

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي  
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR  
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

جامعة سعد دحلب البليدة  
UNIVERSITÉ SAAD DAHLAB DE BLIDA

كلية الهندسة  
FACULTE DES SCIENCES DE L'INGENIEUR

DEPARTEMENT D'AERONAUTIQUE

*Projet Fin d'Etude Pour Obtention de  
Diplome d'Ingénieur d'Etat en Aeronautique*

THEME

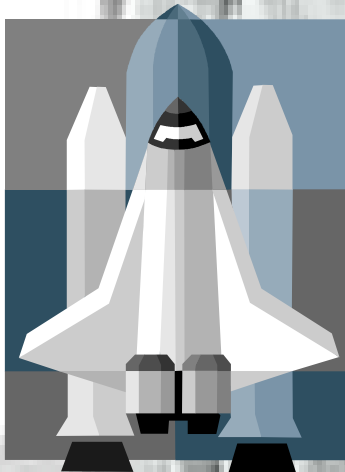
Etude Général sur les Propriétés Structurales  
et Magnetique des Poudre Nanostructurés

**Préparé par :**

\* Dr : BERKANE Habiba

**Avec le soutien de :**

haddad ahmed



**Promotion: 2006**

## Sommaire

I-1- INTRODUCTION AUX NANOMATERIAUX.....	01
I- 1-1- HISTORIQUE .....	01
I-1-2- PRESENTATION .....	01
I-1-3-PROPRIETES.....	02
I.2 INTRODUCTION A LA MECANOSYNTHESE .....	04
I.2.1 HISTORIQUE .....	04
I.2.2 INTRODUCTION .....	05
I.3 PRINCIPE DE LA MECANOSYNTHESE.....	06
I.4 DIFFERENTS TYPES DE BROYEURS UTILISES EN MECANOSYNTHESE .....	08
I.5 ELABORATION PAR MECANOSYNTHESE .....	08
I.5.1 Amorphisation par mécano synthèse .....	08
I.5.2 Nano cristallin par mécano synthèse .....	08
I.6. PARAMETRES INFLUANCANT LA NATURE DU PRODUIT OBTENU PAR MECANOSYNTHESE .....	09
I.7 PRINCIPE DE BROYAGE .....	09
I.8 PARAMETRES DE BROYAGES .....	11
I.8.1 L'intensité de broyage .....	12
I.8.2 La contamination .....	12
I.8.3 Le type de broyeur .....	12
I.8.4 Le rapport masse bille/masse poudre .....	13
II- MAGNETISME .....	14
II-1 -INTRODUCTION .....	14
II- 2- MAGNETISME EN L'ABSENCE D'EXCITATION .....	14
II- 2-1- MAGNETISME A L'ECHELLE ATOMIQUE .....	14
II-2-2 MAGNETISME A L'ECHELLE DE L'AGREGAT D'ATOMES.....	15

II-3- FERROMAGNETISME A L'ECHELLE MACROSCOPIQUE .....	16
II-3-1 Energie d'échange.....	17
II-3-2- Energie d'anisotropie magnétocristalline .....	18
II-3-3- Energie magnétoélastique .....	19
II-3-4 Energie magnétostatique .....	21
II-3-5 Energie des parois .....	22
III.1. LES PROCEDE DE CONTROLE NON DESTRUCTIF .....	24
III.1.1. Défauts rencontrés en maintenance.....	25
III.1.2. Les principales techniques de contrôle non destructif.....	25
III.1.3. Principe des courants de Foucault.....	26
III.2.THEORIE DU CONTROLE NON DESTRUCTIF PAR COURANTS DE FOUCAULT :.....	28
III.2.1. Répartition des courants de Foucault .....	28
III.2.2. Profondeur de pénétration standard .....	29
III.2.3. Variation de la phase .....	30
III.2.4. Diagramme d'impédance .....	31
III.2.5. Caractéristiques des Courants de Foucault .....	33
III.2.6. Détection des défauts .....	34
III.2.7. Position de la sonde par rapport à l'échantillon .....	34
III.3. Réponse des différents types de capteurs.....	35
III.4. Application du contrôle par courants de Foucault en Aéronautique .....	35
III.4.1. Quelques applications du contrôle par courant de Foucault utilisés en aéronautique.....	36
III.4.1.1. Mesure d'épaisseur de revêtement des pièces métalliques .....	36
III.4.1.2. Mesure d'espacement entre matériau .....	37
III.4.1.3. Exemple de mesure de revêtement .....	38
III.4.1.4. Mesure de conductivité.....	39
III-5- Etude et réalisations des sondes	
III-5-1- Description des capteurs à courant de Foucault.....	49
III-5-2- Fonction d'un capteur	
III-5-3- Géométrie d'un capteur	

III-5-4-Différentes type de capteurs	
IV-1 –A Influence du Nombres des spires.....	44
IV-2- Tri du Matériaux.....	44
IV.3 Mesure et analyse .....	46

## LISTE DES FIGURES

Tableau 1 : propriétés des principales méthodes de contrôles non destructifs.....	26-27
<b>Figure(I-1) : broyeur planétaire.....</b>	<b>07</b>
<b>Figure(I-2) : broyeur vertical.....</b>	<b>07</b>
<b>Figure (I.3) : broyeur vibratoires (c :1D, d :3D).....</b>	<b>08</b>
<b>Figure (1-4) : choc bille poudre bille pendant le broyage (a) procédé de la mécano synthèse (b).....</b>	<b>10</b>
<b>Figure II-1 : Le moment magnétique élémentaire au niveau atomique.....</b>	<b>14</b>
<b>Figure II-2 : Type de magnétisme (cas du fer).....</b>	<b>16</b>
<b>Figure II-3 : Représentation schématique de la microstructure magnétique d'un cristal décomposé en domaines.....</b>	<b>18</b>
<b>Figure II-4: Courbes d'aimantation du fer suivant les trois directions différentes.....</b>	<b>20</b>
<b>Figure II-5 : Distorsion de la maille cubique dans le fer <math>c &gt; a</math>.....</b>	<b>21</b>
<b>Figure II-6 : Exemples de configurations résultant des compromis de différentes énergies.....</b>	<b>22</b>
<b>Figure II-7 : Domaines de Weiss et parois de Bloch à 180°.....</b>	<b>22</b>
<b>Figure III.1: Principe des courants de Foucault.....</b>	<b>28</b>
<b>Figure III.2 : Répartition des courants de Foucault.....</b>	<b>28</b>
<b>Figure III.3 : Courants de Foucault induits dans un matériau.....</b>	<b>29</b>
<b>Figure III.4 : Densité de courants de Foucault en fonction de la profondeur.....</b>	<b>29</b>
<b>Figure III.5 : Variation de la phase en fonction de la profondeur de pénétration.....</b>	<b>30</b>
<b>Figure III-6: Diagramme d'impédance.....</b>	<b>30</b>
<b>Figure III.7 : Diagramme d'impédance normalisé pour <math>f=100</math> kHz.....</b>	<b>31</b>
<b>Figure III-8 : Diagramme d'impédance normalisé.....</b>	<b>32</b>
<b>Figure III-13 : Détection de fissures en surface.....</b>	<b>32</b>
<b>Figure 1-15 : Réponse à certain type de défauts.....</b>	<b>34</b>
<b>Figure III-19 : mesure de revêtement en titane sur un support en laiton.....</b>	<b>35</b>
<b>FigureIII-20: mesure d'épaisseur de revêtement en laiton sur l'acier.....</b>	<b>38</b>

