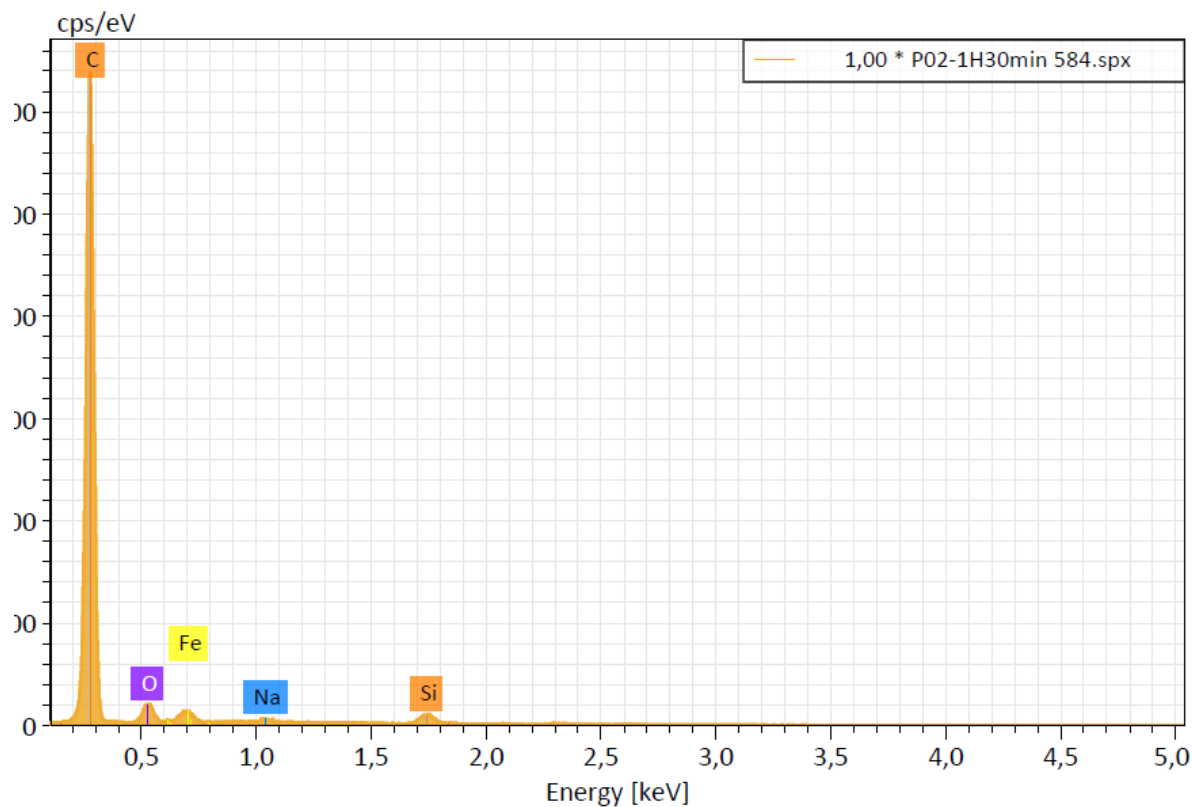


Figure3. 15: Analyses EDS des poudres broyées à 1h30 min.

Tableau 3.7: analyses EDS des poudres broyées à 1h30min.

P02-1H30min 584.spx

| Elément | A Raie | Net | Mass. [%] | Mass. norm. [%] | Atom. [%] | erreur abs. [%] (1 sigma) | erreur abs. [%] (2 sigma) | erreur abs. [%] (3 sigma) | erreur rel [%] (1 sigma) |
|----------------|--------|---------------|---------------|-----------------|---------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|--------------------------|
| carbone | 6 | K-Serie169394 | 85,56 | 85,56 | 92,86 | 9,41 | 18,82 | 28,24 | 11,00 |
| fer | 26 | L-Serie4439 | 5,65 | 5,65 | 1,32 | 0,93 | 1,86 | 2,79 | 16,45 |
| oxygène | 8 | K-Serie5869 | 4,86 | 4,86 | 3,96 | 0,77 | 1,53 | 2,30 | 15,74 |
| silicium | 14 | K-Serie4493 | 3,60 | 3,60 | 1,67 | 0,21 | 0,42 | 0,63 | 5,82 |
| sodium | 11 | K-Serie1094 | 0,34 | 0,34 | 0,19 | 0,05 | 0,10 | 0,15 | 14,66 |
| Total : | | | 100,00 | 100,00 | 100,00 | | | | |

