

République algérienne démocratique et populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique
Université Saad Dahleb Blida 1



Faculté des sciences

Département de physique

Mémoire de fin d'étude
Pour l'obtention du diplôme de Master en Physique

Option : **Nanophysique**

Thème :

**OPTIMISATION DES PARAMETRES MAGNETIQUES
PAR VIBRATING SIMPLE MAGNETOMETER (VSM)
DANS LA CARACTERISATION DES MATERIAUX
(Fe,Co,Cr)**

Présenté par :

ALLOUANE Mohammed El-amine

Soutenu devant le jury composé de :

Mme S. Ouir	M.C.B	USDB 1	Présidente
Mme F. Bouamra	M.C.B	USDB 1	Examinatrice
M. Zergoug	Professeur	CRTI (Chéraga)	Encadreur
M.A. Ben Cherchali	M.A.A	USDB 1	Co-encadreur

Blida 1 -2017/2018-

REMERCIEMENTS

Je remercie ALLAH le tout puissant et miséricordieux, de m'avoir donné le courage, la santé, la volonté et la patience afin d'accomplir ce Modeste travail.

Je tiens à remercier mon encadreur Monsieur M. ZERGOUG pour ses précieux conseils et ses aides durant toute la période du travail en lui témoignant ma gratitude pour sa patience et son soutien pour m'avoir mené à bon port. Pour cette opportunité de stage qui m'a été offerte, je voudrais lui dire un grand merci pour la confiance qu'il m'a prodigué pendant la direction de ce travail. Son total et continuel encouragement, son endurance a été le soufflé sur la voile de mon frêle esquif scientifique.

Mes vifs remerciements vont également aux membres du jury pour leur intérêt porté à notre recherche en acceptant d'examiner mon travail et de l'enrichir par leurs propositions.

Je tiens à remercier très chaleureusement Monsieur M.A BENCHERCHALI qui m'a permis de bénéficier de l'encadrement au niveau du CRTI et m'avoir encouragé à entreprendre ce projet, ainsi que pour son égard et sa grande noblesse en tant que second promoteur, coté universitaire et père, frère et ami, comme membre "académique" de ma famille pour tous ses efforts et sacrifices à mon égard sans jamais oublier ses engagements qu'il a toujours honoré pour Moi.

Mes sincères remerciements ma très chère petite Sœur Hakima, qui m'a énormément donné en s'associant, à ma traversée, par son cœur et son esprit en me consacrant l'essentiel de son temps et de son attention.

Je n'oublierais pas Monsieur AEK. HASSEN BEY pour sa compréhension, son encouragement et surtout son respect pour la chance qu'il m'a donnée d'accéder au monde fantastique de la nanotechnologie.

Merci à madame Z. ASSAD et monsieur A. BOUNEMRI, enseignants au niveau département d'électronique et ma profonde gratitude à tous les enseignants qui ont contribué à ma formation et qui m'ont offert leur précieux temps pour la cristallisation de mes études ainsi qu'à toute l'équipe D.P.E.M au niveau de C.R.T.I de Chéraga.

Enfin, je tiens également à remercier toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail sans oublier le personnel administratif du département de physique et d'électronique.

DEDICACE

A l'âme de Mon TRES CHER ONCLE le défunt : ALLOUANE MOHAMED LAMINE

A l'âme DE La Maman défunte : Bahia qui a veillée sur mon éducation

Encyclopédie mobile : Mamine.

Encadreur Mr Zergoug et Toute l'équipe D.P.E.M (CRTI Chéraga)

Ma Cher famille et Tous mes Amis.

ملخص

في هذه الدراسة قمنا بتحسين الخصائص المغناطيسية التي تم الحصول عليها من دورة الهستيريا باستخدام مقياس الاهتزاز البسيط (VSM) لغرض توصيف المواد النانوية. تم تطوير هذا العمل باستخدام المواد $Fe_{65}Co_{35}$ و $(FeCo)_{90}Cr_{10}$ التي تم الحصول عليها بواسطة عملية الطحن الميكانيكية خلال عدة فترات حتى يمكن رؤية تأثير الكروم (Cr) على $(Fe_{65}Co_{35})$.

الكلمات الأساسية: المواد النانوية, خليط, دورة الهستيريا, الخصائص المغناطيسية

Résumé

Dans cette étude nous avons optimisé les paramètres magnétiques obtenus du cycle d'hystérésis en utilisant Vibrating Simple Magnetometer (VSM) dans le but de la caractérisation des nanomatériaux. ce travail a été élaboré en utilisant les matériaux $Fe_{65}Co_{35}$ et $(Fe_{65}Co_{35})_{90}Cr_{10}$ obtenus par broyage mécanique durant plusieurs périodes. On a même pu voir l'influence du Chrome (Cr) sur $(Fe_{65}Co_{35})$.

Mots clé : cycle d'hystérésis, alliage, paramètres magnétiques, nanomatériaux

Abstract

In this work we have established the optimization of parameters in order to characterize the nanomaterials. This work has been carried out by using $Fe_{65}Co_{35}$ et $(Fe_{65}Co_{35})_{90}Cr_{10}$ with mechanical alloying process during different milling times. In the other way we have showed the effect of Chrome (Cr) on the $(Fe_{65}Co_{35})$.

Keywords: nanomaterials, alloy, hysteresis loop, magnetic parameters

TABLE DES MATIERES

Remerciements	1
Dédicace	3
Table des matières	5
Liste des Figures	7
Introduction générale	1
1 Chapitre 1 : Matériaux et Magnétisme	4
1.1 Introduction	4
1.2 Les grandeurs magnétiques	4
1.2.1 L'induction magnétique	4
1.2.2 L'intensité du champ magnétique :	5
1.2.3 Le flux magnétique	5
1.2.4 L'aimantation	6
1.2.5 Susceptibilité magnétique	6
1.2.6 La perméabilité magnétique	6
1.3 Origine du magnétisme	7
1.4 Classification magnétique des matériaux	8
1.4.1 Matériaux diamagnétiques	9
1.4.2 Matériaux paramagnétiques	10
1.4.3 Matériaux ferromagnétiques	12
1.5 Polarisation des matériaux ferromagnétiques	13
1.5.1 Organisation en domaines	13
1.5.2 Courbe de première aimantation	15
1.5.3 Cycle d'hystérésis	18
1.6 Classification des matériaux ferromagnétiques	20
1.6.1 Les matériaux magnétiques doux	20
1.6.2 Les matériaux magnétiques durs	20
1.6.3 Principaux types de matériaux ferromagnétiques doux usuels	21
1.6.4 Antiferromagnétisme	23
1.6.5 Ferrimagnétisme	23
1.7 Application du magnétisme	24
2 Chapitre 2 : caractérisation par vsm	25
2.1 Introduction :	25
2.2 Mesures par magnétomètre à échantillon vibrant :	25
25	
2.3 Paramètres influant sur l'aimantation magnétique :	26

2.3.1	Le champ magnétique.....	27
2.3.2	Angle champ.....	27
2.3.3	Température de l'échantillon	27
2.4	Démagnétisation du matériau.....	28
2.4.1	Courbe de démagnétisation	28
2.4.2	Étape de démagnétisation	28
2.4.3	Moyens de Démagnétisation	29
2.5	Différents courbes de VSM	29
2.5.1	Cycle d'hystérésis.....	30
2.6	Conclusion	31
3	Chapitre3 : la mécanosynthèse	32
3.1	Introduction.....	32
3.2	Élaboration des nanomatériaux	32
3.2.1	Définition des nanomatériaux.....	32
3.2.2	Mécanosynthèse.....	33
3.3	Paramètres du broyeur	34
3.4	Types de matériaux nanostructurés.....	34
3.5	Classification des nanomatériaux.....	36
3.6	Différents défauts structuraux	37
3.6.1	Stade initial	38
3.6.2	Stade intermédiaire	38
3.6.3	Stade final	38
3.7	Mécanismes de la mécanosynthèse.....	39
3.7.1	Premier stade du processus.....	40
3.7.2	Stade intermédiaire	40
3.7.3	Stade final du processus	41
3.7.4	Les différentes configurations	41
4	Chapitre4 : Résultats et discussions	43
4.1	Synthèse et étude microstructurale de $(Fe_{65}Co_{35})$ et $(Fe_{65}Co_{35})_{90}Cr_{10}$:	Erreur !
	Signet non défini.	
	Conclusion général	51
	References	52

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1: L'induction magnétique $d\mathbf{B}$ créé par un élément de courant $I \cdot d\mathbf{l}$.	5
Figure 1.2 : Le flux magnétique traversant un élément de surface.....	6
Figure 1.3: Origine du magnétisme dans la matière.	7
Figure 1.4 : Classification des matériaux de point de vue magnétique.	8
Figure 1.5: Classification des matériaux en fonction de leur comportement magnétique.	9
Figure 1.6 : Evolution de l'aimantation (\mathbf{M}) en fonction du champ magnétique appliqué (\mathbf{H}) pour un matériau diamagnétique et évolution de la susceptibilité (χ) en fonction de la température (T) [3].....	10
Figure 1.7 : Evolution de l'aimantation (\mathbf{M}) en fonction du champ magnétique appliqué (\mathbf{H}) pour un matériau paramagnétique et évolution de la susceptibilité (χ) en fonction de la température (T).....	11
Figure 1.8 L'effet de la température sur l'aimantation à saturation d'un corps ferromagnétique.....	13
Figure 1.9: Configuration en domaines dans le matériau ferromagnétique.....	13
Figure 1.10 : Organosation en domaines.	14
Figure 1.11: La paroi de Bloch	14
Figure 1.12 : Courbe de 1ère aimantation d'un matériau ferromagnétique.....	16
Figure 1.13 : Courbe de première aimantation d'un matériau ferromagnétique	19
Figure 1.14 : Classification comparative des matériaux ferromagnétiques.....	21
Figure 1.15: Classification des principaux types de matériaux ferromagnétiques doux.	22
Figure 1.16: Illustration schématique des deux sous-réseaux d'un matériau antiferromagnétique couplé antiparallèlement (a), évolution de l'aimantation en fonction de la température (b).	23
Figure 1.18: Structure magnétique d'un matériau ferrimagnétique (a), évolution de l'aimantation en fonction de la température (b) et évolution de la susceptibilité magnétique en fonction de la température (c).....	23
Figure 2.1: Schéma de configuration de VSM.....	27
Figure 2.7 : VSM (Vibrating Sample Magnetometer)	28
Figure 2.7 : Courbe de cycle d'Hystérésis.....	31
Figure 3.1 : broyeur planétaire.....	34
Figure 3.5: Représentation des quatre types de matériaux nanostructurés, d'après Siegel .	35
Figure 3.6 : Proportion des atomes en surface en fonction de la taille de l'agrégat [15].	35
Figure 3.7 : Fraction volumique des joints de grains en fonction de la taille des grains [15].	36
Figure 3.8 : Exemple de défauts ponctuels dans un cristal ordonné AB [1].....	37
Figure 3.2 : Les différents stades du processus.	40

Figure 3.3 : Caractéristiques de déformation de différentes poudres après une collision bipoudre- bille, les métaux A et B sont ductiles.....	41
Figure 3.4 : Les différentes étapes du mécanisme pour un mélange de poudres ductile-ductile (R Soni)	42
Figure 4.1 : Variation de la Magnétisation en fonction du champ appliqué pendant différentes heures pour l'alliage $Fe_{65}Co_{35}$	46
Figure 4.2 : variation de la Magnétisation en fonction du champ appliqué pendant différentes heures pour l'alliage $(Fe_{65}Co_{35})_{90}Cr_{10}$	47

Liste des symboles

Symbole	Signification
M_o	Moment magnétique orbital.
m	Nombre quantique magnétique associé à l'électron.
μ_B	Magnéton de Bohr.
M_S	Moment magnétique de spin.
μ_0	Perméabilité dans le vide.
μ_r	Perméabilité relative.
B	Champ magnétique d'induction.
B_S	Champ magnétique d'induction à saturation.
B_r	Champ d'induction rémanente.
H	Champ magnétique d'excitation.
H_S	Champ magnétique d'excitation à saturation.
H_c	Champ coercitif.
W_{ij}	Champ magnétique d'excitation appliqué.
J_{ij}	L'énergie d'échange entre les atomes i et j.
S_i	L'intégrale d'échange entre les atomes i et j.
M	Moments cinétiques de spin S_i .
M_S	Aimantation magnétique.
M_r	Aimantation à saturation.
T_c	Aimantation rémanente.
T_N	Température de Curie.
J	Température de Néel.
J_s	Polarisation magnétique.
U_m	Polarisation magnétique à saturation.
P_t	Energie magnétostatique de couplage
P_h	Les pertes totales.
P_j	Pertes par hystérésis.
P_s, P_{an}	Pertes par courants induits.
e	Pertes supplémentaires, Pertes anormale.
d	L'épaisseur de la tôle.
K_1	L'épaisseur de peau.
	Constante d'anisotropie magnéto cristalline.

λ	Magnétostriction.
ρ	Résistivité.
P	Vecteur de Poynting.
j	Vecteur densité de courant.
E	Le champ électromoteur induit.
W	Le travail fourni par le milieu extérieur.
σ	La conductivité.
E_θ	Le module du champ tangentiel.
ω	L'amplitude.
$L(x)$	La fonction de Langevin.
J	Nombre quantique.
$B_j(x)$	La fonction de Brillouin.
χ	La susceptibilité magnétique

INTRODUCTION GENERALE

L'élaboration des matériaux nanostructurés est devenue une partie importante dans la recherche ces dernières années. L'effet de confinement de la taille de cristallites, permet d'améliorer les propriétés magnétiques, physico-chimiques et mécaniques de ces matériaux. Les matériaux nanostructurés sont des solides dans lesquels un paramètre au moins, telles que l'orientation du réseau cristallin, la composition chimique ou la densité atomique varie sur une échelle de l'ordre de quelques nanomètres.

De nombreuses méthodes d'élaboration de ces matériaux ont été développées ces dernières années. La mécanosynthèse (broyage mécanique) permet d'envisager une production à l'échelle industrielle en raison de son faible coût de mise en œuvre et la facilité avec laquelle on peut élaborer de grandes quantités de matériaux. Cette technique d'élaboration constitue aujourd'hui un des modes d'élaboration d'alliages amorphes, de composés intermétalliques ainsi que certains systèmes métalliques difficiles à obtenir par des méthodes conventionnelles.

Elle permet la formation des alliages de taille de grain nanométrique, Les matériaux obtenus par cette technique sont homogènes et se présentent sous formes de poudre, faciles à industrialiser. C'est une technique d'élaboration hors équilibre, par des moyens mécaniques. Elle forme les alliages par déformation plastique répétée.

Le choix du système Fe-Co est lié au fait qu'il constitue la base des aimants permanents et, il est technologiquement important car il est possible d'obtenir de grandes gammes de moments à saturation en variant la concentration en cobalt des alliages. Ce qui donne à ces matériaux la possibilité d'être utilisés dans diverses applications (blindage magnétique, têtes d'enregistrement et de lecture, amplificateurs magnétiques, etc...).

L'ajout du Cr à l'alliage $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ a pour but d'améliorer la résistance mécanique et chimique de l'alliage $(\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35})_{90}\text{Cr}_{10}$.

En général, les matériaux doux et durs sont les plus faciles à aimanter, ils sont caractérisés en utilisant la méthode magnétique pour déterminer leurs cycles d'hystérésis.

Dans l'histoire du développement des matériaux magnétiques doux il y a quelques étapes qui méritent à ce titre d'être mentionnées : 1900 – les alliages fer-silicium ; 1920 – les alliages fer-nickel ; 1950 : les ferrites ; 1980 : les nanocristallins magnétiques doux. En effet, chaque fois que l'on produit, transforme ou utilise de l'énergie électrique, on a besoin de matériaux doux. Ils se trouvent ainsi au cœur de nombreux dispositifs dans des domaines aussi divers que l'électrotechnique, l'informatique...

L'étude du cycle d'hystérésis devient de plus en plus importante aussi bien sur le plan recherche fondamentale que sur le plan recherche appliqué. Cette étude a pour objectif

d'optimiser les paramètres magnétiques pour la caractérisation des alliages ($\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ et $(\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35})_{90}\text{Cr}_{10}$) dans le but d'obtenir un cycle d'hystérésis qui donne des informations importantes.

Le présent travail se présente en 4 principaux chapitres :

Chapitre1 : Contient une vue générale sur l'origine et l'historique du magnétisme, la classification magnétique des matériaux et leurs polarisations.

Chapitre 2 : Présentation du VSM (Vibrating Sample Magnetometer), et détermination de ses différents paramètres de mesure, nous avons voulu définir les paramètres optimaux permettant d'avoir un cycle d'hystérésis définissant l'état structurale du matériau.

Chapitre3 : Description du broyeur planétaire et ses paramètres, la mécanosynthèse et ses mécanismes. L'élaboration des nanomatériaux et leurs types, ainsi que leurs classifications, et cela pour permettre de vérifier les résultats obtenus par notre optimisation.

Chapitre 4 : Analyse des résultats concernant l'alliage ($\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$) et $(\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35})_{90}\text{Cr}_{10}$ obtenu par le biais du VSM ainsi que les différents paramètres du cycle d'hystérésis pour vérifier les différents cycles obtenus avec les différentes combinaisons d'obtention de structures.

Enfin on termine par une conclusion générale de nos résultats.

CHAPITRE 1 : MATERIAUX ET MAGNETISME

1.1 INTRODUCTION

De nos jours, l'intérêt des matériaux magnétiques n'a pas cessé de croître à cause de leur importance et de leur utilisation massive dans plusieurs technologies. Les industries du génie électrique et de l'électronique en sont les principales utilisatrices. Il est alors impératif de connaître les caractéristiques physiques et de comprendre le comportement magnétique de ces matériaux. L'explication, la maîtrise et la modélisation de l'ensemble des phénomènes liés au magnétisme restent toujours d'actualité.