<b>Figure III-21:</b> Bobinage simple.....	
<b>Figure III-22 :</b> capteur à fonction séparé.....	
<b>Figure III-23 :</b> Différentes types de palpeurs.....	
<b>Figure III-24 :</b> Différentes type de bobines.....	
<b>Figure III-25 :</b> Différentes type de sondes.....	
<b>Fig IV -1</b> comportment of impedance $\text{Cu}_{70}\text{Fe}_{18}\text{Co}_{12}$ in times milling.....	39
<b>FigIV -2:</b> comportment of impedance $\text{Fe}_{70}\text{Co}_{18}\text{Ni}_{12}$ in times milling.....	45
<b>Fig IV-3:</b> comportment of impedance $\text{Fe}$ in times milling.....	45
<b>FigIV-4:</b> comportement of impedance $\text{Fe}_{80}\text{Ni}_{20}$ in times milling.....	45
<b>Fig IV-5:</b> comportment of impedance $\text{Fe}_{60}\text{Co}_{40}$ in times milling.....	45

## INTRODUCTION GENERALE :

Les nanomatériaux et les matériaux nano structurés ont été largement étudiés au cours de cette dernière décennie en raison des applications potentielles extrêmement variées. Ils intègrent plusieurs domaines, allant du magnétisme à l'optique en passant par la chimie, la mécanique,...

Ces matériaux, variant sur une échelle de l'ordre de quelques nanomètres, se présentent sous diverses formes selon la dimensionnalité et sont caractérisés par la présence d'une fraction d'atomes associés à une zone inter faciale avec un arrangement désordonné appelée communément joint de grain dans le cas des poudres nano structurées. La particularité de ces matériaux est qu'ils présentent une amélioration simultanée des propriétés physiques et mécaniques, par comparaison à celles du matériau massif. Ainsi la présence des joints de grains est de toute évidence un facteur important pour expliquer ces différences. Il devient nécessaire de comprendre la composition chimique et la structure de la surface ou du joint de grain : nombre de proches voisins et densité.

L'élaboration de ces matériaux à nano grains repose sur des voies d'élaboration extrêmement variées. Parmi ces modes de synthèse, nous pouvons citer entre autres la méthode de chimie douce(sol gel, précipitation), de consolidation des clusters d'atomes ou le traitement thermique d'une phase métastable, la dévitrification partielle d'une phase métallique amorphe, la mécano synthèse. En raison de cette diversité de méthodes de synthèse des matériaux nano structurés, de l'existence d'une liaison étroite entre structure et mode d'élaboration et des caractéristiques communes ( présence de grains parfaitement cristallisés, joint de grains, dislocation,...), nous avons choisi de synthétiser les poudres nano structurées de fer par broyage haute énergie. Cette technique permet la réalisation d'alliages par un mélange d'éléments chimiques d'une part, et d'autre part, d'élaborer des poudres nano structurées par broyage de systèmes cristallins. Ainsi, malgré les progrès enregistrés dans l'étude des matériaux nano structurés, l'obtention d'un échantillon propre, bien défini, nécessite le contrôle d'un certain nombre de paramètres de broyage, ainsi qu'un bon conditionnement des échantillons destinés aux techniques de caractérisation. Il faut noter que l'utilisation du broyage haute énergie entraîne l'introduction par des déformation d'une très grande densité de défauts (dislocation, impureté ou lacunes) dans les grains microcristallins, conduisant à des nano grains cristallins séparés par des joints de grains. En général, ces impuretés sont localisées aux joints de grains.

Notre travail se place dans le cadre d'étude générale sur les propriétés structurales et magnétiques des poudres nano structurées :

Le plan de ce mémoire de thèse se présente de la façon suivant :

- \* Le premier chapitre est consacré à la synthèse des poudres nano structurées.
- \* Le deuxième chapitre est une étude des propriétés magnétique et le contrôle non destructif par des courant des foucault.
- \* Le troisième chapitre est le contrôle non destructif par courant de Foucault et une étude expérimentale, dans laquelle en a réaliser certains des sondes utilisables.
- \* Le dernier chapitre c'est l'interprétation de notre résultats. Nous exposons les résultats portant sur la caractérisation des poudres par courant de foucault.



## **I-1- INTRODUCTION AUX NANOMATERIAUX :**

### **I- 1-1- HISTORIQUE :**

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

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

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

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

### **I-1-2- PRESENTATION :**

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

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

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

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

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

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

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

### **I-1-3-PROPRIETES :**

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

#### **\* Dureté :**

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

#### **\* Malléabilité :**

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

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

Plus les agrégats sont fins, plus le mécanisme de réparation s'opère facilement et rapidement : les grains glissent les uns sur les autres et les atomes ont peu de distance à parcourir. Ainsi, la taille des agrégats constitutifs confère aux nano céramiques une grande malléabilité.

#### **\*transparence :**

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

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

### **\*propriété magnétiques :**

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

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

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

Des nombreuses méthodes d'élaboration permettent d'obtenir soit des poudres ultrafines, soit directement des matériaux nano structurés. Elles peuvent se classer en trois groupes : Méthode physiques (technique d'évaporation- condensation dans un gaz inerte, synthèse sous vide, méthodes par dépôt ), Chimiques ( synthèse en phase gazeuse) et Mécaniques(hyper déformation, la mécano synthèse), notre travail est basé sur l'élaboration par mécano synthèse.

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

### **I.2.1 HISTORIQUE :**

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

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

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

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

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

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

En développement, il faut noter l'alliage MA 6000 utilisé sur un hélicoptère pour une application de type pale de turbine pour fonctionnement à haute température non refroidie et enfin l'alliage léger AL-9052(Al-4% Mg +oxyde/carbure) dont la densité est d'environ 95% de celle de l'alliage 5083, alliage déjà utilisé.

## **I.2.2 INTRODUCTION :**

Le broyage haute énergie ( mécano synthèse) est une technique d'élaboration de matériaux tels que, les alliages amorphes, nanocristallins, les composites, les céramiques...

Actuellement cette technique connaît un développement considérable en raison de l'intérêt porté aux nano matériaux.

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

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

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

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

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

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

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

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

Quatre éléments sont nécessaires pour élaborer des matériaux par mécano synthèse :

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

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

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

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

Tout d'abord, des broyeurs à applications de type industriel et historiquement le broyeur de type « attriteur » utilisée en 1922 par A. szigari pour la vulcanisation du

Caoutchouc, suivi par les broyeurs horizontaux permettant de traiter une grande quantité de poudre, typiquement 1 Tonne de poudre avec un ajout de 106 billes. Le diamètre d'un tel appareil est de 2m.