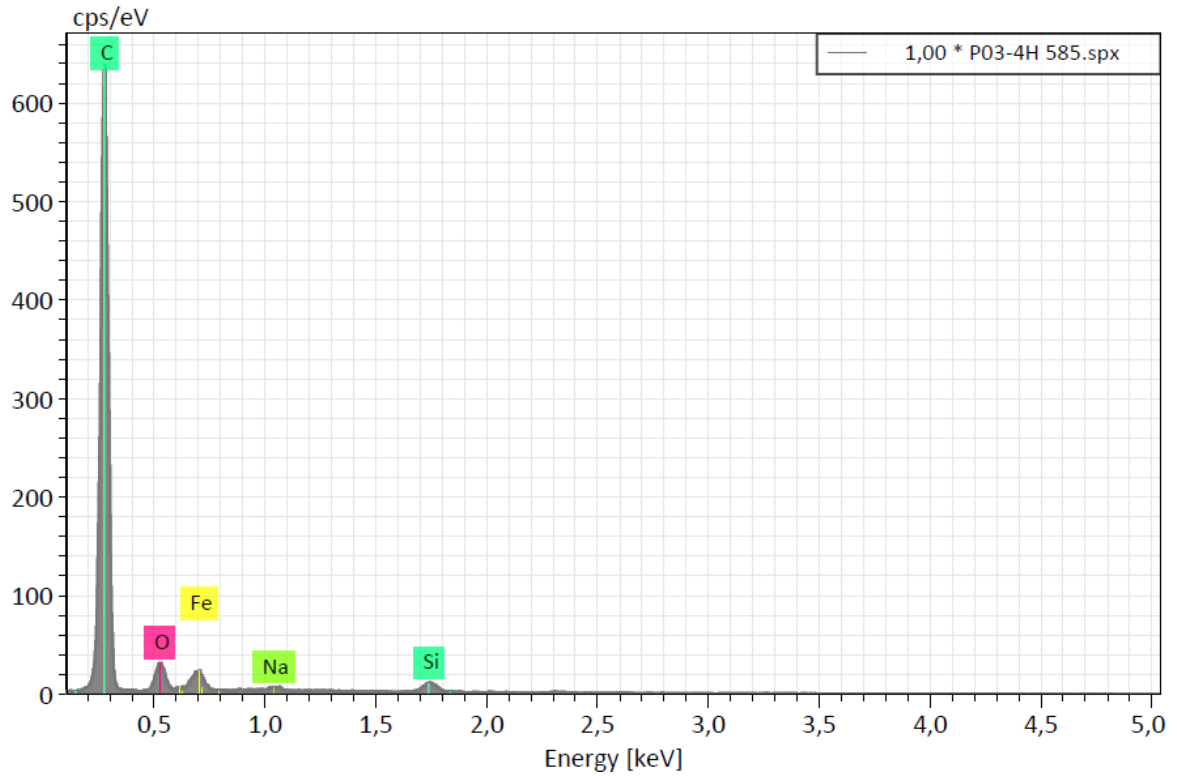


Figure 3.16: Analyses EDS des poudres broyées à 3h.

Tableau 3.8: analyses EDS des poudres broyées à 3h.

P03-4H 585.spx

| Elément | A Raie | Net | Mass. [%] | Mass. norm. [%] | Atom. [%] | erreur abs. [%] (1 sigma) | erreur abs. [%] (2 sigma) | erreur abs. [%] (3 sigma) | erreur rel (1 sigma) |
|----------------|--------|---------------|---------------|-----------------|---------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|----------------------|
| carbone | 6 | K-Serie159595 | 80,13 | 80,13 | 90,28 | 8,84 | 17,68 | 26,52 | 11,03 |
| fer | 26 | L-Serie7682 | 9,50 | 9,50 | 2,30 | 1,41 | 2,82 | 4,23 | 14,83 |
| oxygène | 8 | K-Serie8347 | 6,58 | 6,58 | 5,56 | 0,97 | 1,94 | 2,91 | 14,76 |
| silicium | 14 | K-Serie4495 | 3,53 | 3,53 | 1,70 | 0,21 | 0,41 | 0,62 | 5,83 |
| sodium | 11 | K-Serie970 | 0,26 | 0,26 | 0,16 | 0,04 | 0,09 | 0,13 | 16,89 |
| Total : | | | 100,00 | 100,00 | 100,00 | | | | |