Ce chapitre est consacré à l'étude des propriétés magnétiques des matériaux, suivit d'une description plus ou moins détaillée du ferromagnétisme. On s'intéressera particulièrement au processus d'aimantation et au phénomène de l'hystérésis (caractéristique des matériaux ferromagnétiques).

1.2 LES GRANDEURS MAGNETIQUES

1.2.1 L'induction magnétique

Selon la loi de Biot et Savart, si un fil est parcouru par un courant continu I , L'induction magnétique en un point M associé à un élément de longueur dl parcouru par le courant I (figure 1.1) est donnée par [1], [2] :

$$d\vec{B} = \frac{\mu_0}{4\pi} \left[\frac{I d\vec{l} \wedge \vec{\mu}}{r^2} \right] \quad (0.1)$$

Où r la distance de l'élément dl au point M .

μ_0 (la perméabilité du vide μ_0 : ($\mu_0=4\pi 10^{-7}$ (H /m)).

B : l'induction magnétique exprimée en Tesla (T).

$\vec{\mu}$: le vecteur unité de la droite orientée de l'élément dl au point M .

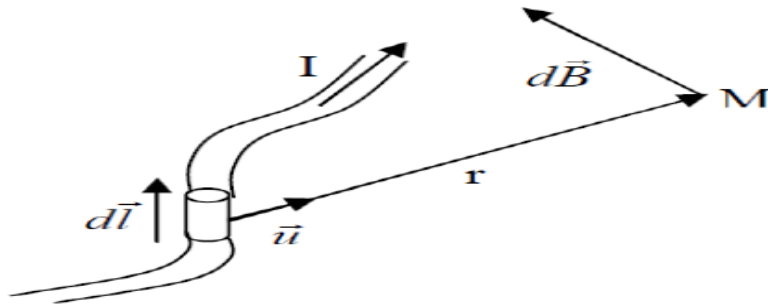


Figure 0.1: L'induction magnétique $d\vec{B}$ créé par un élément de courant $I \cdot d\vec{l}$.

1.2.2 L'intensité du champ magnétique :

C'est une grandeur vectorielle qui partage avec l'induction magnétique \vec{B} , pour caractériser en tout point de l'espace un champ magnétique. Tandis que, l'induction est solénoïdale ($div.\vec{B} = 0$) l'intensité du champ magnétique H est irrotationnelle ($rot\vec{H} = 0$) en dehors des volumes dans lesquels la densité du courant n'est pas nulle. A l'intérieur des courants, en revanche son rotationnel est égal à la valeur de vecteur densité du courant [3].

Le champ magnétique H est lié à l'induction B par la relation :

$$B = \mu \cdot H \quad (0.2)$$

Où μ est la perméabilité magnétique absolue, c'est un coefficient qui dépend du milieu.

H est le champ magnétique exprimé en Ampère par mètre (A/m).

1.2.3 Le flux magnétique

Soit un élément de surface dS , faisant partie d'une surface de forme quelconque

(Figure1.2). S'il existe un champ d'induction magnétique B dans la région où se trouve

Cette surface, alors le flux magnétique traversant cet élément est [1]

$$\Phi_m = \vec{B} \cdot \vec{n} dS = B \cdot dS \cdot \cos\theta \quad (0.3)$$

Où n est un vecteur normal à dS

θ : l'angle entre le vecteur induction magnétique B et le vecteur normal.

$$\phi_m = \int_S \vec{B} \cdot d\vec{S} \quad (0.4)$$

Le flux magnétique total est :

Le flux ϕ_m s'exprime en Weber (Wb).

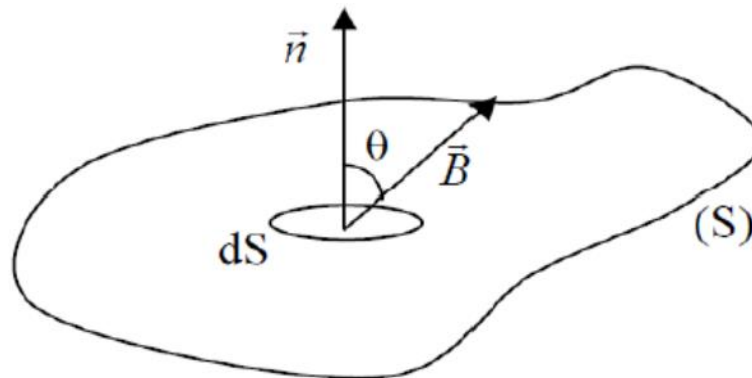


Figure 0.2 : Le flux magnétique traversant un élément de surface

1.2.4 L'aimantation

Tout élément de volume d'un matériau aimanté possède un moment dipolaire magnétique, le phénomène d'aimantation est caractérisé par la densité volumique du moment dipolaire, champ vectoriel que nous désignerons par M [1,4].

Par définition, un petit élément de volume ΔV , possède le moment dipolaire magnétique M tel que l'on a : $\Delta M = M\Delta V$

M est appelée aimantation ou intensité d'aimantation, elle permet de définir l'état magnétique de la matière, elle s'exprime en Ampère par mètre (A/m).

1.2.5 Susceptibilité magnétique

L'aimantation M d'un corps dépend du champs magnétique H au point où il se trouve, le rapport de ces deux grandeurs est appelé susceptibilité magnétique. Celle-ci Peut être représentée par :

$$\chi = \frac{M}{H} \quad (0.5)$$

χ : Un nombre abstrait dont la valeur est une caractéristique du matériau [5].

1.2.6 La perméabilité magnétique

La perméabilité magnétique est égale pour les matériaux isotropes, au quotient

B/H . C'est un critère de qualité pour les substances qui s'aimantent facilement.

La perméabilité relative μ_r est plus utilisée :

$$\mu_r = \mu / \mu_0 \quad (0.6)$$

1.3 ORIGINE DU MAGNETISME

Le magnétisme de matériau est la conséquence des mouvements des électrons gravitant autour du noyau des atomes de ce matériau.

En effet un électron tournant sur une orbitale est une charge électrique en mouvement qui engendre un champ magnétique, de plus l'électron tourne sur lui-même, c'est le spin de l'électron, cette rotation de spin engendrera aussi un champ magnétique, le mouvement orbital et le spin génère donc des dipôles magnétiques qui sont caractérisés par un moment magnétique et qui seront influencer par l'application d'un champ magnétique extérieur (figure 1.3).

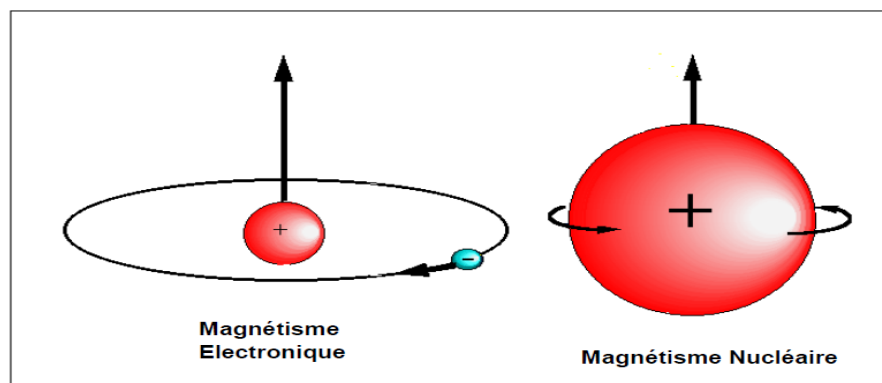


Figure 0.3: Origine du magnétisme dans la matière.

Le moment magnétique orbital :

$M_0 = m\mu_B$, ($M_0 \equiv \mu_L$) où m est le nombre quantique magnétique associé à l'électron et $\mu_B = \left(e \frac{\hbar}{2m_e} \right) = \left(\frac{eh}{4\pi m_e} \right)$ est le magnéton de Bohr [1, 2].

où $\hbar = h/2\pi$ (constante de Planck ($6,63 \cdot 10^{-34}$ Js) divisée par 2π ,

(e : charge h de l'électron $1,6 \cdot 10^{-19}$ C), (m : masse de l'électron ($9,11 \cdot 10^{-31}$ kg)).

L'influence des nucléons sur le moment magnétique atomique peut être négligée à cause de la masse des nucléons comparativement à la masse de l'électron (le rapport entre les masses des nucléons et électron est de 1/1836,5).

Le moment magnétique de spin : $M_S = \pm \mu_B$, ($M_S \equiv \mu_S$)

Selon que le spin de l'électron est égal à $\pm 1/2$.

Le moment magnétique nette de l'atome sera égal à la somme vectorielle des moments magnétiques orbitaux et de spins de tous les électrons gravitant autour du noyau de cet atome.

Si deux électrons sont appariés, c'est-à-dire ont de spins opposés, leurs moments magnétiques de spins sont des signes opposés et s'annulent, ces deux électrons ne contribuent pas au moment magnétique global de l'atome, de plus le moment magnétique résultant des électrons de toute couche ou sous-couche électrique est nulle, le moment magnétique nette de l'atome dépendra donc seulement des électrons appartenant aux couches électroniques extérieurs pour lesquelles la somme des nombres quantiques m n'est pas nulles.

1.4 CLASSIFICATION MAGNETIQUE DES MATERIAUX

Il existe deux façon qui nous permet de classer les matériaux :

1^{iere} Méthode : La susceptibilité magnétique, $\chi_r = \frac{\partial M}{\partial H}$ exprime la réponse d'un milieu sous l'action d'un champ extérieur \vec{H} . La mesure de la susceptibilité permet de déterminer le type du matériau (figure 1.4).

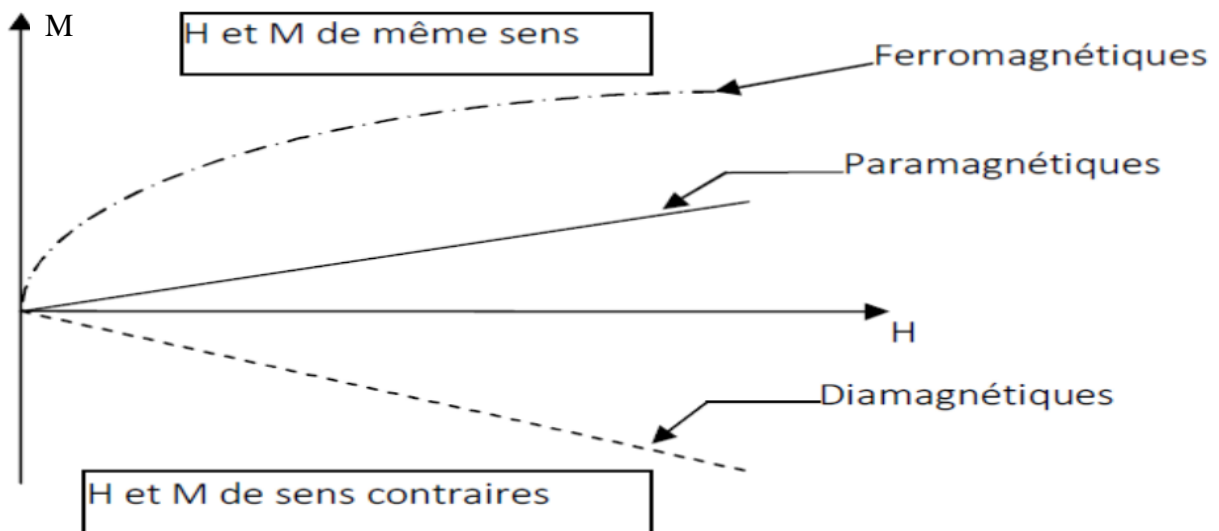


Figure 0.4 : Classification des matériaux de point de vue magnétique.

2^{ème} Méthode :

Comme nous avons vu l'origine du magnétisme se trouve, donc, dans le mouvement orbital et de spin des électrons et dans la façon dont les moments correspondants interagissent entre eux [1-3]. La meilleure façon de classer les matériaux du point de vue magnétique est de considérer la valeur de leur moment magnétique atomique. Les matériaux qui ont un moment magnétique non nul peut être classés en fonction de l'interaction qui existe ou qui n'existe pas entre les moments magnétiques atomiques (figure 1.5).

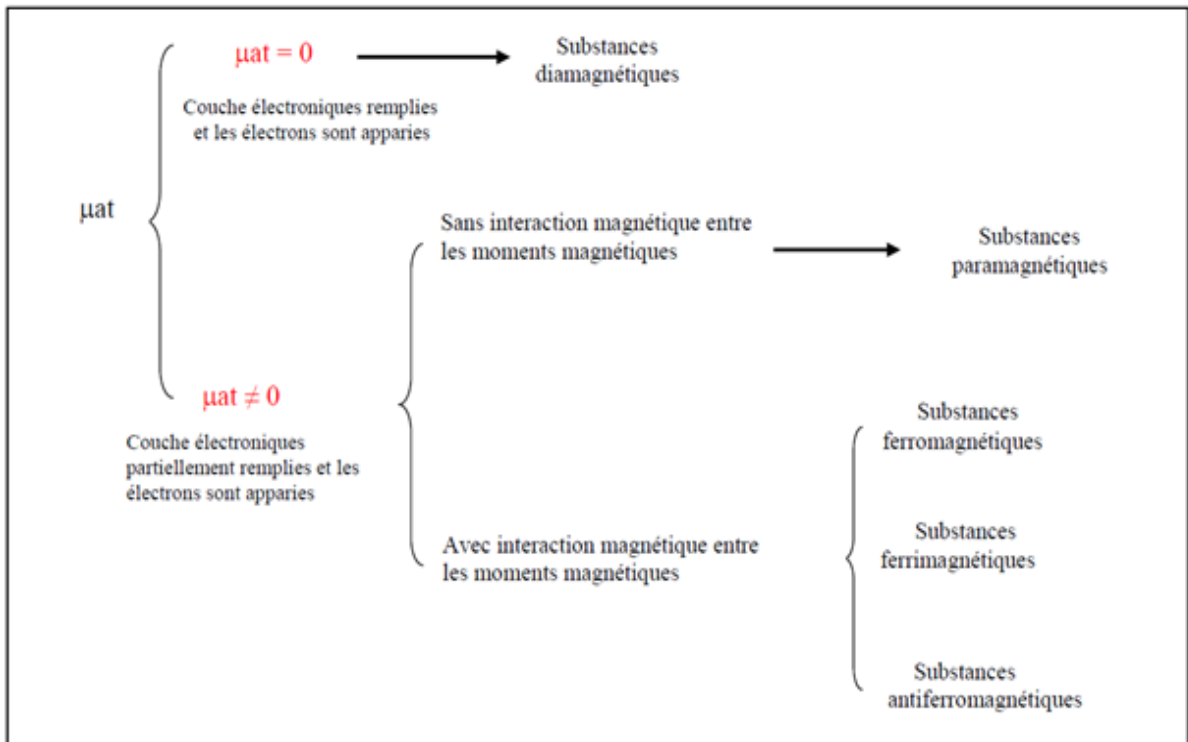


Figure 0.5: Classification des matériaux en fonction de leur comportement magnétique.

Les matériaux paramagnétiques sont ceux qui ne présentent aucune interaction magnétique collective et ne sont pas magnétiquement ordonnés [3]. Les matériaux ferromagnétiques, antiferromagnétiques ou ferrimagnétiques présentent un ordre magnétique à longue distance en dessous d'une certaine température critique [4].

1.4.1 Matériaux diamagnétiques

Le diamagnétisme est une propriété fondamentale (intrinsèque) de la matière, (conséquence de la loi de Lenz) mais elle est généralement très faible.

L'origine du diamagnétisme est le comportement non coopératif des électrons lorsqu'ils sont exposés à un champ magnétique appliqué. Les substances diamagnétiques sont composées d'atomes qui n'ont pas de moments magnétiques permanents (toutes les couches électroniques sont remplies et tous les électrons sont appariés).

Toutefois, lorsque le matériau est exposé à un champ, une aimantation induite s'oppose à la direction du champ magnétique et donc la susceptibilité est négative [3, 4].

Si nous traçons $M = f(H)$ et l'évolution de la susceptibilité magnétique en fonction de la température les matériaux diamagnétiques sont caractérisés par une susceptibilité négative et faible, indépendante de la température (figure 1.6).

Nous pouvons ainsi assimiler la loi de comportement de ce type de matériau à celle du vide

$$B = \mu_0 \cdot H \text{ [6], [1]}$$

On retrouve parmi les substances diamagnétiques des gaz, des solides, des liquides,

Des métaux (or, l'argent, cuivre...), des sels et des substances organiques.

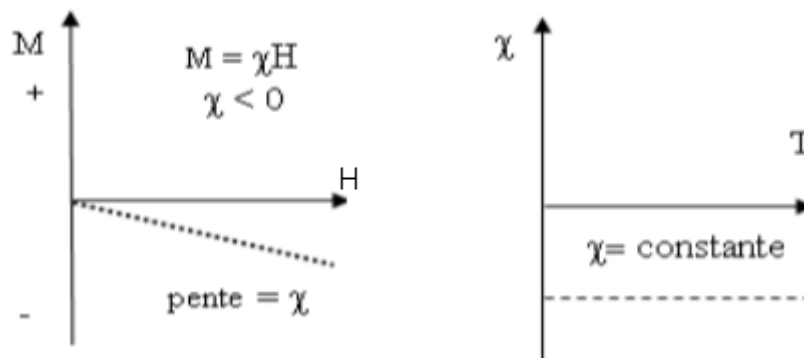


Figure 0.6 : Evolution de l'aimantation (M) en fonction du champ magnétique appliqué (H) pour un matériau diamagnétique et évolution de la susceptibilité (χ) en fonction de la température (T) [3].

Notons que lorsque le champ est zéro, l'aimantation est nulle. Ces matériaux sont caractérisés en général par une perméabilité magnétique relative $\mu_r < 1$ et des valeurs de la susceptibilité comprises entre 10^{-5} et 10^{-6} .