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

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

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

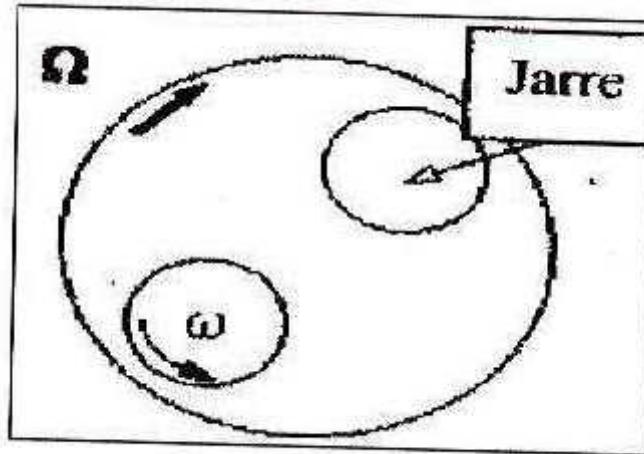
Il est à noter que même dans le cas de broyeur classique comme les attriteurs, des développements récents permettent leur optimisation tant en ce qui concerne l'homogénéisation du produit, que l'efficacité des chocs mécaniques.

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

#### **\*broyeur planétaire :**

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

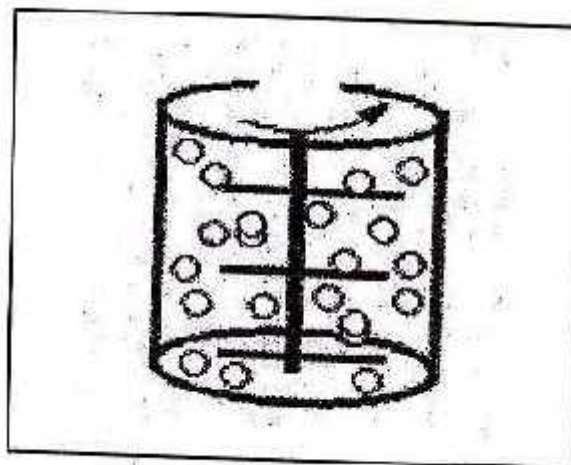
Ce dernier est basé sur un mouvement de rotation d'un plateau et des jarres qui les porte fig. (I.1). La seule différence entre les deux broyeurs (P5 et P7) réside dans leurs capacités et leurs vitesses de rotation.



**Figure(I-1) :** *broyeur planétaire*

**\*broyeur verticale :**

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



**Figure(I-2) :** *broyeur vertical*

**\*broyeur vibratoire :**

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

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

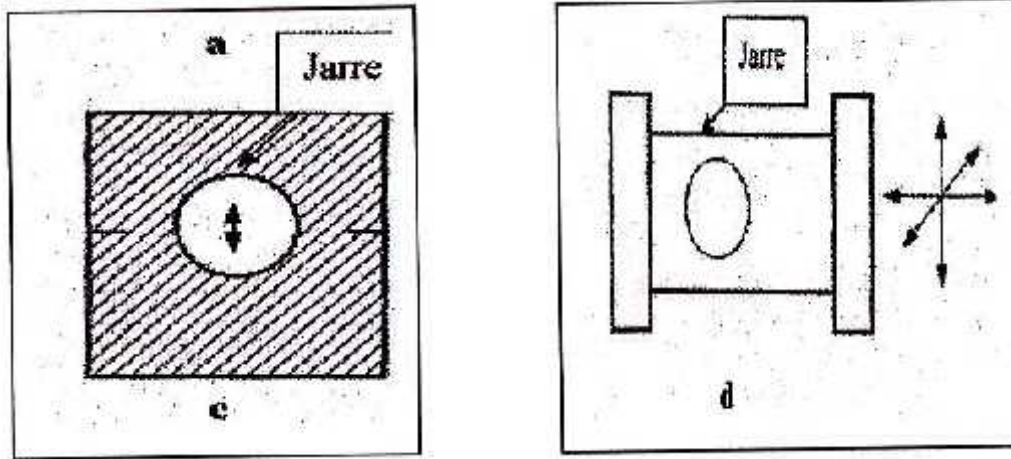


Figure (I.3) : broyeur vibratoires (c :1D, d :3D)

**\*autres types de broyeurs :**

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

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

**I.5 ELABORATION PAR MECANOSYNTHESE :**

**I.5.1 Amorphisation par mécano synthèse :**

La transition de phase cristal amorphe induit par mécano synthèse a été reporté pour la première fois par Yamarkov et al. Et Koch et al.

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

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

**I.5.2 Nano cristallin par mécano synthèse :**

Parallèlement à cet aspect amorphisation par chocs mécaniques, sont apparues au cours de ces dernières années de nouvelles potentialités dans le domaine de l'élaboration des



nano matériaux ; nano cristallin monophasés ou matériaux multiphasés pour lesquels la répartition des phases se développe à l'échelle nano métrique.

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

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

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

\***La dureté**, cela va implicitement affecter la puissance de chocs par un facteur d'efficacité. Il faut toutefois noter qu'un matériau très dur est efficace en terme de critère d'efficacité de transfert de chocs, mais s'abrase très rapidement. Ce phénomène peut entraîner une contamination très importante.

\***Du rapport (nombre de billes/masse de poudre)- paramètre explicitement relié à la fréquence de chocs,**

\***Masse des billes- paramètre influençant la puissance de chocs.**

**2.** Pour ce qui est de la nature de la poudre :

\***La dureté relative de la poudre par rapport à celle des billes et des parois du jarre va affecter la taille finale des cristallites.**

\***L'état initial de la poudre n'aura pas d'effet sur la nature du régime stationnaire. Par contre, un effet important sera à noter sur les régimes transitoires.**

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

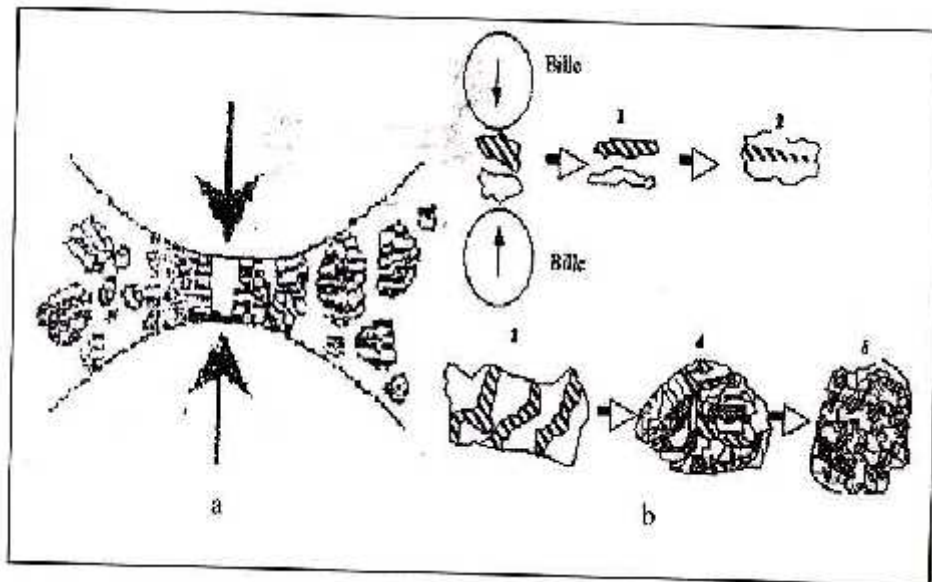
## **I.7 PRINCIPE DE BROYAGE :**

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

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

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

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



**Figure (1-4) :** choc bille poudre bille pendant le broyage (a) procédé de la mécano synthèse (b)

- **Le stade initial :**

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

- **Le stade intermédiaire :**

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

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

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

- **Le stade final :**

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

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

Sachant que les forces de liaisons des particules de 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 :

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

$\sigma$  : la contrainte

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

$d$  : la taille des grains.