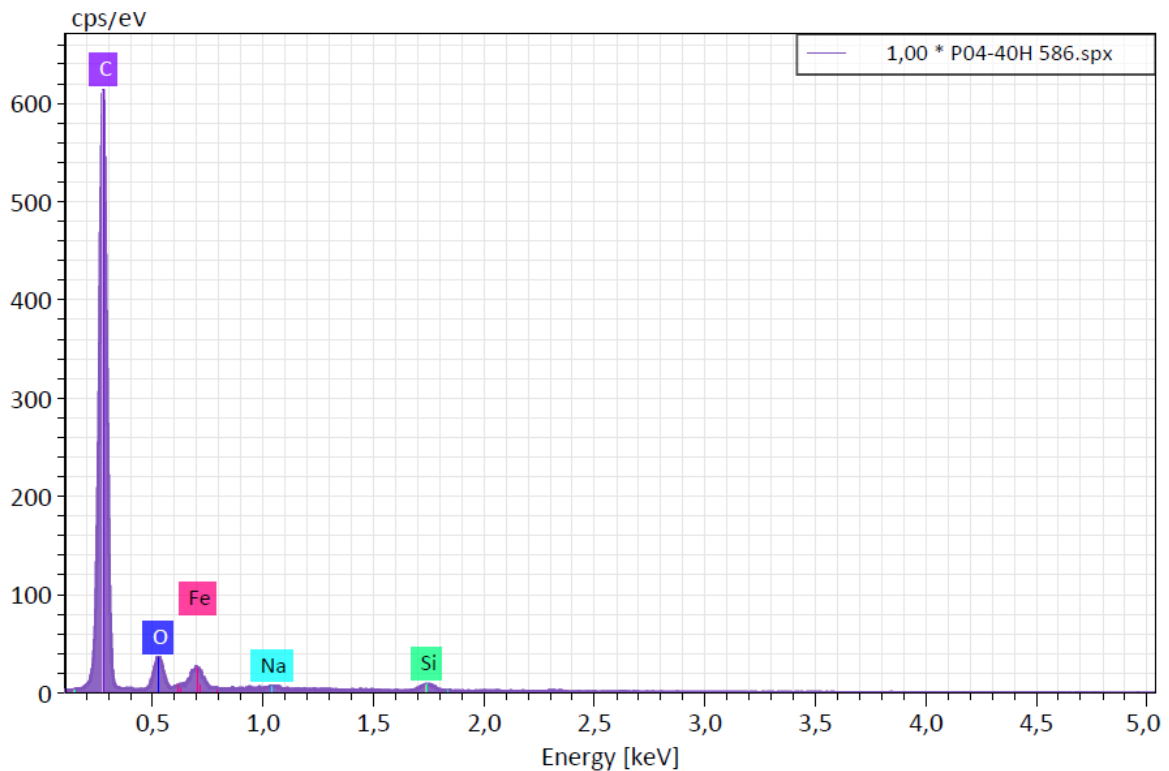


Figure3.17: Analyses EDS des poudres broyées à 40 h.

La (figure 3.17) montre la micrographie MEB et l'analyse EDS d'une poudre broyée pendant 40 heures. Pour cette poudre on voit qu'elle est plus fine ont quasiment le même volume, ce qui nous permet de dire qu'après 40h de broyage il y a un équilibre entre processus de soudure et rupture. Ces résultats sont cohérents avec ceux de la taille des particules.

Tableau 3.9 : analyses EDS des poudres broyées à 40h.

| P04-40H 586.spx | | | | | | | | | |
|-----------------|--------|---------|---------------|-----------------|---------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|--------------------------|
| Elément | A Raie | Net | Mass. [%] | Mass. norm. [%] | Atom. [%] | erreur abs. [%] (1 sigma) | erreur abs. [%] (2 sigma) | erreur abs. [%] (3 sigma) | erreur rel [%] (1 sigma) |
| carbone | 6 | K-Serie | 1549077,85 | 77,85 | 89,09 | 8,60 | 17,20 | 25,80 | 11,05 |
| fer | 26 | L-Serie | 9291 | 11,52 | 11,52 | 2,84 | 3,31 | 4,97 | 14,37 |
| oxygène | 8 | K-Serie | 9837 | 7,68 | 7,68 | 6,60 | 1,10 | 2,21 | 14,36 |
| silicium | 14 | K-Serie | 3354 | 2,69 | 2,69 | 1,32 | 0,17 | 0,33 | 6,20 |
| sodium | 11 | K-Serie | 931 | 0,26 | 0,26 | 0,15 | 0,04 | 0,09 | 17,24 |
| Total : | | | 100,00 | 100,00 | 100,00 | | | | |

3.6.2. Evolution de la structure cristalline :

Présentation des résultats de la poudre élaborée :

Le mélange CFeSi sous forme de poudre a été broyé à haute énergie pendant 30min,1h30min,40h ; ce broyage a été suivi par des analyses de diffraction de rayons X. Les spectres de diffractions des RX en fonction du temps de broyage montrent les différentes étapes du changement de structure des poudres de départ de mélange CFeSi vers la formation des nouvelles phases. (Figure 3.18-19-20)