1.4.2 Matériaux paramagnétiques

Lorsqu'il existe dans la substance des porteurs de moment magnétique permanent, d'autres effets magnétiques se superposent au diamagnétisme, le cas le plus simple et celui où l'on peut

considérer les différents moments élémentaires comme n'interagissant pas entre eux, mais seulement avec le champ magnétique appliqué, il s'agit alors du paramagnétisme.

Dans cette classe de matériaux, il existe un moment magnétique permanent en raison des électrons non appariés dans des couches électroniques partiellement remplies [1-5]. Toutefois, les moments magnétiques individuels (élémentaires) sont orientés au hasard, et l'aimantation est nulle lorsque le champ est supprimé. Dans le cas échéant, les moments magnétiques atomiques tendent à s'aligner le long du champ, créant ainsi une aimantation qui vient renforcer l'action du champ appliqué avec une susceptibilité positive.

En outre, l'efficacité du champ magnétique dans l'alignement des moments magnétiques est combattue par les effets de la température (agitation thermique). Il en résulte une susceptibilité dépendant de la température, connue sous le nom de loi de Curie :

$$\chi = \frac{C}{T} \quad (0.7)$$

Où C est la constante de Curie et T est la température

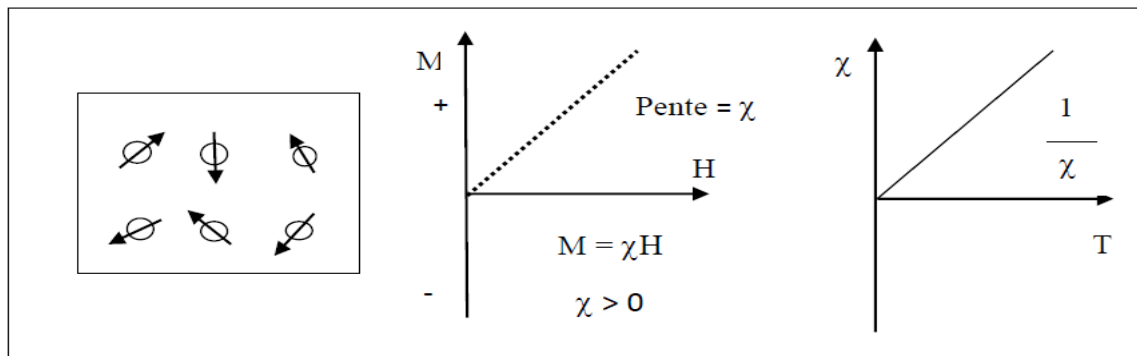


Figure 0.7 : Evolution de l'aimantation (M) en fonction du champ magnétique appliqué (H) pour un matériau paramagnétique et évolution de la susceptibilité (χ) en fonction de la température (T)

À des températures normales et dans des domaines de champs magnétiques modérés, la susceptibilité paramagnétique est petite ($10^{-3} - 10^{-5}$) mais, plus grande que dans le cas des substances diamagnétiques. À moins que la température soit très basse ($T \ll 100$ K) ou que le champ soit très élevé, la susceptibilité paramagnétique est indépendante du champ appliqué (figure 1.7).

Ces matériaux sont caractérisés en général par une perméabilité magnétique relative $\mu_r > 1$.

On retrouve parmi les substances paramagnétiques : l'acide nitrique, l'ozone et un grand nombre de métaux (platine, potassium, sodium, aluminium...) [2].

1.4.3 Matériaux ferromagnétiques

Dans cette famille de matériaux les moments atomiques présentent une très forte interaction. Ces interactions d'échange quantique donnent naissance à un alignement parallèle ou antiparallèle des moments magnétiques atomiques.

Les interactions d'échanges sont très grandes, de l'ordre de 1000 Tesla, soit environ 1100 millions de fois la force du champ terrestre.

L'interaction d'échange est un phénomène quantique dû à l'orientation relative des orbitales électroniques atomiques. Les matériaux ferromagnétiques présentent un alignement parallèle des moments, conduisant à une forte aimantation même en absence d'un champ magnétique (aimantation spontanée).

L'existence d'une aimantation spontanée, conduisait Pierre Weiss à supposer qu'il existe des interactions entre porteurs élémentaires de moments et qu'elles équivalaient à un champ magnétique fictif, appelé champ moléculaire, proportionnel à l'aimantation

$\vec{H}_m = \alpha \vec{M}$ qui vient s'ajouter au champ appliqué: c'est ce qu'on appelle le ferromagnétisme.

- champ et aimantation de même sens ($\chi > 0$ et élevée)

- comportement essentiellement non linéaire (χ non constant avec H)

Les propriétés des corps ferromagnétiques dépendent beaucoup de la température.

Généralement, l'aimantation à saturation prend à la température $T = 0 \text{ } ^\circ\text{K}$ une valeur maximale M_{S_0} correspondant au parallélisme des moments élémentaires, décroît régulièrement à mesure que la température s'élève et s'annule à une certaine température T_c , appelée température de Curie ou simplement point de Curie ferromagnétique (figure 1.8)

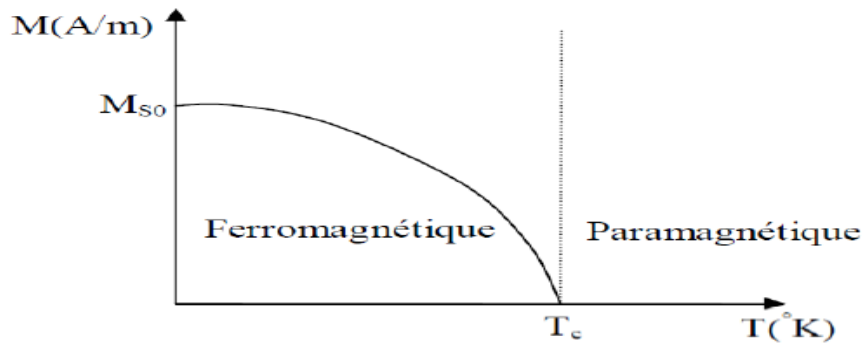


Figure 0.8 L'effet de la température sur l'aimantation à saturation d'un corps ferromagnétique.

1.5 POLARISATION DES MATERIAUX FERROMAGNETIQUES

1.5.1 Organisation en domaines

1.5.1.1 Les domaines élémentaires de Weiss

Comment expliquons-nous la nécessité d'un champ extérieur pour aimanter un ferromagnétique si ce dernier possède sa propre aimantation ?

La réponse a été formulée par le physicien français Pierre Weiss en 1907. En effet, les moments magnétiques de chaque matériau se regroupent dans des volumes qui s'appellent "domaines". Les domaines possédant une orientation aléatoire annulent le champ macroscopique.

A montré que tous les moments magnétiques de chaque matériau, tendent à se subdiviser en volumes élémentaires qu'on appelle domaines élémentaires de Weiss selon leurs différentes orientations (figure 1.9) dans lesquels les aimantations spontanées de tous les atomes sont orientées dans la même direction.

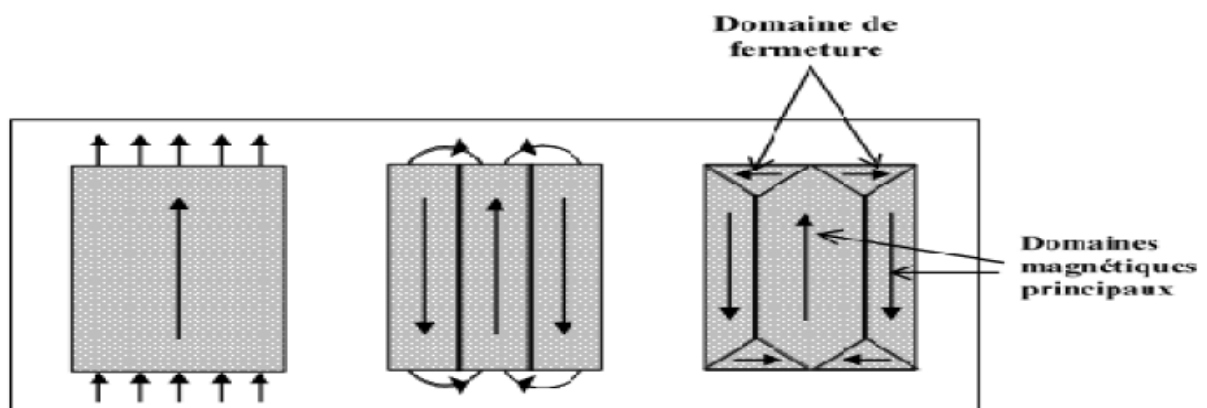


Figure 0.9: Présentation des domaines dans le matériau ferromagnétique.

Celle-ci varie d'un domaine à l'autre de sorte qu'en champ nul, l'aimantation moyenne de la substance est nulle. L'ordre de grandeur est de quelques dizaines de nanomètres à quelques centaines de microns (voir quelques millimètres).

La variation d'aimantation avec le champ correspond alors à une réorientation de l'aimantation de ces divers domaines dans le sens du champ

1.5.1.2 Les parois de Bloch

La structure en domaines précédemment décrite, engendre l'apparition de zones de transitions entre les domaines voisins où les moments magnétiques basculent d'une orientation vers une autre (figure 1.10). La transition entre l'orientation d'un domaine et celle d'un domaine voisin n'est pas brutale mais se fait de manière progressive.

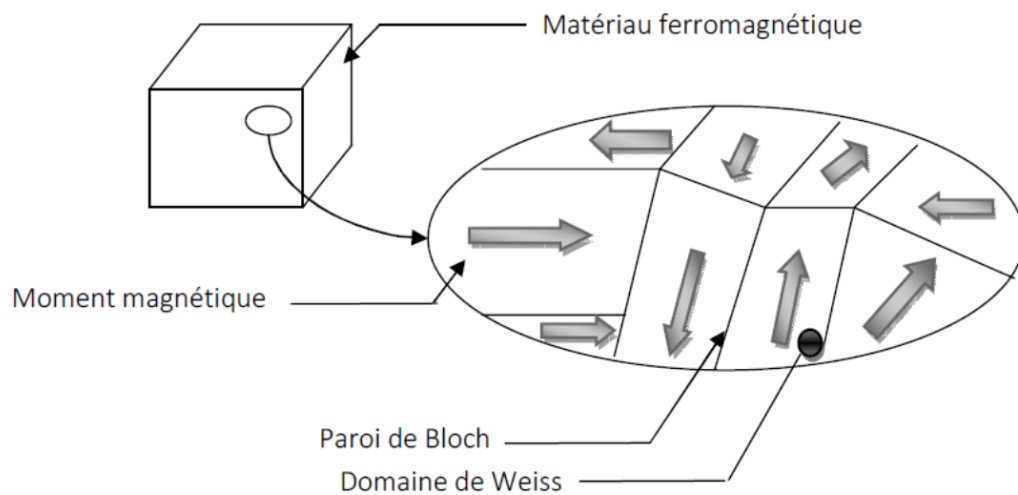


Figure 0.10 : Organisation en domaines.

On peut donc imaginer une subdivision de ces domaines et l'apparition de parois (figure 1.11). Cela fait appel à une énergie compensant celle qui devrait être à l'extérieur si tous les moments étaient alignés.

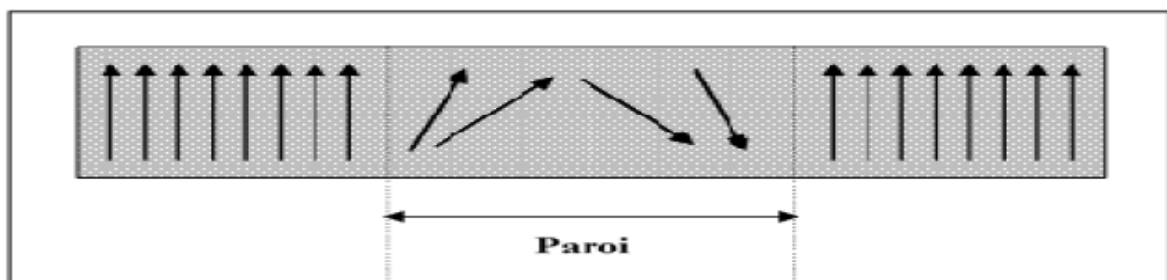


Figure 0.11: La paroi de Bloch

Les parois ont une épaisseur de l'ordre de quelques centaines d'Angström. A l'intérieur de la paroi, le changement d'orientation de l'aimantation se fait quasi continûment.

Les moments des différents domaines étant dirigés dans toutes les directions, l'aimantation macroscopique globale est alors nulle, ceci malgré l'aimantation spontanée à saturation de chaque domaine pris séparément. Pour obtenir une aimantation macroscopique, un champ appliqué est alors indispensable.

En effet, sous un champ magnétique, tous les domaines dont l'orientation est proche de celle du champ se trouvent favorisés énergiquement : leurs parois se déplacent, les domaines orientés dans le sens du champ croissent au détriment des autres.

En outre, les moments des autres domaines tentent de s'orienter dans la même direction que le champ appliqué.

Ces phénomènes contribuent à l'aimantation macroscopique du matériau, ceci dans le même sens que le champ excitant. Si on augmente davantage ce dernier, la substance tend alors vers un domaine unique, et l'aimantation tend à la saturation.

Les principaux matériaux ferromagnétiques sont le fer, le cobalt, le nickel, le gadolinium, et leurs alliages. Il faut toutefois signaler que certains alliages de fer ne sont pratiquement pas ferromagnétiques, tels que l'alliage 80% *fer*, 12% *Mn* et l'alliage 68% *Fe* 32% *Ni* qui se comportent comme des matériaux paramagnétiques. Il en est d'ailleurs de même pour tous les matériaux ferromagnétiques au-dessus d'une température dite "de Curie" exemple : ($TC: fer = 770^\circ, Ni = 358^\circ, Co = 127^\circ$).

Par contre, certains alliages comme l'alliage 61% *Cu*, 23,5% *Mn*, 15% *Al* sont fortement ferromagnétiques alors que, tous les constituants pris séparément, ne possèdent pas des propriétés ferromagnétiques.

1.5.2 Courbe de première aimantation

Sous l'action d'un champ magnétique croissant :

- *les domaines magnétiques dont l'orientation est voisine de celle de H croissent aux*

dépens de ceux dont l'orientation est opposée à celle de *H*.

- *les parois de Bloch se déplacent.*

A la limite, lorsque le champ magnétique extérieur atteint une valeur critique H_s , le monocristal n'est plus constitué que d'un seul domaine ferromagnétique, dont l'orientation est la même que celle de H ; l'induction atteint alors une valeur maximale, M_s appelée moment de saturation.

La figure ci-dessous (figure 1.12) présente la courbe de première aimantation,

D'après la figure on distingue 03 régions principales : région de saturation, coude de saturation, région linéaire.

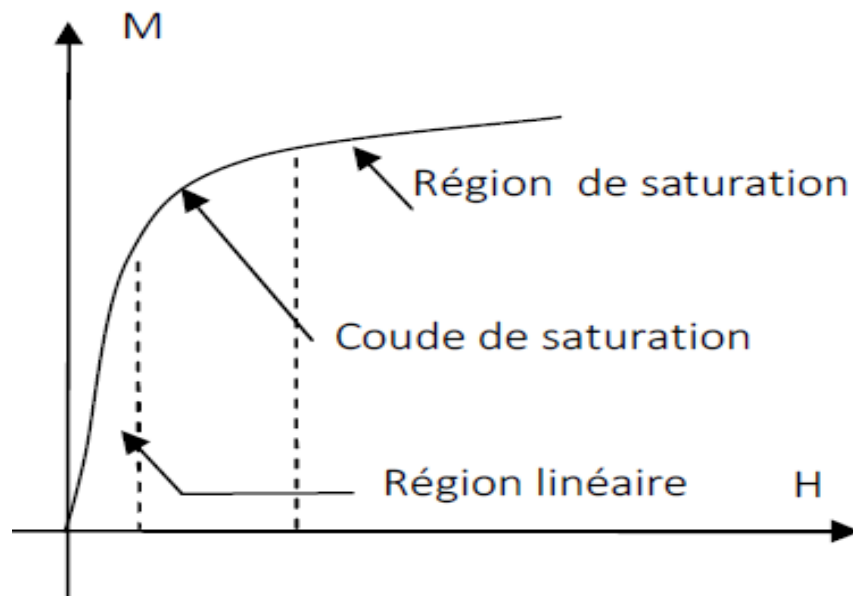


Figure 0.12 : Courbe de 1ère aimantation d'un matériau ferromagnétique.

L'arrangement des moments en domaines varie tout au long de la courbe d'aimantation. Pour en rendre compte, il est commode de diviser arbitrairement et de façon très artificielle cette courbe en trois parties correspondant chacune à des processus d'aimantation distincts. C'est l'arrangement en domaines qui est caractéristique de chaque partie, et par conséquent la plage de variation de l'aimantation, même si on met en avant, la plupart du temps, le niveau d'excitation utilisé pour l'obtenir.

1.5.2.1 Le domaine de l'aimantation initiale ou des champs *faibles* ($J/J_s < 0,1$ & $H \ll HC$)

Le milieu comporte de nombreux domaines séparés par des parois de Bloch plus au moins rigides. Sous l'effet du champ H appliqué, les parois se déplacent un peu ou se déforment un peu, sans qu'il y ait bouleversement de la structure en domaines.

La modification d'aimantation sous l'effet du champ H appliqué ne concerne en réalité qu'une fraction volumique réduite du matériau.

Dans ce domaine des champs faibles, qu'on appelle aussi domaine de Rayleigh, du nom du grand physicien anglais qui en a énoncé les lois d'aimantation, l'expérience montre que l'effet statistique du champ appliqué sur le système des parois de Bloch n'est déjà pas simple. Dans tous les cas il existe de l'hystérésis, un phénomène sur lequel on va revenir abondamment. Quand on part d'un état désaimanté, et qu'on applique au matériau un champ H régulièrement croissant, sa polarisation magnétique moyenne dans la direction du champ appliqué augmente suivant une loi parabolique

$$\hat{J} = U_0 (\chi \hat{H} + v \hat{H}^2) \quad (0.8)$$

Dans cette expression χ et v sont deux constantes ; $\chi \hat{H}$ désigne la partie réversible de l'aimantation obtenue dans le champ \hat{H} et \hat{H}^2 la partie irréversible.