- **Le stade complet :**

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

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

## **I.8 PARAMETRES DE BROYAGES :**

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

### **I.8.1 L'intensité de broyage :**

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

### **I.8.2 La contamination :**

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

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

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

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

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

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

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

### **I.8.3 Le type de broyeur :**

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

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

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

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

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

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

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

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

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

$$\Delta T = F(\Delta t / f K_0 \dots_p C_p) \quad (\text{I-2})$$

Avec

t : le temps de déformation.

F : le flux d'énergie dissipée

Tel que 
$$F = \dagger_n V_r \quad (\text{I-3})$$

$\dagger_n$  : La contrainte normale.

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

$\rho$  : La densité de la poudre.

$C_p$  : La chaleur spécifique.

$K_0$  : La conductivité thermique.

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

## II- MAGNETISME :

### II-1 -INTRODUCTION :

Un matériau est composé d'un ensemble de cristaux, chaque cristal est une spatial, périodique d'ions d'élément simple, chacun de ces ions formés d'un noyau et d'un nuage d'électrons. La théorie de la magnétisme doit étudier :

- Le magnétisme des particules élémentaires.
- Le magnétisme d'un ensemble organisé de particules : atome ou ion
- Le magnétisme d'un ensemble régulier d'ion(cristal)
- Le magnétisme d'un ensemble ordonnée ou désordonnée de cristaux.

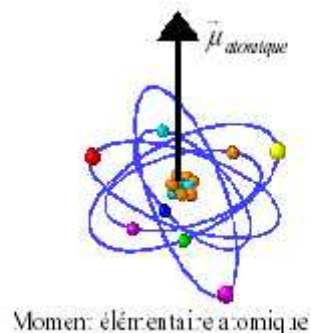
### II- 2- MAGNETISME EN L'ABSENCE D'EXCITATION :

Pour comprendre et interpréter l'évolution de la structure magnétique d'un matériau, il est nécessaire de remonter à l'échelle atomique, puis progressivement de passer à l'échelle de l'arrangement d'atomes puis du cristal et enfin de la pièce. Notre étude portant sur des alliages ferreux (acier ordinaire et acier inoxydable).

#### II- 2-1- MAGNETISME A L'ECHELLE ATOMIQUE :

Toute substance matérielle est formée d'un ensemble d'atomes. Chaque atome est composé d'un noyau autour duquel gravite un certain nombre d'électrons. Les particules constituant le noyau et les électrons sont chargées et perpétuellement en mouvement, ce qui crée des moments magnétiques qui sont à l'origine des propriétés magnétiques des corps.

Le moment magnétique électronique provient d'une part des mouvements des électrons autour du noyau sur leurs orbites et d'autre part de la rotation spinale de chaque électron ; l'ordre de grandeur est de  $10^{-23}$  A.m<sup>2</sup>. Le moment magnétique dû aux mouvements des composants du noyau est beaucoup plus faible. Chaque atome possède donc un moment magnétique élémentaire dont la direction et le module dépendent de l'environnement particulier de l'atome (nature et position, ...)Fig. II-1.



**Figure II-1 :** *Le moment magnétique élémentaire au niveau atomique*

Du point de vue magnétique, chaque atome peut donc être considéré comme un petit aimant élémentaire. Pour le fer, il se trouve que ce moment magnétique élémentaire est particulièrement important.

## II-2-2 MAGNETISME A L'ECHELLE DE L'AGREGAT D'ATOMES :

Lorsque des atomes s'assemblent, les moments magnétiques de chacun d'eux interagissent plus ou moins entre eux ce qui conduit, en magnétisme, à classer les matériaux en cinq grandes catégories : les diamagnétiques, les paramagnétiques, les ferromagnétiques, les ferrimagnétiques et les antiferromagnétiques.

Nous ne détaillerons pas ces différentes catégories qui ne nous intéressent pas directement pour notre étude.

Les alliages ferreux étant ferromagnétiques à basse température (en dessous de la température de CURIE) et paramagnétique au-dessus, nous ne rappelons que ces deux cas (FigureII-2.).

**Le paramagnétisme** : Si les interactions entre les moments magnétiques des atomes sont faibles devant l'agitation thermique, les interactions deviennent négligeables. En l'absence d'excitation extérieure, une répartition aléatoire des moments magnétiques élémentaires est obtenue. Dans le cas d'une excitation magnétique extérieure, les moments magnétiques atomiques tendent à s'aligner le long des lignes de champ magnétique extérieur.

L'aimantation est proportionnelle à l'excitation appliquée H :

$$\vec{M} = \chi \vec{H} \quad (\text{II-1})$$

représente la susceptibilité magnétique (nombre sans dimension).

Le paramagnétisme est sensible à la température. La susceptibilité initiale est positive et devient infinie au zéro absolu. Elle décroît lorsque la température augmente.

**Le ferromagnétisme** : Si la température est relativement faible et si les moments atomiques des atomes sont relativement importants (cas du fer et du nickel à température ambiante), lors d'un rassemblement d'atomes (agrégat), les moments magnétiques ont tendance à s'arranger parallèlement entre eux et il en résulte pour l'agrégat une aimantation spontanée.

L'induction magnétique  $B$  représente l'état magnétique en fonction de l'environnement magnétique exprimé par le champ  $H$  et de son état d'aimantation exprimé par  $M$  :

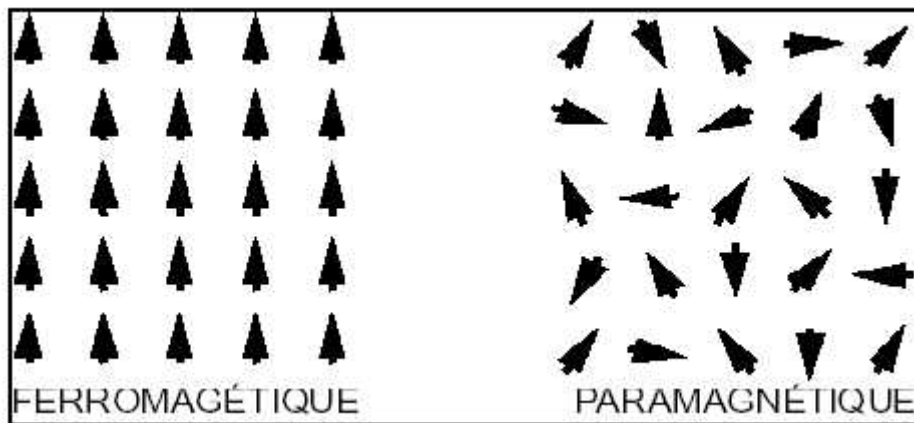
$$\vec{B} = \mu_0 (\vec{H} + \vec{M}) \quad (\text{II-2})$$

Avec  $\mu_0 = 4 \cdot 10^{-7}$  Henry.m-1, la perméabilité du vide.

$$\vec{B} = \mu \vec{H} = \mu_0(1 + \chi) \vec{H} = \mu_0 \mu_r \vec{H} \quad (\text{II-3})$$

La perméabilité  $\mu$ , représente la induction magnétique résultante au champ magnétique appliqué  
Avec  $\mu_r$  perméabilité relative (sans dimension).