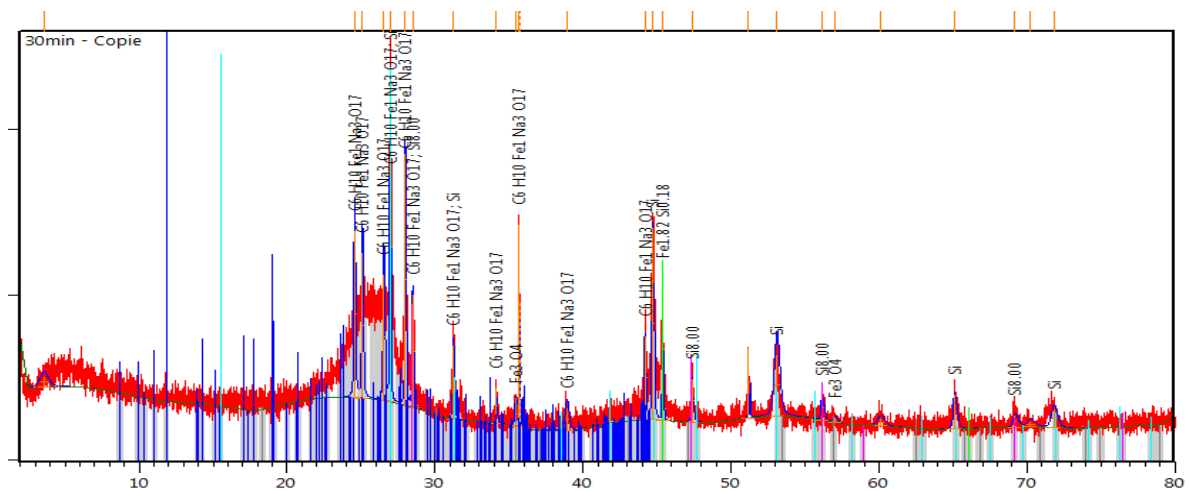


Figure 3.18: Diffractogramme de rayons X de mélange CFeSi en fonction du temps de broyage (30min).

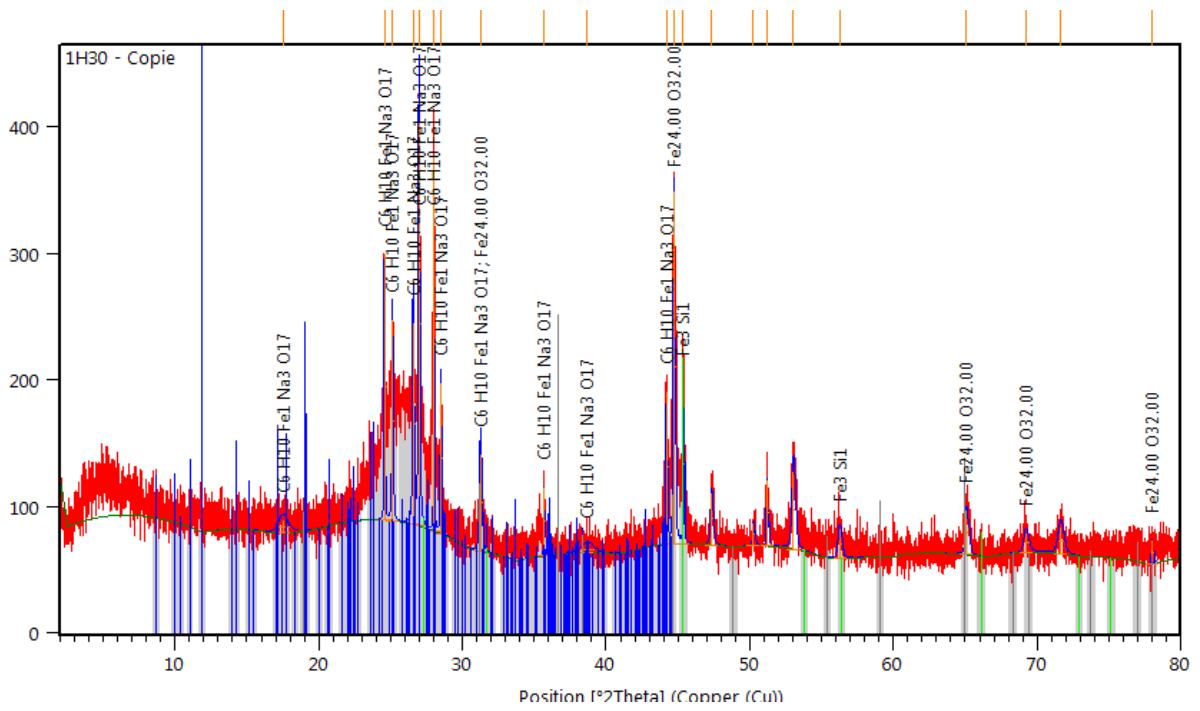


Figure 3.19: Diffractogramme de rayons X de mélange CFeSi en fonction du temps de broyage (1h30min).