1.5.2.2 Les champs forts ($J/J_s > 0,9$)

La plupart des parois de Bloch ont disparu. Chaque cristal est alors un vaste domaine où l'aimantation quitte progressivement la direction de facile aimantation la plus favorable pour se rapprocher de la direction du champ appliqué en luttant contre les forces d'anisotropie magnéto-cristalline. Quelques domaines de fermeture subsistent longtemps toutefois au voisinage immédiat des défauts du réseau (les impuretés, les joints de grains) essentiellement à cause de champs démagnétisant locaux, et cela jusqu'à des valeurs élevées du champ appliqué :

$$(U_0 \hat{H} \sim 0.2 \text{ à } 0.5 J_s).$$

Les mécanismes de rotation des moments étant essentiellement réversibles, il est important de noter que la polarisation magnétique $J(H)$ dans le domaine des champs forts ne dépend que de la valeur du champ H appliqué et non pas de ses variations antérieures. Il n'y a donc plus d'hystérésis.

1.5.2.3 Les champs intermédiaires

Pour 80 ou 90 % de l'aimantation possible, les processus de déplacement et de déformation des parois de Bloch sur de grandes distances, allant jusqu'à une réorganisation complète des domaines, restent les mécanismes dominants. Il est courant d'observer des parois à peine mobiles alors que d'autres franchissent rapidement des distances considérables.

Dans cette plage d'aimantation moyenne, les processus d'aimantation irréversibles prennent une importance considérable. Si, à partir d'un état de polarisation moyenne $J(H)$ obtenu par valeurs croissantes du champ d'excitation H et représenté par le point p , on applique un petit accroissement du champ d'excitation ΔH également positif, on observe un accroissement de la polarisation :

$$\Delta J = U_0(\chi_r + \chi_i)\Delta H \quad (0.9)$$

alors que si ΔH est de signe contraire aux variations précédentes, on obtient :

$$\Delta J = U_0\chi_r \Delta H \quad (0.10)$$

χ_r , χ_i et $(\chi_r + \chi_i)$ définis par ces formules désignent respectivement les susceptibilités différentielles réversible, irréversible et totale au point considéré.

Contrairement à ce qui se passe dans le domaine de Rayleigh, χ_r et χ_i sont du même ordre de grandeur, et aucun formalisme simple ne rend compte de leurs variations dans le domaine envisagé.

1.5.3 Cycle d'hystérésis

1.5.3.1 Définition et origine

C'est un fait d'expérience évident : quand on mesure les variations d'aimantation d'un matériau, on constate que le résultat acquis dépend non seulement des conditions expérimentales utilisées (le champ d'excitation, la température, la pression, etc...) mais aussi de tous les états d'aimantation antérieurs. Les matériaux magnétiques gardent la mémoire de tous leurs états d'aimantation antérieurs par l'intermédiaire des domaines élémentaires. C'est J-A. Ewing, un expérimentateur remarquable, qui a montré ce comportement spécifique dans le cas du fer, et qui l'a appelé "hystérésis".

L'hystérésis est particulièrement évidente quand l'échantillon est soumis à un champ d'excitation cyclique, lentement variable entre $+\hat{H}$ et $-\hat{H}$. Le point représentatif de l'état magnétique décrit alors un cycle qu'on appelle le cycle d'hystérésis (figure 1.10).

Le cycle d'hystérésis est toujours parcouru dans le même sens, comme si l'effet (ici la polarisation magnétique) était toujours en retard sur la cause (ici la variation du champ d'excitation H), même en régime quasi-statique. En régime d'excitation dynamique d'autres causes de retard peuvent s'ajouter (les courants induits par exemple dans les matériaux conducteurs) tendant à accroître le retard de l'effet par rapport à la cause, et tendant par

conséquent à augmenter la largeur du cycle d'hystérésis. Le cycle d'hystérésis varie donc avec le mode d'excitation utilisé. Il ne peut être considéré comme une caractéristique du matériau.

Pour chaque cycle d'hystérésis décrit entre $+\hat{H}$ et $-\hat{H}$, l'expérience permet de définir au moins deux paramètres remarquables (figure 1.11).

1.5.3.2 Processus

Courbe AB : Lorsque l'intensité du champ H diminue pour atteindre une valeur nulle, les domaines magnétiques ont tendance à réapparaître ; toutefois, puisque le déplacement des parois de Bloch n'est pas instantané à cause de l'anisotropie magnétique, une induction non nulle Br , se manifeste dans le matériau (point B, figure 1.13). Cette valeur Br est appelée induction rémanente.

Courbe BC : lorsque le champ H est de sens opposé à celui de champ de première aimantation pour que l'induction soit nulle.

La valeur H_c : c'est le champ coercitif, il correspond à la valeur où le champ magnétique est nulle (point C, figure 1.13).

Courbe CD : lorsque l'intensité du champ H croît, l'induction atteint de nouveau la valeur maximale B_s .

Courbe DEFA : lorsqu'on change le sens du champ et qu'on fait varier son intensité.

Courbe ABCDEFA : boucle d'hystérésis ou cycle d'hystérésis ; dont les paramètres caractéristiques sont les grandeurs B_s, Br et H_c

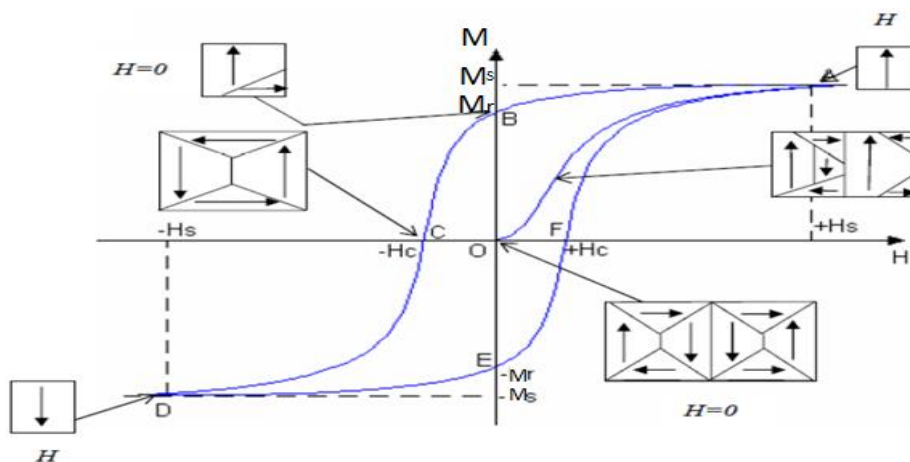


Figure 1.13 : Courbe de première aimantation (OA) et cycle d'hystérésis (ABCDEFA) d'un matériau ferromagnétique.

1.6 CLASSIFICATION DES MATERIAUX FERROMAGNETIQUES

1.6.1 Les matériaux magnétiques doux

Un bon matériau métallique doux, doit présenter :

- Une aimantation qui croît rapidement avec le champ appliqué.
- Une perméabilité magnétique très élevée.
- Un cycle d'hystérésis très étroit, donc un champ coercitif très réduit.

Ces matériaux sont généralement très utilisés, dans les applications où il est nécessaire de guider le flux magnétique (transformateurs et moteurs). On en cite :

Les aciers électriques, les alliages *FeNi* et *FeCo*, les ferrites, les matériaux amorphes.

1.6.2 Les matériaux magnétiques durs

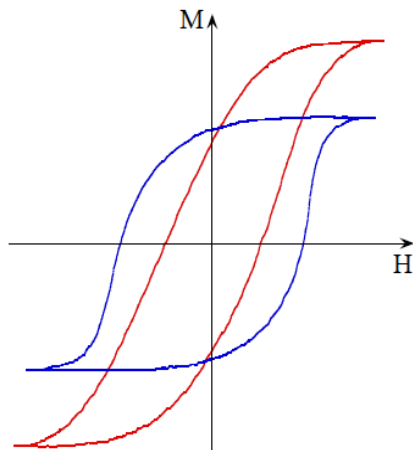
Ils possèdent :

- Une aimantation qui croît lentement avec le champ appliqué.
- MR plutôt faible.
- H_c plutôt élevé démagnétisation difficile : application aux aimants permanents.
- Surface du cycle d'hystérésis est assez importantes.

Parmi les matériaux magnétiques durs on a :

- Matériaux céramiques : ferrites durs.
- Alliages à base de Fer- Nickel- Aluminium (Alnico).

Matériaux durs



Cycle d'hystérésis large.

Grande aimantation rémanente.

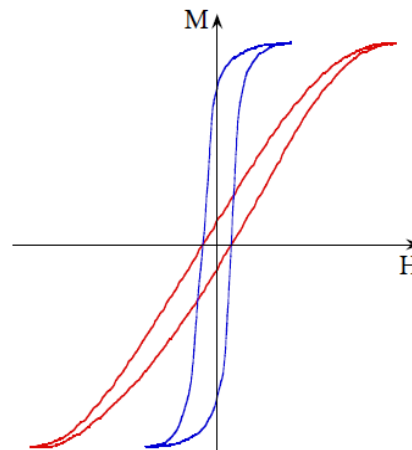
$H_c > 10'000$ A/m.

Ils sont surtout utilisés pour :

la fabrication d'aimants permanents.

Exemple : Sm-Co, $B_r=0,8$ T, $H_c=500$ kA/m.

Matériaux doux



Cycle d'hystérésis étroit.

$H_c < 1'000$ A/m.

Ils sont utilisés dans les moteurs et les.

Circuits magnétiques des transformateurs.

Exemple : FeSi, $B_r=1,4$ T, $H_c=8$ A/m.

Figure 0.14 : Classification comparative des matériaux ferromagnétiques.

1.6.3 Principaux types de matériaux ferromagnétiques doux usuels

Il existe deux principaux types de matériaux ferromagnétiques doux permettant de limiter les courants de Foucault dans les applications où l'induction est variable :

- les matériaux faits de tôles isolées.
- les matériaux faits de poudre de fer dont les particules sont isolées.

Les premiers sont les plus répandus dans les applications à basse fréquence qui représentent la plus grande partie du marché en termes de tonnage. Généralement ils sont à base de fer, de silicium, de Nickel et de Cobalt (plus d'autres éléments additionnels, dans la réalisation des alliages afin d'être économique et performants) qui sont les trois principaux éléments simples ferromagnétiques à l'état naturel.

Les seconds sont les plus utilisés aux fréquences élevées. Dans les filtres des étapes continus et dans les culasses de rotor à aimants, les matériaux massifs peuvent être utilisés (généralement des aciers faiblement alliés).

Les matériaux ferromagnétiques doux usuels peuvent être classés en fonction de leur structure et de leurs constituants suivant le diagramme de la (figure 1.15).

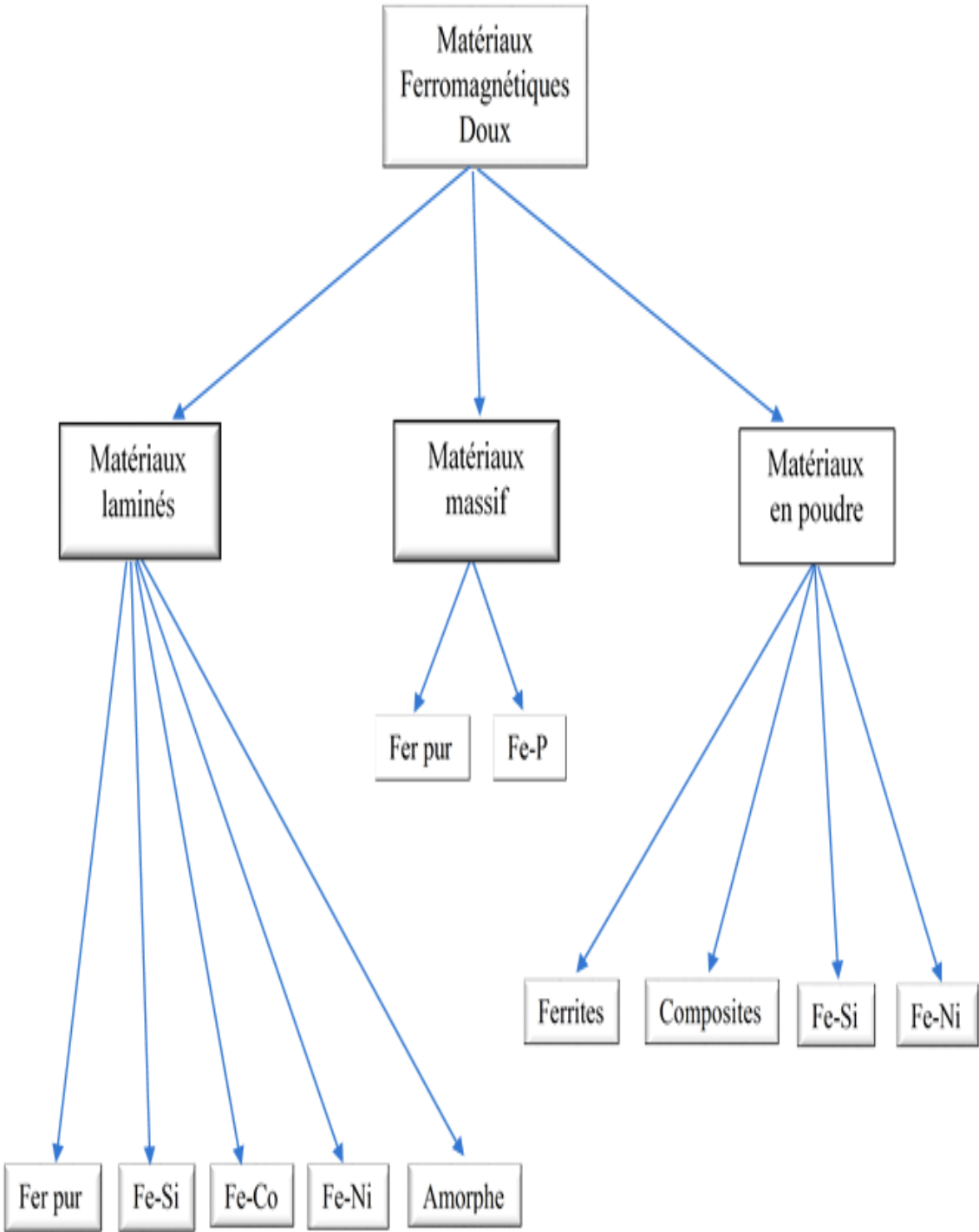


Figure 0.15: Classification des principaux types de matériaux ferromagnétiques doux.

1.6.4 Antiferromagnétisme

Dans le cas des matériaux antiferromagnétiques, les moments magnétiques interagissent entre eux, mais ces substances sont constituées en général de deux réseaux magnétiques dont les moments magnétiques sont couplés antiparallèlement. Les aimantations des deux réseaux se compensent et les matériaux antiferromagnétiques ne présentent pas d'aimantation macroscopique.

Les matériaux antiferromagnétiques ont également une rémanence nulle, pas d'hystérésis, mais une susceptibilité faible et positive qui varie d'une manière particulière avec la température comme s'est illustré dans la (figure 1.16). La clé de l'antiferromagnétisme est le comportement de la susceptibilité au-dessous d'une température critique, la température de Néel (T_N). En dessus de la température de Néel, la susceptibilité suit la loi de Curie – Weiss :

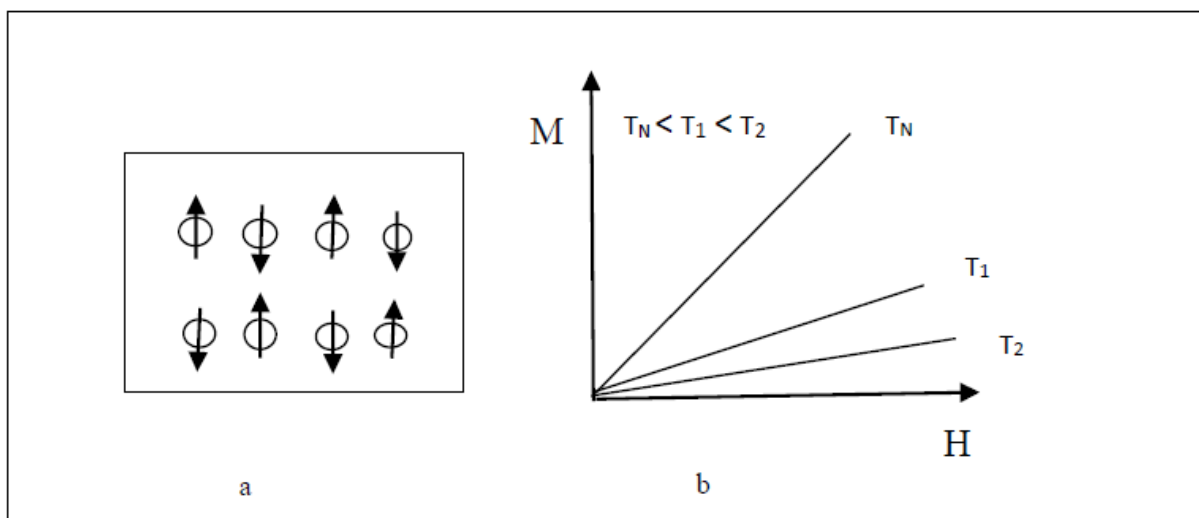


Figure 0.16: Illustration schématique des deux sous-réseaux d'un matériau antiferromagnétique couplé antiparallèlement (a), évolution de l'aimantation en fonction de la température (b).