L'aimantation spontanée dépend de la température ; elle décroît si la température augmente. Au-dessus de la température de CURIE, le matériau retrouve un comportement paramagnétique (cf. figure II-2.).



**Figure II-2 :** Type de magnétisme (cas du fer).

### II-3- FERROMAGNETISME A L'ECHELLE MACROSCOPIQUE :

En prend par exemple le fer, qui cristallise dans le système cubique centré, l'alignement des moments magnétiques se fait évidemment dans des directions présentant une grande densité d'atomes : directions de type (1,0,0) appelées «directions de facile aimantation».

Il faut noter que, pour un même cristal cubique centré, il existe trois directions équivalentes.

Un cristal ferromagnétique devrait donc être caractérisé par une aimantation spontanée. Or, les échantillons macroscopiques mêmes monocristallins peuvent être complètement désaimantés. Pour expliquer ce phénomène, introduit le concept de domaines. (Cf. figure II-3).

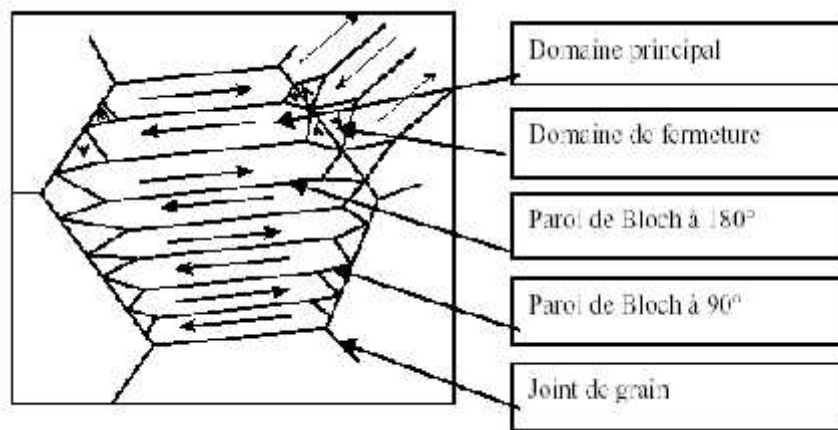
A ce stade, la matière ferromagnétique présente donc une **microstructure magnétique** à une échelle légèrement inférieure à celle cristalline. Elle est composée de domaines élémentaires appelés **domaines de WEISS** au sein desquels l'aimantation est orientée selon l'une ou l'autre des directions de facile aimantation.

En l'absence de champ appliqué et de toute autre sollicitation extérieure, il y a statistiquement équipartition du volume des domaines entre les diverses directions ; à l'échelle macroscopique, l'aimantation résultante est donc bien nulle, comme il est observé.



Ce concept, introduit par WEISS, s'est avéré correspondre à la structure réellement observée depuis par différentes techniques. Nous décrivons certaines de ces techniques dans le paragraphe 2-5. La Figure II-3 représente un cristal d'acier ordinaire; il est divisé en vastes domaines principaux de direction de magnétisations antiparallèles. Ils sont terminés par des domaines plus petits dits de fermeture. Les domaines sont séparés par des parois (**parois de BLOCH**).

Quand les directions de magnétisation des domaines contigus sont antiparallèles, on dit que la paroi est à  $180^\circ$  quand les directions sont perpendiculaires on dit que la paroi est à  $90^\circ$ .



**Figure II-3 :** Représentation schématique de la microstructure magnétique d'un cristal décomposé en domaines.

Ce type de structure fréquemment observé correspond donc à un équilibre stable de la matière donc à un minimum énergétique.

L'arrangement en domaines magnétiques dicte le comportement magnétique macroscopique des matériaux ferromagnétiques. Ceci résulte de l'interaction et de la minimisation de plusieurs énergies : énergie d'échange, énergie d'anisotropie magnétocristalline, énergie magnétostatique, énergie magnétoélastique, énergie des parois.

### II-3-1 Energie d'échange:

L'énergie d'échange correspond à l'alignement des moments magnétiques atomiques. Cette énergie se calcule à l'échelle atomique, elle est très faible en comparaison des autres énergies. Elle ne contribue pas (ou très peu) aux propriétés magnétiques microscopiques de la matière. En revanche, parce que c'est une énergie à longue portée, elle joue un rôle fondamental puisque c'est elle qui est à l'origine du ferromagnétisme. L'interaction d'échange est une

interaction d'origine électrostatique qui a été introduite en 1929 par HEISENBERG, sous certaines hypothèses l'énergie d'interaction  $E_{ech}$  des atomes  $i, j$  portant les spins  $S_i, S_j$  s'écrit :

$$E_{ech} = -2JS_i\bar{S}_j \quad (\text{II-4})$$

où  $J$  est l'intégrale d'échange qui est relié au recouvrement des distributions de charges des atomes  $i, j$ . cette équation (4) est appelée modèle d'Heisenberg.

Cette expression peut s'écrire également :

$$E_{ech} = JS^2\phi^2 \quad (\text{II-5})$$

où  $\phi$  représente un angle entre deux spins et  $S$  : nombre quantique de spins.

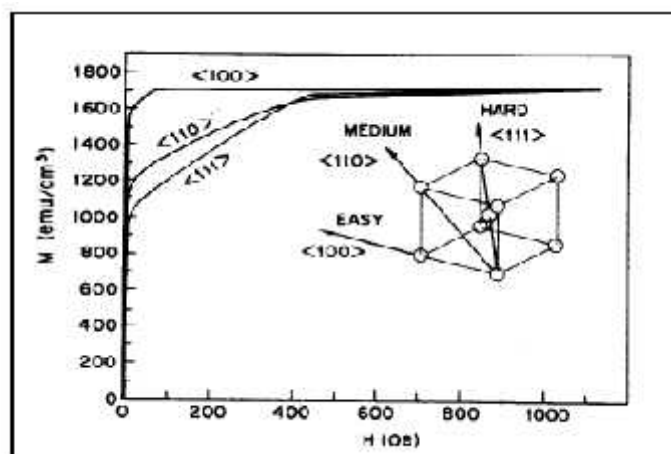
L'énergie d'échange totale d'une ligne de  $N$  atomes est donnée approximativement par :

$$E_{ech} = \frac{JS^2\pi^2}{N^2} \quad (\text{II-6})$$

Cette énergie d'échange augmente s'il apparaît un défaut de parallélisme entre les moments magnétiques. Elle est minimale lorsque les moments sont parallèles.