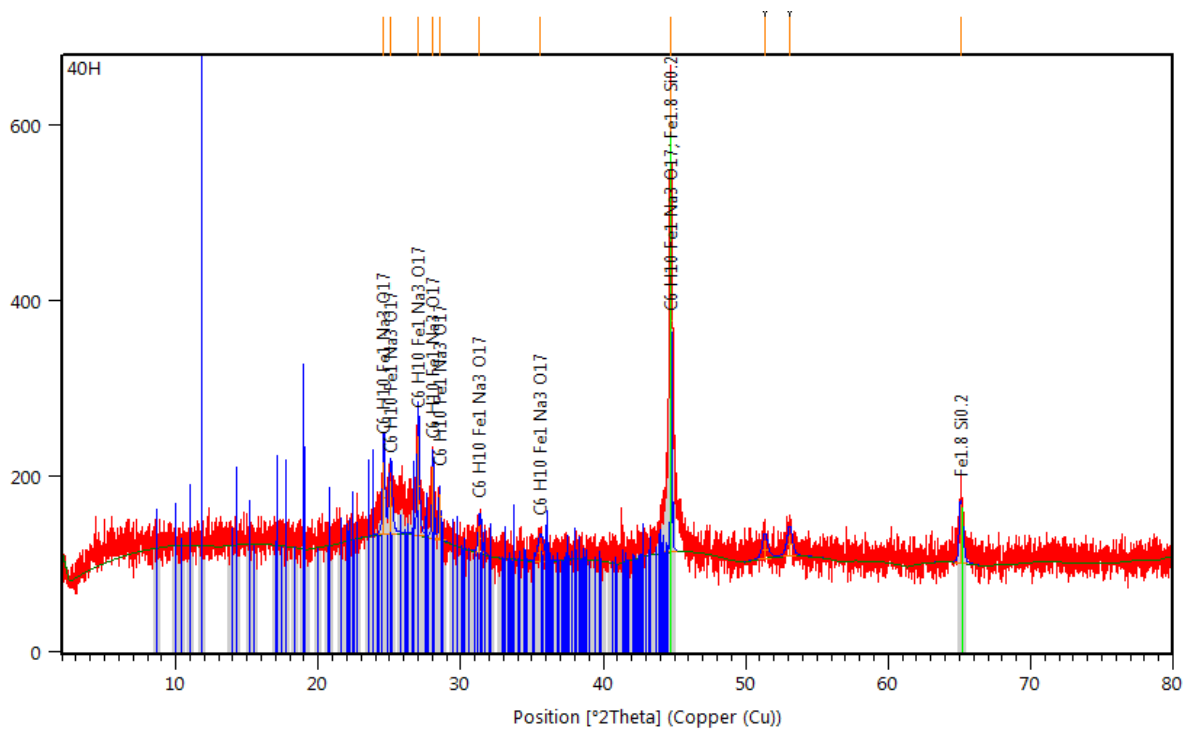


Figure 3.20: Diffractogramme de rayons X de mélange CFeSi en fonction du temps de broyage (40h).

Les électrodes de graphite utilisée ont été broyé en poudre à l'aide d'un malaxeur de marque **EL-SOLTANA STARS**. Ce broyage a été suivi par des analyses de diffraction de rayons X. Étant donné que le graphite n'est pas pur dans ces barres déjà utilisées, les spectres de diffraction des RX en fonction du temps de broyage montrent les différentes étapes de la formation des nouvelles phases.