1.6.5 Ferrimagnétisme

Des formes les plus complexes d'ordre magnétique peuvent se produire en raison de signe de couplage d'échange et la valeur de l'aimantation des sous-réseaux magnétiques. Dans les ferrimagnétiques, les moments magnétiques des sous-réseaux A et B ne sont pas égaux, l'interaction d'échange est négative, comme dans les antiferromagnétiques et le comportement magnétique se traduit par une aimantation spontanée similaire au ferromagnétiques.

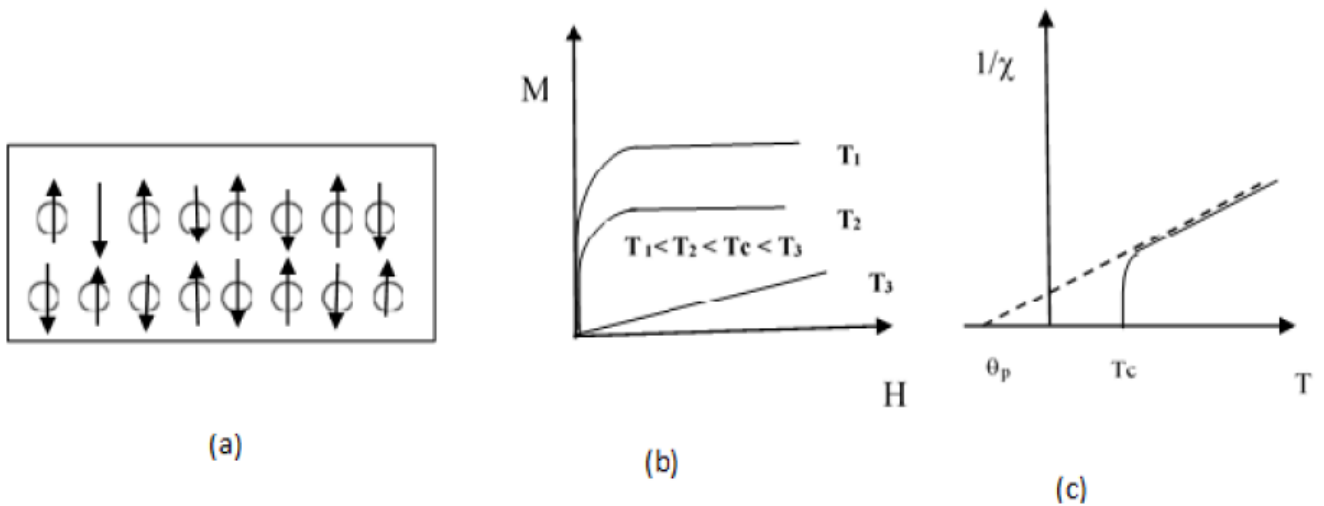


Figure 0.9: Structure magnétique d'un matériau ferrimagnétique (a), évolution de l'aimantation en fonction de la température (b) et évolution de la susceptibilité magnétique en fonction de la température (c).

Le ferrimagnétisme présente donc des similitudes avec le ferromagnétisme. Les matériaux ferrimagnétiques présentent de nombreuses caractéristiques des matériaux ferromagnétiques : aimantation spontanée, température d'ordre, hystérésis et rémanence. Toutefois, ferro-et ferrimagnétiques sont très différents au niveau de l'ordre magnétique.

Par exemple, l'évolution de $1/\chi$ pour les ferrimagnétiques présente une augmentation rapide au voisinage de la température de Curie (figure 1.18 (c)). Quant aux ferrites dures elles répondent actuellement à plus de la moitié des besoins industriels [7] bien que leur aimantation rémanente soit modeste. Elles sont utilisables dans la fermeture magnétique des portes, dans les mémoires à tore magnétique, etc.

1.7 APPLICATION DU MAGNETISME

D'une façon générale, les applications du magnétisme se répartissent dans trois grands domaines, [8] :

- *L'énergie tant au sa production (générateurs), son transport (transformateurs) que de son utilisation (moteurs, actionneurs...).*
- *Les télécommunications (radiodiffusion, télévision, téléphonie...).*
- *L'information (lecteur, écriture, support d'enregistrement (bandes et disques magnétiques), capteurs*

CHAPITRE 2 : CARACTERISATION PAR VSM

2.1 INTRODUCTION :

Le VSM est un instrument scientifique qui mesure les propriétés magnétiques, il a été inventé en 1955 par Simon Foner au Lincoln Laboratory du MIT. En 1959, Un échantillon est placé dans un champ magnétique uniforme pour le magnétiser, ensuite il a été soumis à des vibrations physiquement sinusoïdales typiquement grâce à l'utilisation d'un matériau piézo-électrique [9].

Cette technique est utilisée dans notre étude.

2.2 MESURES PAR MAGNETOMETRE A ECHANTILLON VIBRANT :

Le magnétomètre à échantillon vibrant (VSM) est basé sur la mesure de la variation d'induction magnétique d'un solénoïde due à la présence de l'échantillon. Cela implique la mesure de la tension induite dans une bobine de détection par le changement du flux magnétique, lorsque l'on fait varier le champ magnétique extérieur ou la position de l'échantillon (figure 2.1).

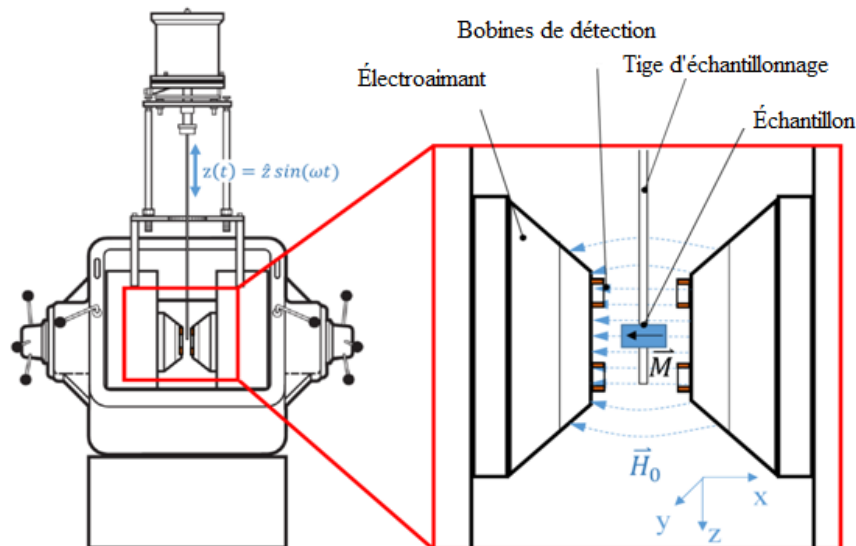


Figure 2.1 : Schéma de configuration de VSM.

Le VSM est basé sur la loi de Faraday qui dit qu'une force électromagnétique est générée dans une bobine quand il y a un changement à travers la bobine. Dans l'installation de mesure,

un échantillon magnétique se déplace dans la proximité de deux bobines détectrices comme est indiqué dans la figure 2.2



Figure 2.2 : VSM (Vibrating Sample Magnetometer)

2.3 PARAMETRES INFLUANT SUR L'AIMANTATION MAGNETIQUE :

Les paramètres influant sur la variation de l'aimantation (M) sont :

- le champ magnétique.
- l'angle du champ.
- la température de l'échantillon.

Les objets magnétiques produisent un champ magnétique qui les entoure. Si ce dernier varie par un changement de la bobine, ce qui génère une tension au niveau des bornes de la bobine.

2.3.1 Le champ magnétique

L'électro-aimant entourant l'échantillon et la collecte des bobines permet de mesurer l'aimantation en fonction du champ magnétique.

Le champ est déterminé par :

- Courant maximum à travers l'électro-aimant.
- Pôle électro-bouchon conique.
- Bouchon espacement des poteaux électroaimant.
- Taille de l'électroaimant.
- Nombre d'enroulements dans les bobines.

La série *VSMs* EV est disponible dans différentes configurations, avec différentes tailles des électro-aimants qui peuvent atteindre différents domaines maximaux.

2.3.2 Angle champ

Pour mesurer l'effet des champs provenant d'angles différents sur l'échantillon, l'angle (relative) de la matière en direction de l'échantillon peut être modifiée par :

- Rotation de l'échantillon (fait sur un modèle VSM standard)
- Rotation du champ (fait sur un modèle de VSM à haute performance)

2.3.3 Température de l'échantillon

Pour mesurer l'effet de la température sur la magnétisation de l'échantillon, la température de l'échantillon peut être modifiée en plaçant l'échantillon dans un cryostat ou four. Ceci nécessite un matériel en option (une chambre à température unique que couvre à la fois et de températures « froides » « à chaud » dans une gamme continue avec l'utilisation d'Azote liquide, argon ou l'azote gaz.)

2.4 DEMAGNETISATION DU MATERIAU

2.4.1 Courbe de démagnétisation

La courbe de démagnétisation d'un matériau ferromagnétique est déterminée en plaçant le matériau magnétique dans un système fermé et en créant un champ magnétique à l'aide d'une bobine, ce qui magnétise d'abord le matériau jusqu'à saturation (+H) et le démagnétise ensuite (-H).

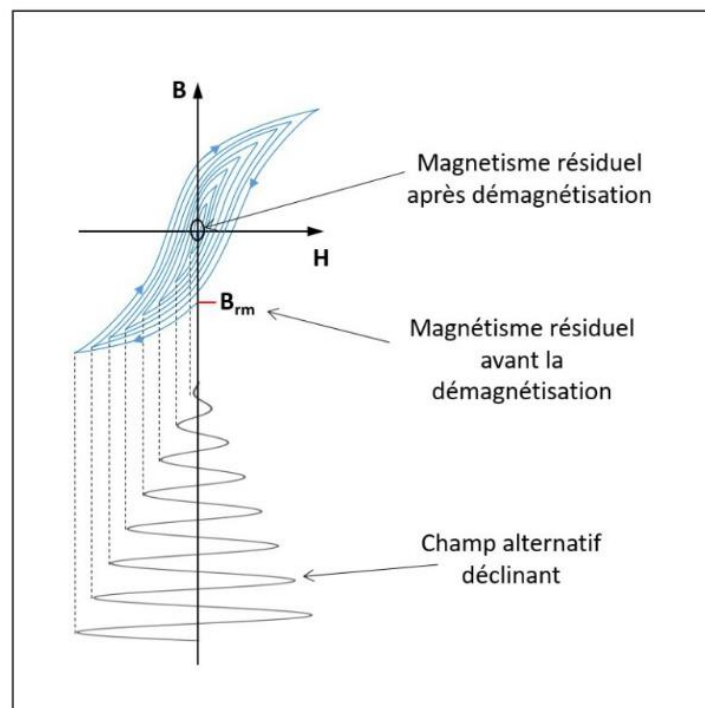


Figure 2.3 : La courbe de démagnétisation d'un matériau magnétique

2.4.2 Étape de démagnétisation

Les matériaux ferromagnétiques peuvent être démagnétisés selon les trois méthodes suivantes :

- **Chauffage par rapport à la température de Curie :**
La température de Curie dépend de l'alliage. Pour les aciers industriels, il est d'environ 500°C à 800°C. Conversion du ferromagnétisme au paramagnétisme).
- **Vibrations :**
Réorientation des domaines magnétiques en raison de l'énergie vibratoire.
- **Inversion de la polarité par un champ magnétique alternatif :**

La distribution aléatoire des domaines magnétiques (dans la plupart des cas, la méthode de choix).

2.4.3 Moyens de Démagnétisation

Il existe plusieurs façons pour démagnétiser un matériau, telles que :

- 1- Chauffage de l'échantillon au-dessus de la température de Curie.
- 2- Filage de l'échantillon dans un champ DC décroissant.
- 3- Démagnétisation alternatif au moyen d'un champ alternatif décroissant appliqué par un électro-aimant.
- 4- Démagnétisation alternatif au moyen de l'application d'une série de champs de décroissante *polarité alternée*. *Reportez-vous à l'illustration*.

On notera que le type de démagnétisation peut avoir une influence significative sur la forme de cycle de première aimantation.

2.5 DIFFERENTES COURBES DE VSM

Les types de mesure qu'on peut obtenir à l'aide d'un VSM sont les suivants :

- Courbe de la première aimantation.
- Cycle d'hystérésis.
- IRM.
- Démagnétisation (DC).
- Rémanence angulaire (ARM).
- Rémanence.
- Balayage de la température.
- Couple.
- Mesures manuelles.

Ces mesures peuvent être réalisées individuellement et certains d'entre eux peuvent être automatiquement combinés en une seule mesure.

Par exemple, la Courbe de la première aimantation, IRM, Mesures DCD et de l'hystérésis peut être faite tous ensemble comme un « regroupement » de mesure.

2.5.1 Cycle d'hystérésis

Les mesures magnétiques peuvent être déterminées à partir du cycle d'hystérésis. Le cycle d'hystérésis est une mesure magnétique de l'aimantation en fonction du champ appliqué.

Les paramètres les plus importants dans un cycle d'hystérésis sont représentés dans la figure suivante :

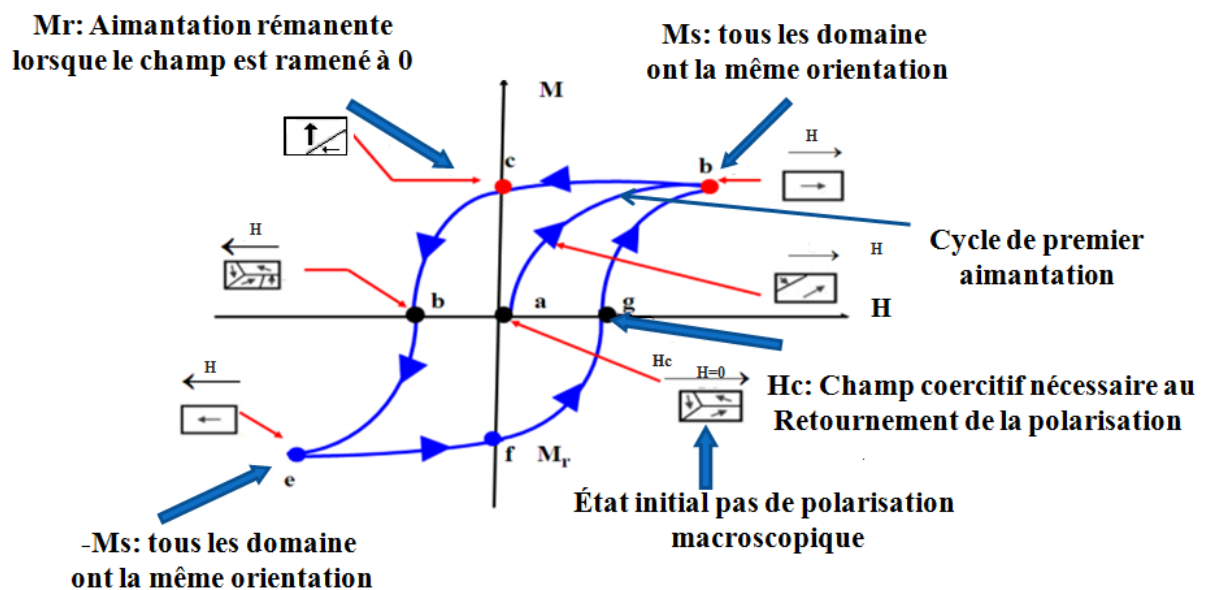


Figure 2.4 : Courbe de cycle d'Hystérésis

2.4.1.1 Paramètres du cycle d'hystérésis

Les paramètres qu'on peut obtenir du cycle d'hystérésis par VSM sont nombreux, on va focaliser l'étude sur les paramètres suivant :

- **Hc** est le champ coercitif, le champ auquel la courbe croise suivant l'axe horizontal. Le logiciel calculera le **Hc** pour la boucle de bas et de haut et calculera également la moyenne $(Hc_{up} + Hc_{down})/2$. Puisque Hc_{min} est négatif, ceci donnera la moyenne.
- **Perm à 90% du Hc** est la mesure de la perméabilité magnétique à 90% du champ appliqué.
- **Perm_{max}** est la valeur maximum du dérivé dM/dH de la courbe entière.

- La courbe de première aimantation qui permet d'accéder à la perméabilité relative initiale du matériau,
- La valeur H_s du champ de saturation qui aligne tous les domaines de Weiss dans une même direction),
- La valeur M_s de l'aimantation à saturation traduit la capacité du matériau à canaliser une densité plus ou moins élevée du flux extérieur
- L'aire de la courbe d'hystérésis permet de mesurer les pertes magnétiques statiques.
- La valeur M_r de l'induction rémanente est la valeur d'aimantation mesurée après saturation à champ nul.

La forme du diagramme du M-H dépend de la mobilité des parois de Bloch, et L'application d'un champ H fait augmenté l'énergie des moments magnétiques. Qui entraîne une diminution du volume de ces domaines. $B = \mu_0 H + l \gg \gg \gg B_{sat} = \lim(B - \mu_0 H)$

2.6 CONCLUSION

Dans ce chapitre on a bien traité avec détaille l'outil primordiale de travail dans cette étude qui consiste sur le VSM (Vibrating Sample Magnetometer), on a même identifié les différents types de mesure ainsi que les caractéristiques de base d'un VSM. D'autre part on a traité aussi les paramètres du cycle d'hystérésis qui sont les clés de cette étude.

CHAPITRE3 : la mécanosynthèse

3.1 INTRODUCTION

À l'état solide, et depuis, l'intérêt des chercheurs pour les transitions de phases induites par mécanosynthèse a grandi (actuellement 3 articles scientifiques sont publiés chaque jour dans ce domaine).

A partir du milieu des années 1980, un grand nombre de recherches ont été entreprises pour synthétiser une variété de phases stables et métastables, comme les solutions solides super saturées (SSSS), les phases cristallines, les phases intermédiaires quasi-cristallines, et les phases amorphes.