### II-3-2- Energie d'anisotropie magnétocristalline :

L'énergie d'anisotropie magnétocristalline relie la direction d'alignement des moments magnétiques avec les directions cristallines. Ces directions cristallines sont appelées directions de facile aimantation. Pour le fer (cubique centré à la température ambiante), les directions de facile aimantation sont les arêtes du cube, c'est-à-dire les directions cristallographiques  $(100)$ ,  $(010)$ ,  $(001)$ . Cette anisotropie de l'aimantation se traduit par l'existence d'un minimum pour ces directions.



**Figure II-4:** Courbes d'aimantation du fer suivant les trois directions différentes

Pour une direction quelconque de cosinus directeurs  $\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$  par rapport aux arêtes du cube et pour un volume donné, cette énergie peut être mise sous la forme suivante :

$$E_a = K_1(\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + K_2 \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 \quad (\text{II-7})$$

$K_1$  et  $K_2$  les coefficients appelés constantes d'anisotropie. Elles sont homogènes à des énergies volumiques positives ou négatives, variables avec la température.

Pour le fer à température ambiante :

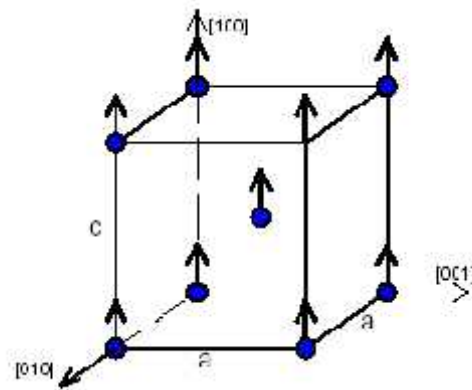
$$K_1 = 4,5 \cdot 10^4 \text{J/m}^3$$

$$K_2 = 1,5 \cdot 10^4 \text{J/m}^3$$

### II-3-3- Energie magnétoélastique :

Avant d'introduire la notion d'énergie magnétoélastique, il faut rappeler le phénomène de **magnétostriction**. Très schématiquement, un atome est généralement considéré comme occupant un volume sphérique. Dans le cas des matériaux présentant un fort moment magnétique, il semble plus vraisemblable de considérer que le volume qu'il occupe est légèrement ovoïde plus ou moins allongé (cas du fer) ou aplati (cas du nickel) dans la direction principale de magnétisation. Ces directions étant alignées dans des directions cristallines, il en résulte une légère déformation de la maille, qui se traduit pour un monocristal par une déformation macroscopique. C'est la magnétostriction. Elle est positive pour le fer c'est à dire que la maille est légèrement allongée dans le sens de la magnétisation ( $c > a$ ) (Figure II-5). Elle est négative pour le nickel c'est à dire que la maille est légèrement aplatie ( $c < a$ ). Si une conservation du volume est admise à cette échelle, l'effet Poisson entraîne une déformation opposée dans les autres directions.

Les processus d'aimantation s'accompagnent donc d'une déformation spontanée. Il s'agit souvent de déformation très faible, mais qu'on ne peut ignorer. Ces déformations locales (pour chaque domaine) induisent des contraintes élastiques de compatibilité. L'existence de contraintes et de déformations dans le cristal fait apparaître une énergie de type élastique. C'est l'énergie magnétoélastique.



**Figure II-5 :** Distorsion de la maille cubique dans le fer  $c > a$

Ce phénomène peut être caractérisé dans le cas du fer par un coefficient de déformation :

$$\epsilon = \frac{L - L_0}{L_0}, \quad L \text{ variation de la longueur dans la direction de magnétisation.}$$

Pour le fer, le coefficient  $\epsilon$  est positif quand les moments magnétiques sont dans la direction de facile aimantation [100] avec  $\epsilon_{100} = 20.10^{-6}$  alors que dans la direction [111],  $\epsilon$  est négatif avec  $\epsilon_{111} = -21,6.10^{-6}$ .

L'énergie du cristal par unité de volume est donc la somme de contributions :

L'énergie élastique proprement dite et l'énergie magnétoélastique.

• Rappelons la formule générale de l'énergie élastique

$$E_{el} = \frac{1}{2} C_{11} (\epsilon_{11}^2 + \epsilon_{22}^2 + \epsilon_{33}^2) + 2C_{44} (\epsilon_{12}^2 + \epsilon_{23}^2 + \epsilon_{31}^2) + C_{12} (\epsilon_{11}\epsilon_{22} + \epsilon_{22}\epsilon_{33} + \epsilon_{33}\epsilon_{11}) \quad (\text{II-8})$$

$C_{11}$  : module de traction;

$C_{12}$  et  $C_{44}$  : module de cisaillement.

• L'énergie magnétoélastique induite par la déformation du cristal s'écrit :

$$E_{mel} = B_1 (\epsilon_{11}\alpha_1^2 - \epsilon_{22}\alpha_2^2 - \epsilon_{33}\alpha_3^2) + 2B_2 (\epsilon_{12}\alpha_1\alpha_2 + \epsilon_{23}\alpha_2\alpha_3 + \epsilon_{31}\alpha_3\alpha_1) + B_3 (\epsilon_{11} + \epsilon_{22} + \epsilon_{33}) \quad (\text{II-9})$$

$B_1, B_2, B_3$  : constantes ;  $\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$  : cosinus directeurs de l'aimantation

$$E_{melt} = E_{el} + E_{mel}$$

La déformation correspondante est déterminée en imposant que cette énergie soit minimale :

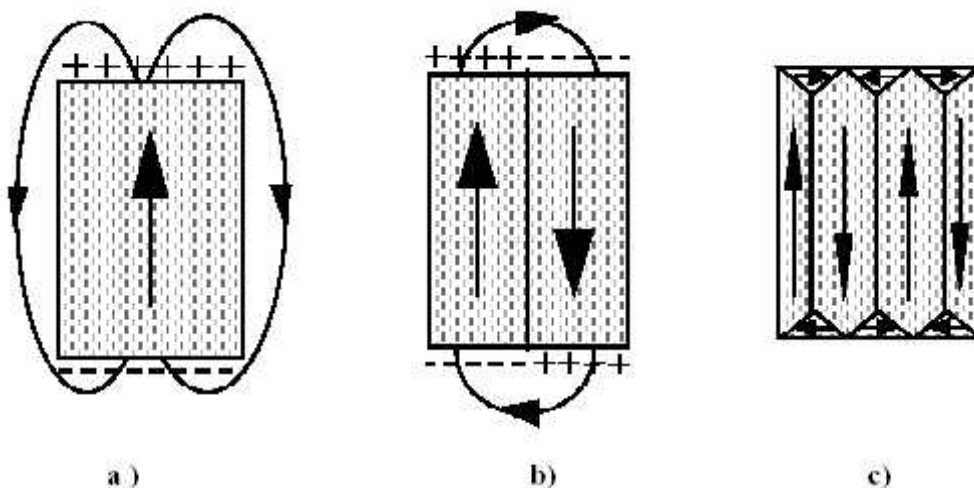
$$\epsilon_{ij} = \frac{-B_1 (\alpha_i^2 - \frac{1}{3})}{C_{11} - C_{12}} \quad \frac{\partial E_{melt}}{\partial \epsilon_{ij}} = 0 \quad \epsilon_{ij} = \frac{-B_1 \alpha_i \alpha_j}{2C_{44}} \quad (\text{II-10})$$

La magnétisation d'un matériau ferromagnétique entraîne donc une déformation et corrélativement une modification de son énergie interne. Réciproquement, l'application d'une

déformation va modifier l'énergie élastique du matériau et induire une modification de l'équilibre énergétique et donc de la microstructure magnétique : c'est l'**effet magnétoélastique** qui est à la base des mesures que nous envisageons.