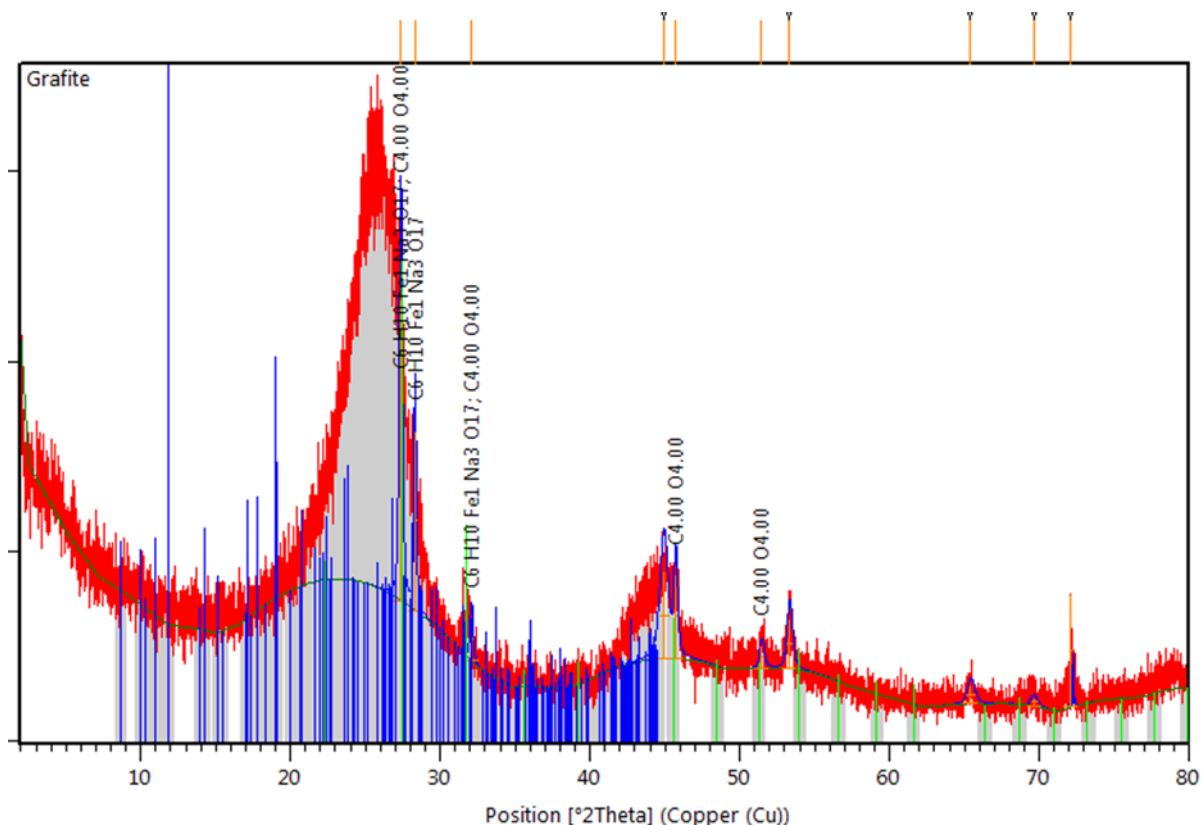


Figure 3.21: Diffractogramme de rayons X de graphite utilisée.

Dans la présente étude, l'analyse de diffraction des rayons X appliquée sur nos mélanges a été faite au niveau d'université Blida 1, Dans ce cas, un diffractomètre a rayon x de haute résolution de marque RIGAKU Smartlab.

Le traitement des données enregistrées et l'identification des raies cristallines correspondantes ont été effectués à l'aide du logiciel High Score. Afin de connaître la phase de la poudre, Les diagrammes DRX des différents échantillons broyés à différent temps, montrent que toutes les intensités des pics observés dans chaque diagramme (figure 3-18, 19, 20 et 21) peuvent être indexées en réflexions de Bragg correspondant à la structure cristalline.

Il est n'y pas de phases ordonnées n'a été observé, des pics supplémentaires qui pourrait provenir d'impuretés ou de phases de Fe, Si ou C. Par conséquent, nous pouvons supposer que le mélange est multi phase.

Tableau.3.10 : L'évolution du paramètre, du volume de la maille et la tailles des cristallites en fonction du temps de broyage

| Temps de broyage (h) | Phase | Paramètre de maille (Å) | | | Structure cristalline | volume (10 ⁶ pm ³) |
|----------------------|--|-------------------------|--------|--------|-----------------------|---|
| | | A | B | C | | |
| graphite | C ₆ H ₁₀ Fe ₁ Na ₃ O ₁₇ | 17.38 | 12.693 | 15.196 | MONO CLINIQUE | 3296.49 |
| | C ₄ O ₄ | 5.63 | 5.63 | 5.63 | C | 178.45 |
| 0.5 | C ₆ H ₁₀ Fe ₁ Na ₃ O ₁₇ | 17.38 | 12.693 | 15.196 | MONO CLINIQUE | 3296.49 |
| | Fe _{1.82} Si _{0.18} | 2.825 | 2.825 | 2.825 | C | 22.55 |
| | Fe ₃ O ₄ | 8.396 | 8.396 | 8.396 | C | 66.44317 |
| | Si | 6.6 | 6.6 | 4.04 | HEXAGONAL | 152.41 |
| | Si ₈ | 5.427 | 5.427 | 5.427 | C | 159.84 |
| 1.5 | C ₆ H ₁₀ Fe ₁ Na ₃ O ₁₇ | 17.38 | 12.693 | 15.196 | MONO CLINIQUE | 3296.49 |
| | Fe ₃ Si ₁ | 5.65 | 5.65 | 5.65 | C | 180.36 |
| | Fe ₂₄ O ₃₂ | 8.118 | 8.118 | 8.118 | C | 534.99 |
| 40 | C ₆ H ₁₀ Fe ₁ Na ₃ O ₁₇ | 17.38 | 12.693 | 15.196 | MONO CLINIQUE | 3296.49 |

Conclusion générale

Au cours de ce travail, nous avons étudié les caractéristiques de la poudre cible de toner en utilisant des différents techniques (MEB, EPMA, DRX, Granulométrie Laser).

Puis nous avons essayé de faire une nano poudre similaire à la poudre cible en utilisant des matériaux moins chère et recyclable, On a broyé ces matériaux à l'aide d'un broyeur planétaire PM200 au niveau de CRTSE.