Dates importantes dans le développement de la mécanosynthèse :

1966 Développement des superalliages de nickel à durcissement par dispersion d'oxyde (ODS).

1981 Vitriification de composés intermétalliques.

1983 Vitriification à partir d'un mélange de poudres élémentaires.

1988 Synthèse de nanostructures.

1989 Observation de réactions de déplacement.

1990 Observation du désordre de composés intermétalliques.

3.2 ÉLABORATION DES NANOMATERIAUX

Les alliages utilisés dans notre étude ont été synthétisés par la technique mécanosynthèse.

3.2.1 Définition des nanomatériaux

Les nanomatériaux sont des matériaux dans lesquels la principale dimension de la microstructure est de l'ordre du nanomètre, c.-à-d. qu'une ou plusieurs de leurs caractéristiques locales, telles que l'orientation du réseau cristallin, la densité atomique ou la composition chimique varient à l'échelle nanométrique [14].

La notion de nanomatériaux a réellement émergé lorsque les céramistes et métallurgistes ont constaté que l'affinement de la microstructure de leurs matériaux modifiait leurs propriétés [15].

Ce type de matériaux à structure nanométrique, selon la taille des grains, 30 à 50 % du volume est occupé par les joints de grains ou interfaces [15]. Ceci conduit à des propriétés spécifiques, ou à des propriétés différentes de celles des matériaux classiques à grains micrométriques. Ces changements concernent aussi bien les propriétés mécaniques, optiques, magnétiques et électriques [14].

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

- L'effet de confinement des grains.
- La multiplication des surfaces et interfaces et des propriétés qui leur sont liées.
- L'intensification des interactions entre composants lorsque l'échelle du mélange devient plus faible ; mono-domaine.

3.2.2 Mécanosynthèse

Les matériaux nanostructurés sont obtenus par une très large palette de méthodes physiques, chimiques et mécaniques. Pour ces dernières, il s'agit essentiellement de la mécanosynthèse. Pour la production des nanoparticules en grande quantité. La recristallisation des rubans amorphes et le broyage mécanique semblent utilisables [15].

3.2.2.1 Broyage mécanique

Dans cette technique, des poudres élémentaires ou pré alliées sont déformées plastiquement, mélangées et déformées plastiquement de nouveau [12,13].

3.2.2.2 Broyeur planétaire

Le broyeur planétaire est l'un des plus populaire dans la mécanosynthèse, ce broyeur de haute énergie est composé d'un disque sur lequel sont fixées des jarres, le disque tourne dans une direction et les jarres dans la direction opposée (à la différence du broyeur planétaire simple ou le plateau et les jarres tournent dans la même direction).[16]

L'intérêt de ce broyeur réside dans le fait que la jarre et le disque tournent dans des directions opposées, les forces centrifuges générées par le disque et la jarre, s'ajoute une fois et se retranche une autre fois, donc les billes restent sur les parois (effet de friction sur la poudre), et après elles volent vers l'autre côté de la jarre frappant la poudre (effet d'impact).

Chaque jarre peut contenir quelques centaines de grammes, et la vitesse peut atteindre 360tr/mn [1,2].

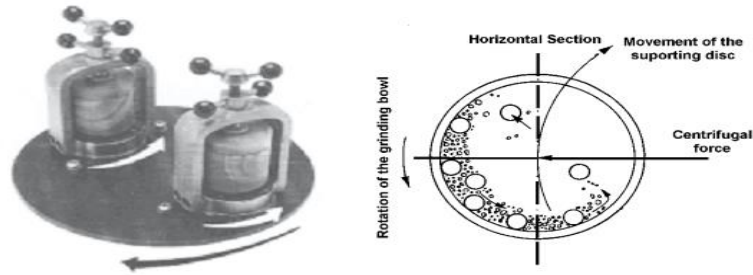


Figure 3.1 : broyeur planétaire

Les facteurs influents sur la mécanosynthèse :

La progression et le produit final de la mécanosynthèse sont affectés par un nombre de paramètres, comme les paramètres du broyeur (type du broyeur, énergie d'impact, le rapport BPR, la vitesse du broyeur, la taille des billes, la température, l'atmosphère, la contamination, le degré de remplissage, le temps de broyage). [16]

3.3 PARAMETRES DU BROYEUR

Parmi les paramètres du broyeur on s'intéresse au paramètre suivant :

3.3.1.1 Le temps de broyage

Le temps nécessaire pour obtenir le produit final dépend du type de broyeur, du BPR, de la vitesse, et de la température, il est préférable de broyer juste le temps nécessaire pour l'obtention du produit souhaité, et pas plus pour minimiser les contaminations. De façon générale, le temps nécessaire au broyage est court pour les broyeurs à haute énergie, et long pour les broyeurs à faible énergie [2].

3.4 TYPES DE MATERIAUX NANOSTRUCTURES

Les matériaux nanostructurés peuvent être classifiés selon différents critères :

La dimensionnalité apparaît dans la littérature comme le critère le plus pertinent. Il convient de distinguer 4 grandes classes de nanomatériaux (figure 1.1) en fonction de la dimensionnalité [12 14].

Dimension 0 : cette classe de nanomatériaux recouvre les nanoparticules de dimension inférieures à la centaine de nanomètres (Des amas d'atomes (\approx milliers) jusqu'à la nano particule ($\approx 10^6$ atomes)).

Dimension 1 : nous retrouvons dans les fibres ultrafines, les nanotubes. Le diamètre de ces objets est de quelques dizaines de nanomètres.

Dimension 2 : ce sont les dépôts. Nous retrouvons dans cette catégorie les couches simples et multiples modulées selon une ou deux dimensions.

Dimension 3 : les nanomatériaux massifs constituent cette classe. Nous y ajouterons également les poudres microniques nanostructures essentiellement produites par des procédés mécaniques de type mécanosynthèse.

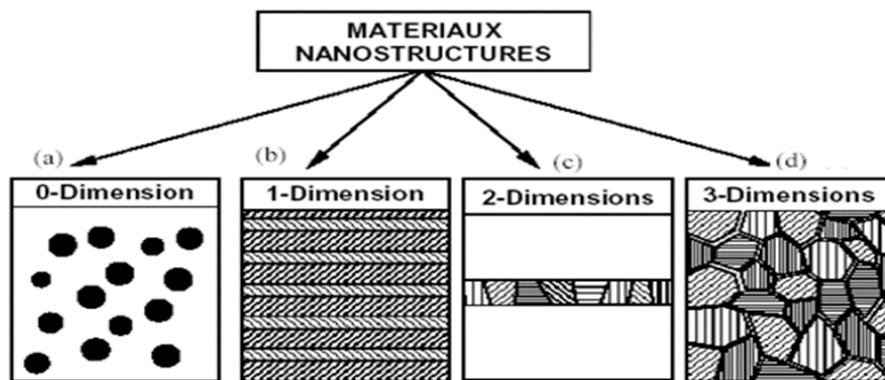


Figure 3.2: Représentation des quatre types de matériaux nanostructurés, d'après Siegel .

- (a) nanoparticules ou amas d'atomes.
- (b). multicouches constituées de couche d'épaisseur nanométrique.
- (c) couches simples nanostructurées.
- (d) matériaux nanostructurés à 3D [13].

La caractéristique essentielle des nanoparticules repose sur leur très importante surface spécifique. Autrement dit, le rapport particulièrement important « nombre d'atomes en surface / nombre d'atomes total de l'agrégat ». La (figure 3.6) permet de réaliser cette spécificité.

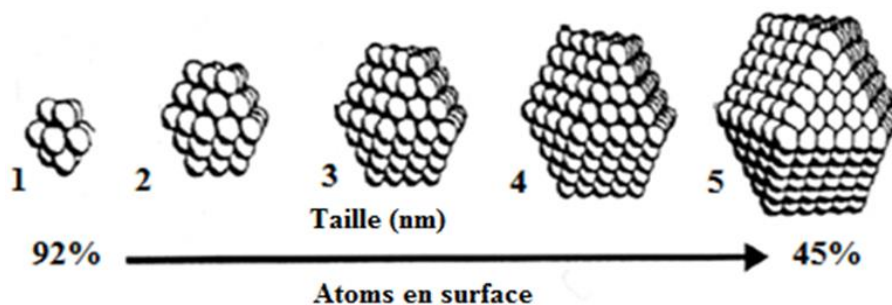


Figure 3.3 : Proportion des atomes en surface en fonction de la taille de l'agrégat [15].

Pour les nanomatériaux massifs (3D), la dimension très petite des cristallites conduit à une fraction volumique très importante des joints de grains. Ceci est indiqué dans la (figure 3.7).

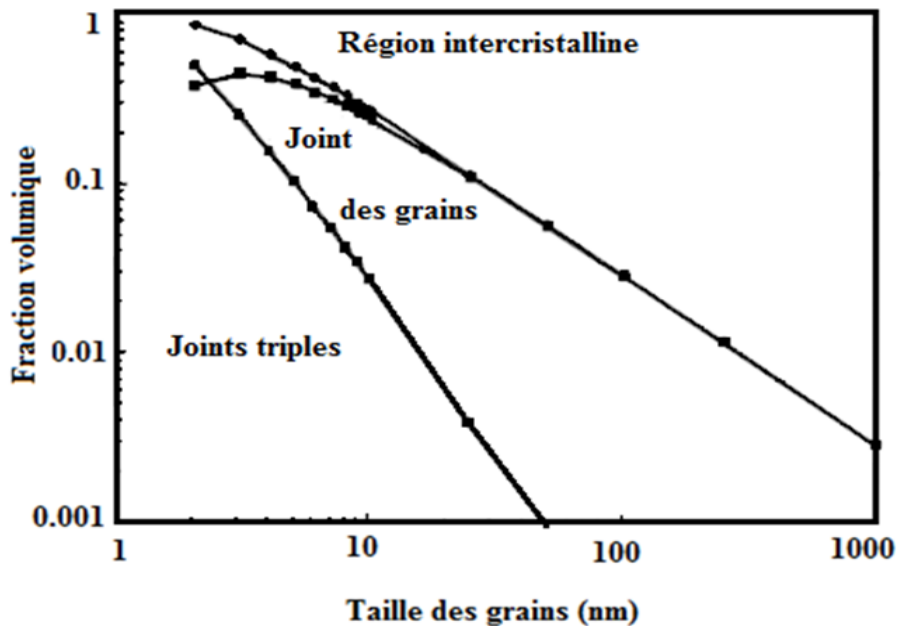


Figure 3.4 : Fraction volumique des joints de grains en fonction de la taille des grains [15].

Une spécificité a été récemment mise en évidence pour ces nanomatériaux. Il s'agit de nanoporosité ou encore de nano-volume libre. Selon les auteurs de cette référence [15], pour trois conditions d'élaboration, une porosité représentant 2 % du volume total a été détectée. Il est bien évident qu'avec ce nouvel éclairage, les modifications observées, en particulier dans le domaine du comportement mécanique peuvent être expliquées plus facilement.

3.5 CLASSIFICATION DES NANOMATERIAUX

Les nanomatériaux peuvent contenir des phases cristallines, des phases quasi cristallines ou des phases amorphes. La taille des cristallites est de l'ordre du nanomètre au moins dans une direction. On peut distinguer trois types de matériaux nanostructuré [1] :

1-Les lamellaires : ce type de cristaux possèdent une structure nanocristalline, couche par couche dans une seule direction.

2-Les filamenteuses : sont des matériaux nanostructurés dans deux des trois directions.

3-Les cristallites : est un matériau où la structure est celle des nano-cristaux dans trois directions.

3.6 DIFFERENTS DEFAUTS STRUCTURAUX

Il existe différents types de défauts selon leur dimension, parmi lesquels on peut citer :

- défauts de dimension 0: sont des défauts ponctuels, les atomes interstitiels (figure 3.8);
- défauts de dimension 1: linéaire, par exemple les dislocations.
- défauts de dimension 2: sont des défauts surfaciques ; joint de grain, joint de macle, défaut d'empilement, etc.
- défauts de dimension 3 : sont des défauts volumiques ; pores, précipités, macles.

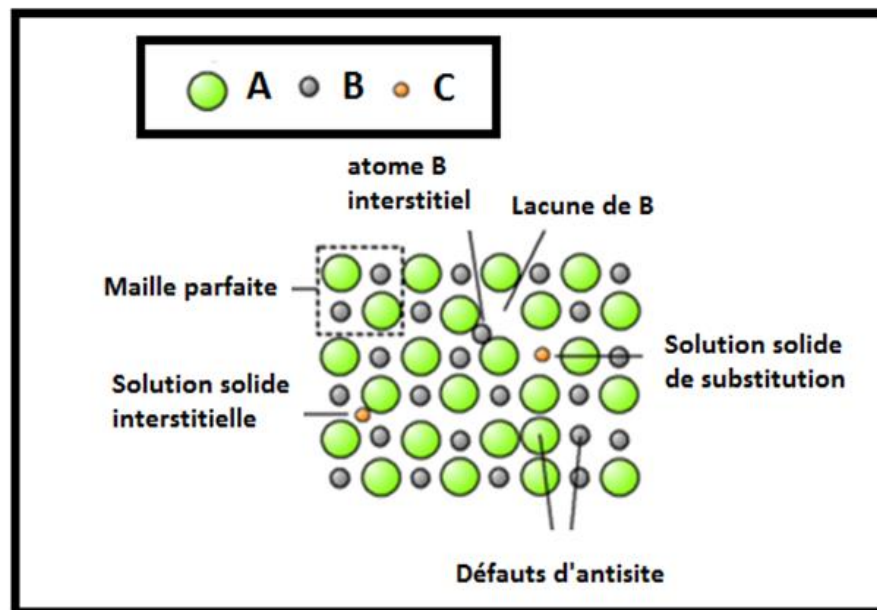


Figure 3.5 : Exemple de défauts ponctuels dans un cristal ordonné AB [1].

Quand la taille des grains devient nanométrique, le type et l'importance relative des défauts changent par rapport à ceux des matériaux poly-cristallins classiques. A côté des changements d'orientation cristallographie entre grains voisins, les grains des nanomatériaux peuvent différer, les uns des autres, par leur structure atomique et leur composition chimique.

Les joints de grain et les joints triples (colonnes de rencontre de trois grains) sont les défauts prédominants du fait de la forte fraction des atomes, qui leur est associée [1].

3.6.1 Stade initial

Durant ce stade, des particules de 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 de particules. Pour les systèmes ductiles-ductiles, une structure lamellaire avec une séparation claire entre les différents éléments se développe au début du broyage [12].

3.6.2 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 ductiles-ductiles. Les processus de fracture et de soudage sont dominants à 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 [13].

3.6.3 Stade final

Un affinement considérable et une diminution de la taille des grains sont évidents à ce stade. La microstructure paraît plus homogène à l'échelle macroscopique que celle des stades précédents. Aucune structure lamellaire n'est observée et l'alliage est déjà formé. Ce dernier à une composition identique à celle du mélange initial dont la taille des grains est de l'ordre de quelques nanomètres. Ce stade est caractérisé par un équilibre entre les processus de fracture et de soudage. Sachant que les forces de liaisons des particules de poudre 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* [12].

$$\sigma = \sigma_0 + kD^{-1/2} \quad (3.1)$$

Où σ : contrainte minimale nécessaire pour déformer plastiquement un matériau,

σ_0 : contrainte initiale ;

K : constante dépendant du matériau ;

D : taille moyenne des grains.

En se basant sur ces différents éléments nécessaires pour réaliser une mécanosynthèse, différents types de broyeurs ont été développés. Lors du broyage, les particules de poudre s'écrasent entre billes-billes où billes-parois des jarres puis s'allongent sous l'effet de la pression. L'énergie transférée à la poudre au cours des chocs produit des déformations importantes accompagnées du phénomène de durcissement et d'élévation de la température locale. Cette élévation peut être significative et favorise certaines transformations.

Il a été montré l'existence de deux seuils énergétiques au cours des chocs billes-billes ou billes-parois. 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 (fracture et soudure).

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 [15].

3.7 MECANISMES DE LA MECANOSYNTHESE

Le procédé de la mécanosynthèse consiste à mettre des poudres élémentaires ou pré-alliées dans une jarre et les soumettre à une lourde déformation plastique, durant ce processus, les particules de poudre sont aplaties, soudées à froid, fracturées, et ressoudées, le processus de soudure froide et de fracture dépend surtout des caractéristiques de déformation des poudres initiales.

Le premier impact de la bille sur une poudre métallique ductile l'aplatit et la durci. La déformation plastique sévère augmente le ratio surface/volume et enlève les films de surface dus aux contaminations.

Les particules de poudres intermétalliques fragiles, se fracture et leur taille diminue.

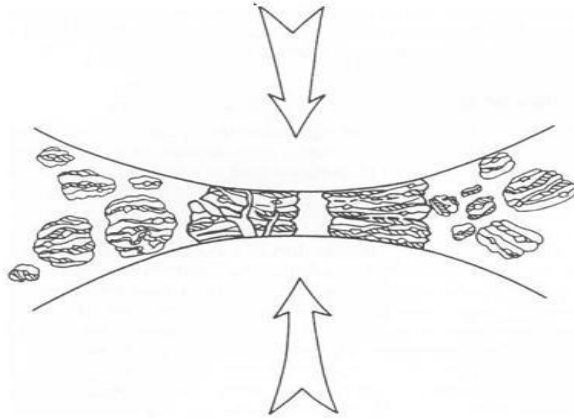


Figure 3.6 : Les différents stades du processus.

3.7.1 Premier stade du processus

Lors du premier stade du processus, les particules de poudres ductiles sont aplaties, et forment des composites lamellaires, la taille de ces composites varie entre quelques micromètres, et quelques centaines de micromètres [13].

Comme c'est le début du processus, ce n'est pas toutes les particules de poudres qui s'aplatissent et forment des composites.

La composition chimique des différentes particules composites varie considérablement entre une particule et une autre, et même à l'intérieur d'une particule.

3.7.2 Stade intermédiaire

La soudure froide et la fracture continues pour donner lieu à un raffinement microstructural.