### II-3-4 Energie magnétostatique :

C'est cette énergie qui explique l'apparition des domaines de WEISS. Si le matériau ne comportait qu'un seul domaine, cas a) de la figure I-6, il apparaîtrait à ses extrémités des charges magnétiques (champ démagnétisant) et des lignes de champs extérieures de fermeture. La fragmentation en domaines principaux antiparallèles, cas b), diminue déjà considérablement les lignes de champs extérieures, enfin l'apparition des domaines de fermeture, cas c), les font pratiquement disparaître. La subdivision d'un matériau ferromagnétique en domaines provoque donc une diminution de l'énergie magnétostatique, mais corrélativement l'apparition d'un plus grand nombre de domaines s'accompagne de la création de parois (zones de désordre) et correspond donc à une augmentation de l'énergie d'échange ce qui limitera le nombre de domaines.



**Figure II-6 :** Exemples de configurations résultant des compromis de différentes énergies.

Le champ effectif  $H_{ef}$ , qui agit sur l'aimantation du matériau est donné par :

$$H_{ef} = H_a + H_d \quad (II-11)$$

$H_a$  : champ magnétique appliqué.

$H_d$  : champ démagnétisant.

Avec

$$H_d = -\frac{1}{\mu_0} NM \quad (II-12)$$

$\mu_0$  est la perméabilité du vide

N : facteur démagnétisant se situant entre 0 et 1 dont le calcul n'est pas simple et dépend de la forme de l'échantillon.

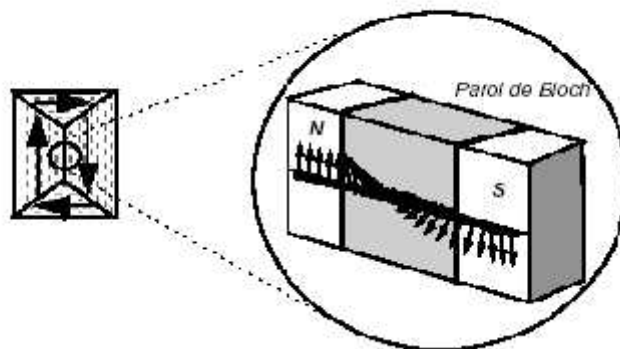
L'interaction entre l'aimantation et le champ démagnétisant que l'échantillon crée lui-même introduit une énergie magnétostatique :

$$E_m = -\frac{1}{2} \int M H_d dV \quad (\text{II-13})$$

L'aimantation choisit naturellement la direction de l'échantillon pour laquelle le coefficient N est minimal. En conséquence, la forme d'un échantillon peut être source d'anisotropie. C'est le cas, par exemple de plaques de faible épaisseur pour lesquelles l'aimantation spontanée a tendance à s'orienter parallèlement aux grandes surfaces. Le champ démagnétisant et l'énergie magnétostatique sont alors plus faibles. Par contre l'orientation de l'aimantation perpendiculaire à la surface est défavorable. Le calcul global de  $E_m$  est toujours laborieux car l'intégral se porte sur tout le volume.

### II-3-5 Energie des parois :

De la configuration magnétique en domaines de WEISS d'un cristal, décrite précédemment, il résulte l'apparition de zones tampons, entre les domaines, plus ou moins larges, à l'intérieur desquelles l'aimantation tourne : ce sont les *parois de Bloch*, qui mettent également en jeu un compromis entre les énergies précitées.



**Figure II-7 :** Domaines de Weiss et parois de Bloch à 180°

Dans un cristal de symétrie cubique, tel que le fer, il existe deux sortes de parois : *parois à 180°* et *parois à 90°*. Il est généralement admis qu'une paroi à 180° correspond à la juxtaposition de deux parois à 90° et qu'elle est donc deux fois plus épaisse. Des mesures au microscope électronique donnent une épaisseur de l'ordre d'une centaine d'atomes pour une

paroi à 180° ; Ce qui revient à dire, qu'à l'intérieur de la paroi, la désorientation d'un atome à l'autre est relativement faible (minimisation de l'énergie d'échange).

L'équilibre entre les différentes énergies mises en jeu dans les parois étant très compliqué, le problème est généralement traité de manière globale en introduisant une **Energie superficielle des parois**, comme l'a montré.

Deux grandeurs caractérisent une paroi de Bloch : son épaisseur ou largeur et l'élévation d'énergie locale, à laquelle donne lieu la configuration des moments qu'elle contient. Cette élévation d'énergie est évaluée par rapport à l'état de saturation qui règne notamment au sein des domaines jouxtant la paroi. Elle est normalement donnée par unité de surface, désignée par  $\gamma$  sous le nom d'énergie superficielle. Elle s'exprime par l'expression suivante :

$$\gamma = 2\pi \sqrt{\frac{AK}{a}} \quad (\text{II-14})$$

Avec  $A = 2JS^2$

J : Intégrale d'échange

S : nombre quantique de spin.

K : coefficient d'anisotropie

a : paramètre de la maille

### **III.1. LES PROCÉDES DE CONTRÔLE NON DESTRUCTIF :**

Le contrôle non destructif a pour but la sélection des pièces saines et le rebut des pièces défectueuses. Dans cette sélection le contrôleur recherche des criques, entailles, des corrosions, déformations, défauts, modifications, etc..., par différentes techniques non destructives et décide de l'état de la pièce suite aux contrôles exigés par l'engineering et de son expérience professionnelle, en fonction des indications fournies par les manuels de maintenance élaborés par le constructeur de l'accessoire et les normes établies.

Les contrôles non destructifs sont plus rapides et moins coûteux que les essais destructifs, et offrent la possibilité de pouvoir effectuer de véritables bilans de santé des pièces au cours de leurs fabrication ou de leurs période de fonctionnement.

Ils déterminent l'aptitude des pièces à remplir les fonctions pour lesquelles ils ont été conçus. Les industriels ont finalement compris la nécessité d'investir sur le contrôle non destructif et en particulier le contrôle unitaire pour les pièces de sécurité vue les sollicitations toujours plus grandes auxquelles elles sont soumises.

Le contrôle non destructif a aussi pour objectifs :

- D'augmenter la productivité.
- De réduire les coûts de fabrication.
- D'améliorer l'image de marque des entreprises.
- De gagner ou de maintenir la confiance des clients.
- De supprimer les frais engendrés par l'échange de pièces sous garantie, à titre

gratuit, reconnues défectueuses en fonctionnement.

Toute rupture ou détérioration accidentelle d'organes en fonctionnement est une catastrophe qui peut avoir des conséquences graves. Sans le recours au contrôle non destructif, il n'est pas possible de prévoir une rupture. Dans les cas les moins graves, ces ruptures entraînent :

La mise hors service des machines ou des installations.