On est partir d'une poudre technique qui existe nous avons pris la marque Kyocera nous avons analysé cette poudre on a fait l'aspect physique on peut dit la granulométrie: le dimension de grains 8,099um ensuite nous avons fait l'analyse chimique nous est apparu des phase de Fe Si O C uniforme .

Afin d'essayer le principe dans un premier étape nous utilisée le graphite disponible c'est vrai on aura un mélange c qui n'est pas vraiment pure mais ce que nous voulons dans notre recherche : l'aspect granulométrie et la bon phase qui présente entre le temps de broyage [1h30min-40h] qui ressemble à l'autre , Inch allah notre équipe peux l'essayer dans le proche avenir .

Référence :

- [1] CEA, « Nanoscience nanotechnologie », Ministère de la Recherche. Consulté en mai (2007).
- [2] The Royal Society & the Royal Academy of Engineering, « Nanoscience and nanotechnologies: opportunities and uncertainties », p.5, (2004)
- [3] OCDE Observateur, “Les nanotechnologies changent d’échelle”, Direction de la Science de la technologie et de l’industrie (2003).
- [4] M.C. Roco (NSET-Chair), “International Strategy for Nanotechnology Research”, Journal of nanoparticles, Vols. 5-6, p 353-360, (2001);
- [5] A. Santamaria, Nanotoxicity, HumanaPress, Totowa, NJ, 2012, pp. 1-12
- [6] Mansoori, Ga et Soelaiman, TF (2005). nanotechnologie--une introduction pour la communauté des normes. astm international.
- [7] Universitécoté d’azur artemis<https://www.oca.eu/fr/rechercheartemis/projets/173-arttelemetrielaser/341unitedelongueurlesgrandeslespetites#>
- [8] Gnach, a et al. up converting nanoparticles: assessing the toxicity. chem. soc. rev. 2015, 44, 1561–1584. [google scholar] [crossref] [pubmed]
- [9] Boholm, m., &boholm, å. (2012). the many faces of nano in newspaper reporting. journal of nanoparticle research,14,1-18.doi:10.1007/s11051-012-0722-y
- [10] Etienne klein ,AlexeiGrinbaum et Vincent Bontems juin 2007 le debat sur les nanosciences :enjeux pour le cea
- [11] G. mansoori, t. a. f. Soelaiman published 1 june 2005 nanotechnology — an introduction for the standards community. doi:10.1520/jai13110
- [12] Ricaud, m., &Witschger, o. september 2012. les nanomatériaux: définitions, risques toxicologiques, caractérisation de l'exposition professionnelle et mesures de prevention institut national de recherche et de sécurité.
- [13] Thesethe synthesis, characterization and diagnosis of organic nanomaterials based on metal compounds ouargla 2022.
<https://dspace.univ-ouargla.dz/jspui/bitstream/123456789/29906/3/touaher-touaher.pdf>
- [14] BouabdallahAbdelghani, caractérisation structurale et optique de nanocristaux de zno, mémoire de magister, université constantine 1, (2013).
- [15] K, I. c. (ed.). (1988). sol-gel technology for thin films, fibers, preforms, electronics and specialty shapes. williamandrew.
- [16] Merck sigma-aldrich synthèse de nanoparticules et microparticule
- [17] Powdered by mediawiki on 22june 2021 at 20:01.
<http://apm.bplaced.net/w/index.php?title=mechanosynthesis>

- [18] Galdeano, s. (2001). influence des conditions de broyage sur la distribution de nanoparticules magnétiques (fe, co) dans une matrice de cuivre (doctoral dissertation, paris 7).
- [19] Begin-colin,S.et al.(1997). mécanosynthèse d'oxydes nanocristallins. journal de physique iii, 7 (3), 473-482.
- [20] Rutttert, m.et al. (2019). synthèse mécano-chimique de matériaux d'anode à base de fe-si pour cellules pleines au lithium-ion à haute énergie. acs matériaux énergétiques appliqués.<https://pubs.acs.org/doi/10.1021/acsaem.9b01926>
- [21] The history of printers march 25, 2020 by graham mccarthy, <https://www.barcoding.co.uk/history-of-printers/>
- [22] Sitotaw, yw, Habtu, Ng, Gebreyohannes, ay, nunes, sp et van gerven, t. (2021). le broyage à boulets comme technique de prétraitement importante dans les bioraffineries de lignocellulose : une revue. conversion de la biomasse et bioraffinerie , 1-24.
- [23] Pfe université de msila 2020/2021, département de génie mécanique memoire de fin d'étude en vue de l'obtention du diplôme de master en génie mécanique option : génie des matériaux présenté par : Zouaouikhalil&Brahimoussama. <http://dspace.univ-msila.dz>
- [24] Salim triaa, corrélation entre les propriétés physico - chimiques et la microstructure dans les alliages fe - cr nanostructurés, thèse de doctorat, université des sciences et de la technologie houari boumediene, (2014).
- [25] The royal society & the royal academy of engineering, « nanoscience and nanotechnologies : opportunities and uncertainties », (2004)
- [26] L. marcel, b.c., H.philippe, L.j.marie, M. orou, les nanosciences.2, nanomatériaux et nanochimie, paris, édition belin, (2006).
- [27] M.wautelet et coll, les nanotechnologies, editionsdunod, isbn 210-007954-9, octobre(2003).
- [28] Mary. "history of computer printers." thoughtco, aug. 28, 2020, <https://www.thoughtco.com/history-of-computer-printers-4071175>
- [29] Graham mccarthy, march 25, 2020 the history of printers
- [30] The clark november 5, 2017–january 7, 2018 <https://www.clarkart.edu/microsites/impressionist-line/about/printmaking-techniques#>
- [31] Edouard manet (french, 1832–1883) execution of maximilian, 1868, printed 1884
- [32] Stratis, h. k. Gauguin paintings, sculpture, and graphic works at the art institute of chicago.