A ce stade, les particules sont des lamelles complexes.

Le nombre de défauts cristallins (dislocations, lacunes, joints de grains...etc.) s'accroît avec le temps et fourni des chemins de diffusion (court-circuit, ou raccourcis).

Les impacts entre les billes, la poudre, et les parois de la jarre provoquent un échauffement de la poudre et facilitent encore plus la diffusion.

La formation de l'alliage (phases stables ou métastables) est due aux effets combinés de tous ces facteurs. Le raffinement de la microstructure continue, et la dispersion d'oxyde devient plus uniforme (dans le cas où on utilise la dispersion d'oxydes).

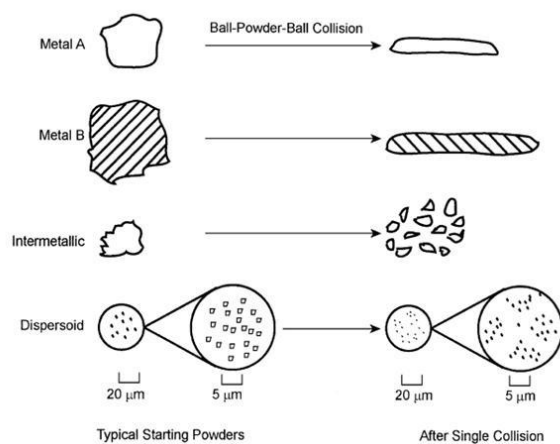


Figure 3.7 : Caractéristiques de déformation de différentes poudres après une collision billepoudre- bille, les métaux A et B sont ductiles.

3.7.3 Stade final du processus

A ce stade, les lamelles deviennent plus fines et plus complexes, et la composition de chaque particule approche celle du mélange initial. L'espace lamellaire est inférieur à $1 \mu\text{m}$, et la micro dureté des particules atteint un niveau de saturation dû à l'accumulation de l'énergie de déformation. A la fin de ce stade, les lamelles deviennent très fines, et la composition des particules est maintenant égale à la composition initiale du mélange. C'est ce qu'on appelle l'état stationnaire [8].

3.7.4 Les différentes configurations

3.7.4.1 Système ductile-ductile

Quand les deux composants sont ductiles, selon Benjamin et Volin [10] un équilibre entre déformation plastique, soudure froide, et fracture conduit au produit final.

La synthèse se divise en 5 étapes :

- Les poudres commencent à se mélanger, les particules malléables sont déformées en longues lamelles, tandis que les particules friables sont mélangées.
- C'est suivi par une augmentation du nombre de lamelles dû à la soudure froide, ces lamelles composites ont une structure orientée, et multicouche dans le cas de grosse particules.
- Les lamelles deviennent équiaxiales.
- L'orientation de la soudure dans les particules composites devient aléatoire et complexe.

– L'étape finale est caractérisée par une distribution granulométrique étroite, et la composition devient uniforme [6].

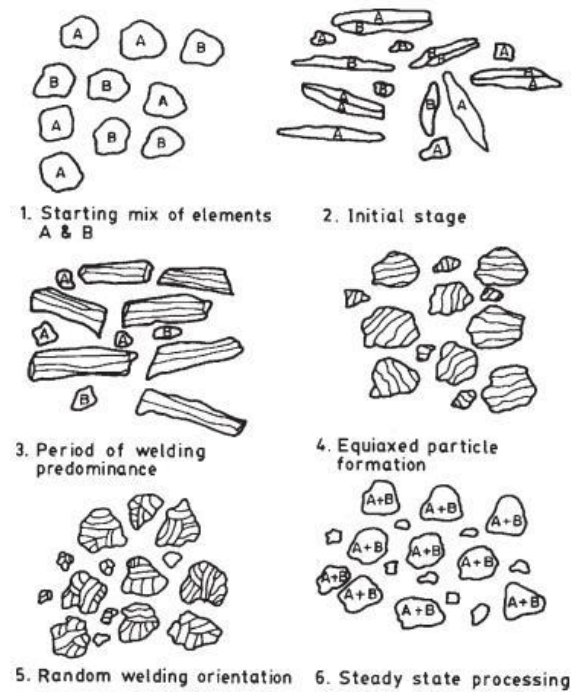


Figure 3.8 : Les différentes étapes du mécanisme pour un mélange de poudres ductile-ductile (R Soni)

Conclusion

On a traité dans ce chapitre les types et la classification des nanomatériaux, la mécanosynthèse et les facteurs qui influent sur elle ainsi que les différents types de broyage.

CHAPITRE4 : RESULTATS ET DISCUSSIONS

4.1 INTRODUCTION :

Ce chapitre est consacré à l'interprétation des résultats des caractérisations morphologique et microstructurale par Microscope électronique à balayage (MEB) de la poudre $(Fe_{65}Co_{35})$ et $(FeCo)_{90}Cr_{10}$ obtenu à différents temps de broyage.

Le procédé de broyage est accompagné par des séquences de (soudure – fracture) qui provoquent des déformations de particules.

ÉTUDE MICROSTRUCTURALE DE $(Fe_{65}Co_{35})$ ET $(Fe_{65}Co_{35})_{90}Cr_{10}$

Le Fe, Co, Cr sont des métaux ductiles, la déformation se fait de façon plastique avec apparition des particules allongé et de lamelles à cause des collisions entre les billes et la parois interne de la jarre.

Les figures 4.1 et 4.2 montrent l'évolution de la morphologie des nanostructures $(Fe_{65}Co_{35})$ et $(Fe_{65}Co_{35})_{90}Cr_{10}$ cette évolution est lié directement à la différence entre les propriétés mécaniques des éléments broyés. Lors de broyage, les particules de la poudre sont soumises au phénomène de soudage des fractures de façon répété ce qui conduit à la formation d'agrégats.

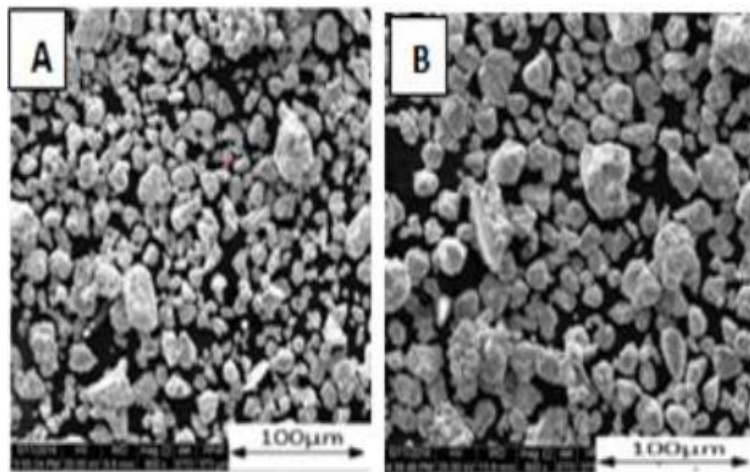


Figure 4.1: Morphologie des nano structures $(Fe_{65}Co_{35})_{90}Cr_{10}$.

A) après 24h

B) 36h de broyage.

On remarque que la taille moyenne des particules de l'alliage $Fe_{65}Co_{35}$ est plus grand par rapport a l'alliage $(Fe_{65}Co_{35})_{90}Cr_{10}$, cela est dû a l'ajout du chrome qui est un élément durcissant

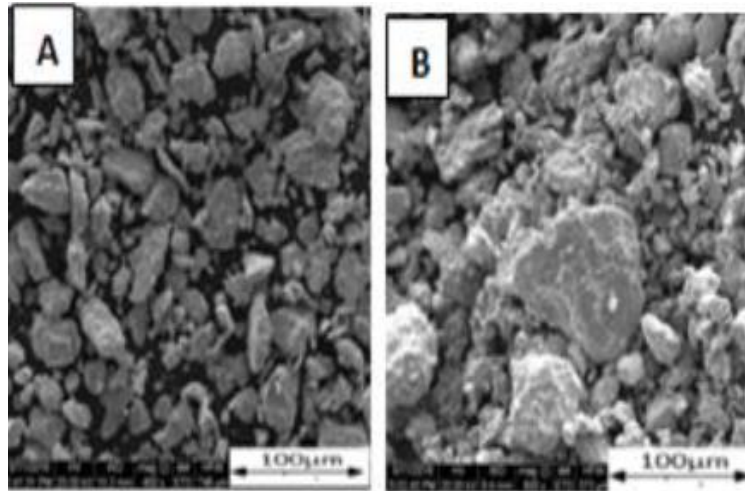


Figure 4.2: Morphologie des nano structures ($Fe_{65}Co_{35}$).

A) après 24h et B) 36h de broyage.

4.1.1 Cartographie de l'alliage $Fe_{65}Co_{35}$:

Une étude par MEB a été menée sur l'alliage $Fe_{65}Co_{35}$, afin de voir la distribution des différents éléments chimiques Fe et Co. La figure 4.3 montre la présence de tous les éléments chimiques présents dans cette alliage et que ces éléments sont distribués de manière homogène. La formation de l'alliage $Fe_{65}Co_{35}$ est semblé plus claire dans la microstructure.

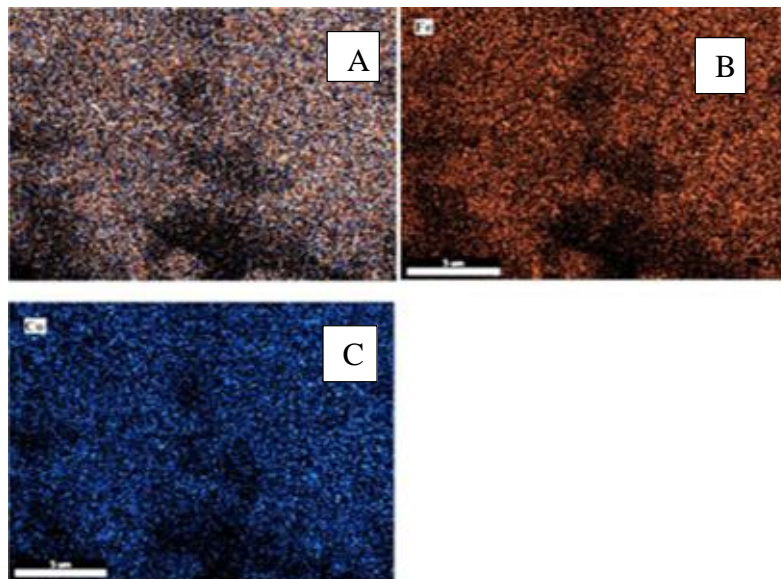


Figure 4.3: Cartographie de l'alliage $Fe_{65}Co_{35}$ après 36h de broyage.

A) Distribution des éléments Fe Co. B) distribution du Fe. C) distribution du Co

4.1.2 CARTOGRAPHIE DE L'ALLIAGE (Fe₆₅Co₃₅)₉₀Cr₁₀ :

Une étude par MEB a été menée sur l'alliage (Fe₆₅Co₃₅)₉₀Cr₁₀, afin de voir la distribution des différents éléments chimiques Fe, Co et Cr. La figure 4.4 montre la présence de tous les éléments chimiques présents dans cette alliage et que ces éléments sont distribués de manière homogène. La formation de l'alliage (Fe₆₅Co₃₅)₉₀Cr₁₀ est semblé plus claire dans la microstructure.

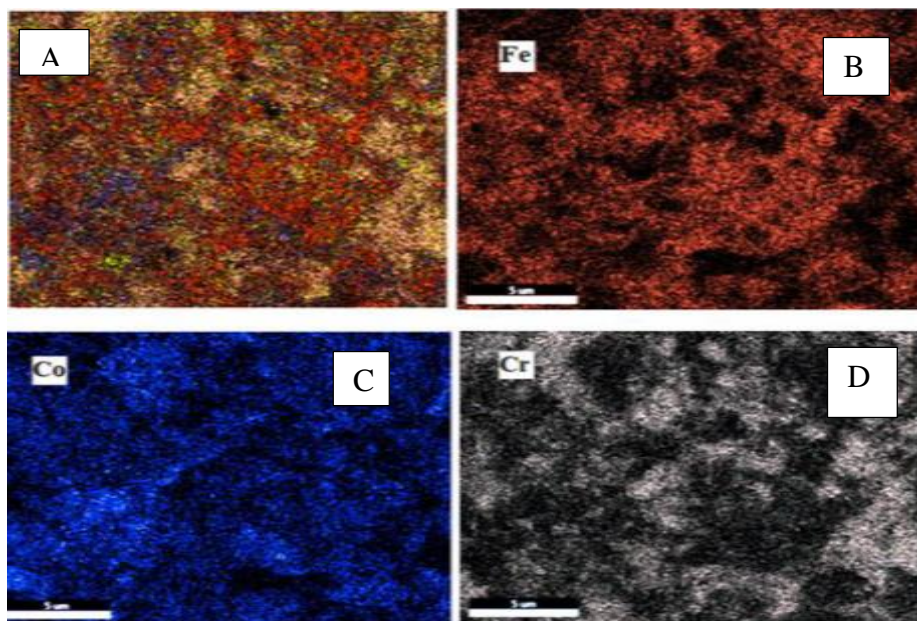


Figure 4.4 : Cartographie de l'alliage Fe₆₅Co₃₅Cr₁₀ après 36h de Broyage, A) distribution des éléments Fe Co Cr. B) distribution de l'élément Fe. C) distribution de l'élément Co. D) distribution de l'élément Cr

4.2 CARACTERISATION PAR VSM :

Pour compléter l'étude d'optimisation des paramètres magnétiques dans la caractérisation des matériaux (Fe, Co, Cr), nous avons réalisé des mesures magnétiques avec un VSM. Voici ci-dessous les résultats obtenus.

Dans la figure 4.5 ci-dessous, nous avons représenté les cycles d'hystérésis à température ambiante de l'alliage *Fe₆₅Co₃₅* après le broyage. Les cycles d'hystérésis obtenus montrent un comportement magnétique différent de la poudre.

On constate que tous les cycles sont saturés et que le mélange broyé pendant 36h a une saturation élevée, l'évolution des propriétés magnétiques peut être attribuée au changement de la morphologie et la taille des particules dû au mécanisme de la formation de l'alliage $Fe_{65}Co_{35}$.

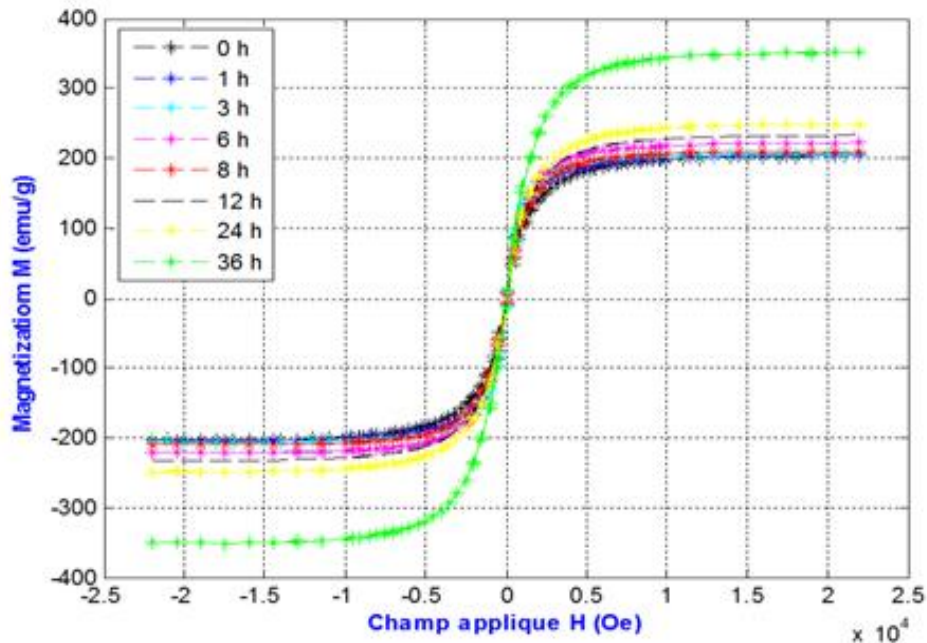


Figure 4.5: Variation de la Magnétisation en fonction du champ appliqué après différentes heures pour l'alliage $Fe_{65}Co_{35}$.

La Figure 4.6 montre les courbes de cycle d'hystérésis en fonction de temps de broyage obtenues pour l'alliage étudiés, $(Fe_{65}Co_{35})_{90}Cr_{10}$ et ce, pour différents temps de broyage. On constate que tous les cycles sont saturés et que le mélange broyé à 36h a une saturation élevée qui peut être attribuée au changement de la morphologie et la taille des particules dû au mécanisme de la formation de l'alliage $(Fe_{65}Co_{35})_{90}Cr_{10}$.

On remarque que le moment magnétique de $(Fe_{65}Co_{35})_{90}Cr_{10}$ est moins que l'alliage $Fe_{65}Co_{35}$, Cette différence est liée à l'ajout de Cr qui un élément paramagnétique qui a réduit le moment magnétique. Par exemple :

Lorsque $H=1$ (Oe) on remarque que l'alliage $Fe_{65}Co_{35}$ a atteint une Magnétisation maximale $M = 250$ (emu/g) alors que pour la même valeur de $H=1$ (Oe) la magnétisation Maximale de l'alliage $(Fe_{65}Co_{35})_{90}Cr_{10}$ a atteint la valeur de $M= 210$ (emu/g)

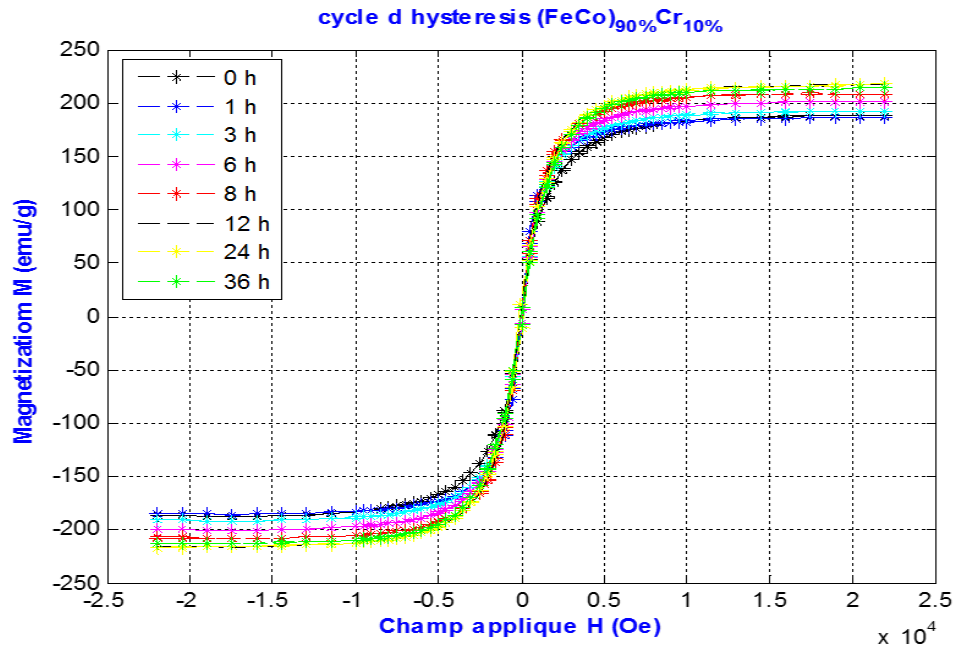


Figure 4.6: variation de la Magnétisation en fonction du champ appliqué pour l'alliage $(Fe_{65}Co_{35})_{90}Cr_{10}$ pour différents temps de broyage.

La figure 4.7 montre l'évolution de H_c de l'alliage $Fe_{65}Co_{35}$ et $(Fe_{65}Co_{35})_{90}Cr_{10}$ en fonction du temps de broyage. On remarque que la courbe de H_c pour les deux alliages suit la même allure mais avec les valeurs de H_c pour $(Fe_{65}Co_{35})_{90}Cr_{10}$ sont plus important par rapport à l'alliage $Fe_{65}Co_{35}$ à cause de l'ajout de Cr qui est un élément durcissant pour l'alliage $Fe_{65}Co_{35}$.

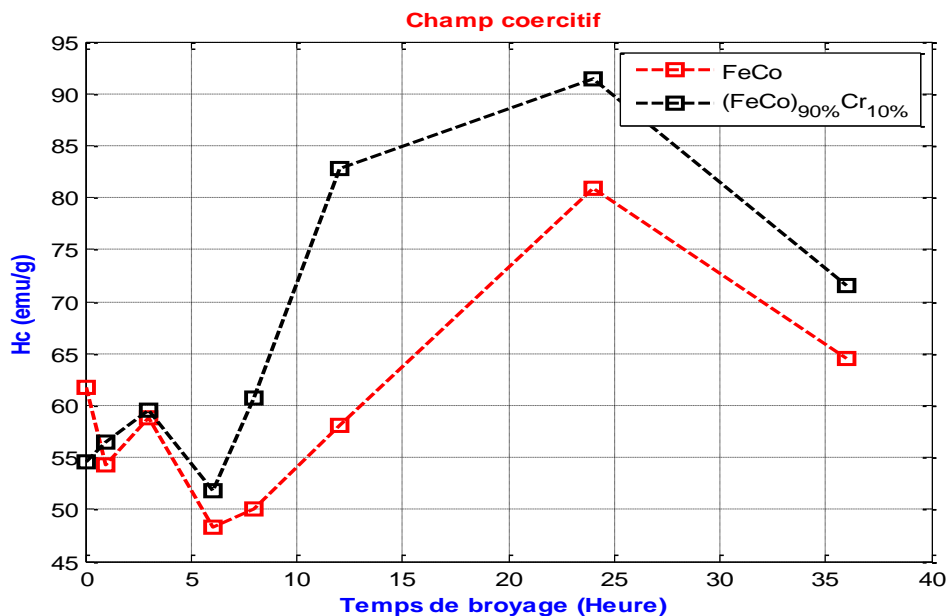


Figure 4.7 : variation de coercivité H_c en fonction du temps de broyage.

La figure 4.8 montre l'évolution de l'aimantation rémanente M_r de l'alliage $Fe_{65}Co_{35}$ et $(Fe_{65}Co_{35})_{90}Cr_{10}$ en fonction du temps de broyage. les comportements des nanosystèmes binaire ($Fe_{65}Co_{35}$) et ternaire ($(Fe_{65}Co_{35})_{90}Cr_{10}$) sont similaires avec un maximum autour de 24h.

Pour $t \leq 12h$, la courbe qui concerne le ternaire $(Fe_{65}Co_{35})_{90}Cr_{10}$ est erratique, contrairement à celle relative à $Fe_{65}Co_{35}$ qui diminue d'abord jusqu'à 6-8h et après augmente. Ces graphiques confirment donc l'influence des atomes Cr.

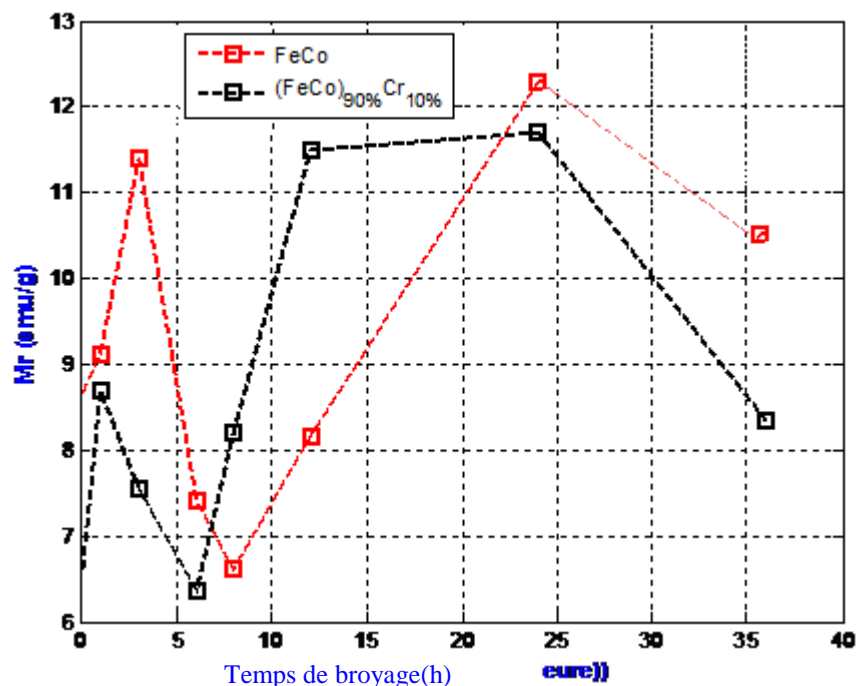


Figure 4.8 : variation de l'aimantation rémanente en fonction du temps de broyage.

Les propriétés magnétiques d'un système nano-structurés sont le résultat d'un compromis entre deux phénomènes qui occurent pendant le processus de broyage mécanique; le premier est la diminution de la tailles des cristallites à l'échelle nanométrique, tandis que le second est la déformation plastique qui apparaît, crée des contraintes, induit des défauts et enfin provoque leur détérioration partielle.

La figure 4.9 montre l'évolution de M_s de l'alliage $Fe_{65}Co_{35}$ et $(Fe_{65}Co_{35})_{90}Cr_{10}$ en fonction du temps de broyage. Pour le binaire ($Fe_{65}Co_{35}$) et le ternaire $(Fe_{65}Co_{35})_{90}Cr_{10}$, M_s admettent généralement la même forme globale qui est assez perturbées pour l'alliage $(Fe_{65}Co_{35})_{90}Cr_{10}$ aux début de broyage qui peut être caractérisé au d'anomalies métallurgiques qui est due à l'apparition de l'alliage.

Les valeurs élevées de M_s suggèrent que les deux alliages nanostructurés sont associés à des énergies magnétiques élevées, on peut conclure de ce fait qu'ils sont magnétiquement durs. - Concernant M_s plus spécifiquement, les courbes obtenues se manifestent par des tendances opposées, pour des segments de temps de broyage quasi-identiques; en effet, le premier minimum (maximum) de M_s pour le binaire correspond au premier maximum (minimum) de M_s pour le ternaire; de plus, au delà de leurs extrémums respectifs, le graphe est croissant pour le ternaire, avec une esquisse d'apparition de deuxième maximum à des temps de broyage

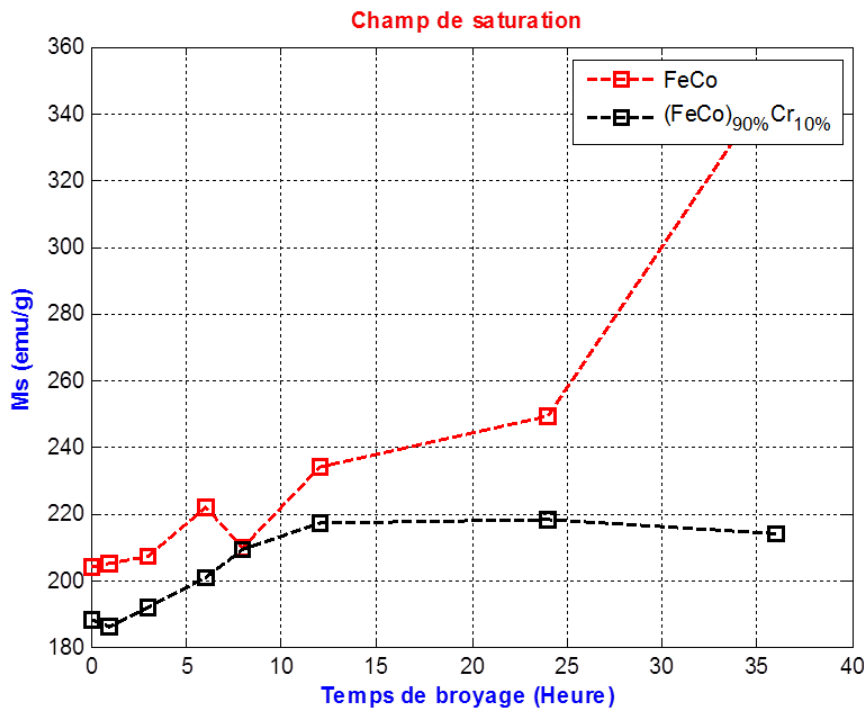


Figure 4.9: variation de M_s en fonction du temps de broyage.

La figure 4.10 montre l'évolution de perméabilité de l'alliage $Fe_{65}Co_{35}$ et $(Fe_{65}Co_{35})_{90}Cr_{10}$ en fonction du temps de broyage. Pour l'alliage binaire ($Fe_{65}Co_{35}$) et l'alliage ternaire $(Fe_{65}Co_{35})_{90}Cr_{10}$, la Perméabilité suit la même évolution.

Cette évolution est dû à la diminution de la taille des particules et à la formation de l'alliage $Fe_{65}Co_{35}$ et $(Fe_{65}Co_{35})_{90}Cr_{10}$, le moment magnétique atomique du FeCo est le plus élevé dans les alliages binaires (voir les courbes de Slater-Pauling). L'ajout du Cr comme élément non magnétique à l'alliage $(Fe_{65}Co_{35})_{90}Cr_{10}$ diminue sa perméabilité.

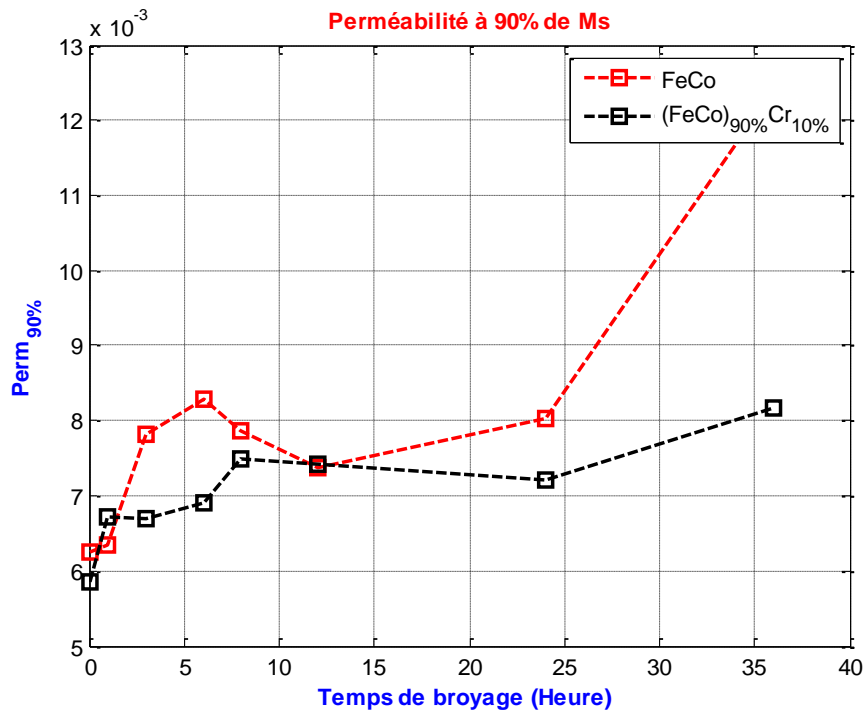


Figure 4.10: variation de la perméabilité maximal $Perm_{max}$ en fonction du temps de broyage.

CONCLUSION :

Dans ce chapitre nous avons observé que la forme de la courbe de cycle d'hystérésis dépend essentiellement du temps de broyage, ainsi que la nature et la distribution des différentes phases qui compose l'alliage.

CONCLUSION GENERAL

Dans ce travail Nous avons voulu optimiser les paramètres magnétiques fournis par le VSM, pour permettre une caractérisation optimale des matériaux. Le centre où j'ai effectué ce travail, développe les méthodes non destructives, de cela on a travaillé à améliorer l'interprétation des paramètres magnétiques fournis par le VSM et évaluer les matériaux sans recourir à des méthodes destructives tels que la DRX, MEB... Cette étude de l'optimisation des paramètres magnétiques par le VSM des alliages (Fe Co) et (Fe Co Cr) nous a permis d'obtenir les résultats suivants :

-L'utilisation des techniques telles que la mécanosynthèse à des alliages métalliques peut permettre la formation de matériaux avec des combinaisons de propriétés physiques de la structure.

-La mécanosynthèse est une méthode pratique pour la synthèse de nouveaux matériaux. Elle conduit à la formation d'alliages par des réactions à l'état solide, ce qui permet d'avoir des propriétés difficiles à obtenir par d'autres procédés.

- la forme du cycle d'hystérésis est influée par le temps de broyage. Les fluctuations des différentes phases et nanostructures sont quantifiées par le comportement du cycle d'hystérésis et donc par l'analyse judicieuse des paramètres.

- les résultats obtenus par les différents paramètres tels que la coercivité, saturation, rémanence, permettent de caractériser le matériau mais la relation avec l'évolution des matériaux nécessite de recourir à des méthodes destructives. La recherche permettrait dans un futur proche de déterminer l'état nano structural du matériau uniquement par des procédés non destructifs.

REFERENCES

- [1] G.Fortas: Microstructural and magnetic characterizations of CoFeCu electrodeposited in self-assembled mesoporous silicon, *Journal of Magnetic Materials*, 2015.
- [2] M.Hocine: The role of silicon on the microstructure and magnetic behaviour of nanostructured $(\text{Fe}_{0.7}\text{Co}_{0.3})_{100-x}\text{Si}_x$ powders, *journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2017.
- [3] L.Dekhil: Phase transformations and magnetic properties of ball-milled Fe-6P-1.7C powders, *Advanced powder Technology*, 2015.
- [3] E.Borody : *Electromagnétisme théorie et applications*, Presse de l'université du Québec.
- [4] H. Gie, J.P. Sarmant : *Electromagnétisme volume 2 Technique et documentation* Lavoisier.
- [5] A.Boukhachem : Physical investigations on perovskite LaMnO_{3-x} sprayed thin films for spintronic applications, *Materials Research Bulletin*, 2016.
- [6] A. Benabou, Thèse de Doctorat, Université Lille I (2002).
- [7] A.Bouremana : Microstructure, morphology and magnetic properties of Cr nanoparticles synthesized by hydrothermal method, *Materials Chemistry and physics*, 2015
- [8] P. Weiss, *Journal de physique*, vol 6, (1907), p. 661.
- [9] W. Heisenberg, *Zeitschrift für Physik*, 49, 1928, p.619.
- [10] J-H. Van Vleck, *Fundamental questions in magnetism*, Chap 1, "magnetic Properties of Metals and Alloys", Published by American Soc. Of Metals, Cleveland, Ohio, 1959.
- [11] J. P. Faroux et J. Renault, "electromagnétisme2, Equations de Maxwell et Phénomènes D'Induction", édition Dunod, Paris, 1998.
- [12] E-P. Wohlfarth, "ferromagnetic materials", North-Holland Ed., 1980, vol 1.
- [13] J. A. Ewing, *Proc. of the Royal Soc*; 216, (1881), p.22 et 228, (1883), p. 123.
- [14] M. L. Soltani, Thèse de Doctorat d'état, Université d'Annaba (2001).
- [15] A.Sihem : Optimisation du modèle de Preisach par des nouvelles fonctions de distribution et réalisation d'un traceur du cycle d'hystérésis, 2014.
- [16] A.younes, caractérisation des nano structuraux $\text{Fe}_{60}(\text{Al}_2\text{O}_3)_{40}$ et $\text{Fe}_{60-x}\text{Co}_x(\text{Al}_2\text{O}_3)_{40}$: Thèse de Doctorat , Université de Blida 1 (2018).
- [17] B.Sara, contribution à la compréhension de quelque propriétés structurale et magnétique d'alliages nanostructures, 2016.