- [33] vignesh, rv et Kumar, gg (2014). synthèse de toner noir hybride à partir de déchets de toner à l'aide de la technique d'optimisation de la technologie nano. journal international d'ingénierie et de technologie. issn, 2249-8958.
- [34] Icy science.<https://fr.theastrologypage.com/toner-cartridge>
- [35] L'imprimante laserparrémymellet, camilleclemont et alexandre becquet classe de 1^{ers} à durzy (45)année 2003-2004.
https://remy-mellet.com/wp-content/uploads/2011/04/impr_laser.pdf
- [36] Desmond, C., Verdun-Esquer, C., Rinaldo, M., courtois, A., &Labadie, m. (2015). mise au point sur les risques toxiques lors de l'utilisation professionnelle des photocopieurs. archives des maladies professionnelles et de l'environnement, 76(5), 498-507.
- [37] Dana 2014.<https://nanopartikel.info/en/basics/cross-cutting/toner/>
- [38] Techno-science.net. <https://www.techno-science.net/glossaire-definition/fer.html>
- [39] Centre de lutte contre cancer leonberard. <https://www.cancer-environnement.fr/fiches/expositionsenvironnementales/feretsescomposes/>
- [40] Reaserchgate juil2018elena koutchmaand all.
https://www.researchgate.net/figure/possible-crystal-structures-of-superparamagnetic-iron-oxides-nanoparticles-spions_fig1_326494198
- [41] Commission des normes, de l'équité, de la santé et de la sécurité du travail. cnesst
https://reptox.cnesst.gouv.qc.ca/pages/fiche-complete.aspx?no_produit=14043
- [42] Hawkinswatts<https://www.hawkinswatts.com/ingredient/carbon-black/>
- [43] Sahara business group. <https://saharabizz.com/products/carbon-black/>
- [44] Dictionnaire de françaislf ; la langue français définition oxygène.
- [45] Nanosilicium. <https://www.ebay.co.uk/itm/123100127924>
- [46]Alagarasi, a december 2011 introduction to nanomaterials (pp.76) chapter:1
- [47] La science pour tous. MEB 30 avril 2010.
- [48]université de Montpellier MEB.
- [49] Les microscopes électroniques: projet tutore 2eme annee DUT Chimie 2011-2012.
- [50] ECAM La Salle (électron secondaire /électron rétrodiffusé).
- [51]Micro-analyseur à sonde électronique (EPMA) John Goodge, Université du Minnes.
- [52] Service icmab.csic particle size distribution (from 0.1 to 3500 microns).

- [53] Li, M., Zhu, W., & Gao, L. (2014). Analysis of cell concentration, volume concentration, and colony size of *Microcystis* via laser particle analyzer. *Environmental management*, 53, 947-958.
- [54]emerald insight mastersizer 2000 <https://doi.org/10.1108/prt.1998.12927fad.017>.
- [55] AbdelbassitBoualem Interaction de la lumière avec une particule [Web00].
- [56] Institut de Chimie Moléculaire et des Matériaux d'Orsay ICMMO university de paris-sacalyequipment salle 0229 Définition DRX.
- [57] Quantum Rx société française principe DRX.
- [58] C. Labidi. Thèse de doctorat, ENSAM, CER de Cluny. Parie ,2006.58.
- [59] Gerasimov K.B, Gusev A.A, Ivanov E.Y and Boldyrev V.V, "The Mechanism of new Phase formation during Mechanical Alloying", *International Journal Mechanochemistry and Mechanical Alloying*, V° 1, n° 4, (1994), pp 45-53.
- [60]RetshMillngsievingassistingbroyeurplanetaire a billes pm 200.