L'arrêt de la chaîne de production.

L'immobilisation du matériel.

L'indemnisation du personnel pour les heures perdues ou sa mise en chômage technique temporaire.

La rupture d'une seule pièce peut entraîner la destruction d'autres organes, ce qui se traduira par des remises en état plus onéreuses, et des temps d'immobilisation plus long.



### **III.1.1. Défauts rencontrés en maintenance**

L'expérience industrielle montre que les ruptures des pièces de machines ou de structures en fonctionnement sont le plus souvent dues à la fatigue.

On entend par fatigue ou endommagement par fatigue la modification des propriétés des matériaux consécutive à l'application de cycles d'efforts, cycles dont la répétition peut conduire à la rupture des pièces.

D'une manière générale, le phénomène de fatigue se manifeste en présence d'efforts variables dans le temps, ceci peut conduire la pièce à la rupture bien que la charge appliquée et les contraintes restent à tout moment inférieures à sa résistance et même à la limite d'élasticité du métal. Le phénomène de rupture est lié à l'initiation et la propagation d'une fissure à partir d'un défaut au sein de la pièce.

Ces phénomènes de fatigue sont responsables de micro amorces de rupture dont l'évolution sera d'autant plus rapide qu'il s'agit de matériaux métallurgiques à moyennes ou à hautes caractéristiques mécaniques.

D'autre part, ces critiques de fatigue se produisent sur des organes soumis plus particulièrement à des sollicitations alternées ou cycliques ou à des chocs thermiques. Ces critiques prennent naissance particulièrement dans les zones de fortes concentrations de contraintes telle que, le changement de section, les gorges et fonds de dentures d'engrenages, les frontières thermiques, au niveau des trous (fixations) et des endroits d'assemblage ..etc. Les nombreux travaux effectués dans ce domaine, conduisent à vérifier que l'initiation de ces défauts se produit toujours à la surface de la pièce et se propage de l'extérieur vers l'intérieur jusqu'à la rupture.

Les facteurs favorables à l'initiation des fissures par fatigue sont :

- Géométrie (trous dans la pièce tendue, changement brusque de section, angles vifs)
- Métallurgie (inclusions, taille du grain, précipitation, nature des glissements)
- Mise en œuvre (usinage, grenailage, dépôts chimiques, endommagement, défauts de soudure, anisotropie.)
- Environnement (humidité, milieux corrosifs.)

### **III.1.2. Les principales techniques de contrôle non destructif**

On distingue plusieurs méthodes de contrôle non destructif tel que le contrôle visuel, le ressuage, la magnétoscopie, la radiographie, le contrôle par ultrasons, le contrôle par courants de Foucault.

Les principales méthodes de contrôles non destructifs sont données avec leurs applications, avantages, et précautions d'emploi, dans le tableau (1) :

Tableau 1 : propriétés des principales méthodes de contrôles non destructifs

Méthode	Application	Avantages	Précautions d'emploi inconvenients
Inspection visuelle/optique	Détection de défaut en surface où des dommages structuraux sur tout matériaux.	Utilisation simple là ou les autres méthodes sont impraticables. Efficacité améliorée par aides optiques.	Fiabilité dépend de la compétence de l'opérateur. Accessibilité requise pour vision directe.
Ressuage	Détection des criques en surface sur tout matériaux, pièces de fonderie, forgées, usinées, soudures.	Utilisation simple, précision, rapidité, interprétation facile.	Défaut doit être ouvert en surface et accessible à l'opérateur. Peut être caché par de la limaille
Courants de FOUCAULT	Détection des défauts des surfaces métalliques, criques, trous, corrosion, contrôle de TT. Mesure de conductivité sur zones exposées au feu.	Recherche de criques sur trous de rivetage non-inspectables par les 2 méthodes précédentes. Rapidité, sensible, portable.	Sensible aux combinaisons et variations dans les matériaux, sondes spéciales requises pour chaque application.
Rayon X	Détection de défauts internes tels que criques, corrosion, inclusion, et variations d'épaisseur.	Grande sensibilité. Enregistrement sur films.	Radiations dangereuses opérateurs qualifiés. Matériels de traitement de films, Source électrique et équipement spéciaux.

Magnétoscopie	Détection des défauts en surface ou proches de la surface sur matériaux ferromagnétique de formes quelconques, contrôle de traitement thermique.	Principe simple. Facile, grande sensibilité.	Nettoyage préalable. Démagnétisation après inspection, détection dépend de l'orientation du défaut.
Ultrasons	Détection de défauts en profondeur, criques décollement. Mesure d'épaisseur sur la plus part des métaux.	Rapidité, sensibilité, facilité de mise en œuvre. Lecture immédiate des résultats.	Opérateur qualifiés, source électrique, sensibilité des modes de détection à l'orientation de crique étalonnage nécessaire.
Rayons gamma	Détection de défaut internes tels que criques, corrosion.	Radiographie dans des zones où l'application des rayons X est impossibles. Source électrique non nécessaire	Radiations dangereuses. Matériel de traitement de film.

### III.1.3. Principe des courants de Foucault

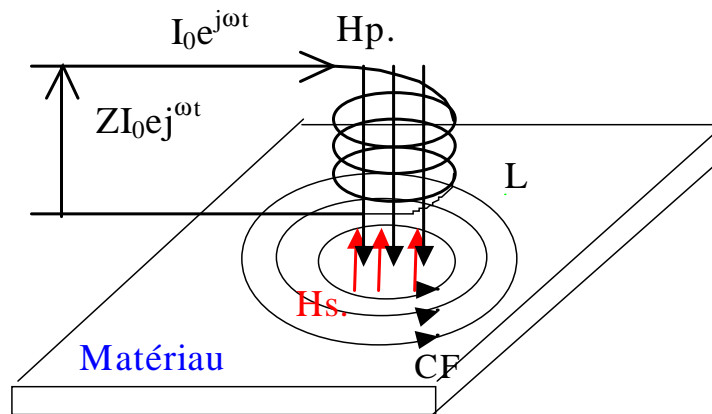
Lorsque un courant alternatif est appliqué à un solénoïde (bobine), un champ magnétique ( $H_p$ ) variable se produit. Quand celui-ci rencontre un métal conducteur, il induit des courants parasites appelés : courants de Foucault .

Ces derniers créent en retour un champ magnétique  $H_s$  qui s'oppose au champ primaire (bobine), provoquant une réduction nette du champ magnétique, ce qui entraîne une variation de l'impédance de la bobine.

Cette variation d'impédance est à la base du contrôle par courants de Foucault

Toute variation de conductivité électrique  $\sigma$ , Perméabilité  $\mu$ , de dimension, de fréquence provoque une modification de l'impédance du solénoïde. Ainsi on peut détecter des variations dues :

- à la composition chimique du matériau,
- aux changements de micro structure (effet d'un traitement thermique),
- aux dimensions de la pièce
- à la présence d'un défaut dans le matériau.



**Figure III.1:** *Principe des courants de Foucault*

$H_P$  : champ primaire dans l'enroulement

$H_S$  : champ secondaire créé par les CF dans le matériau

L : lignes de courants.

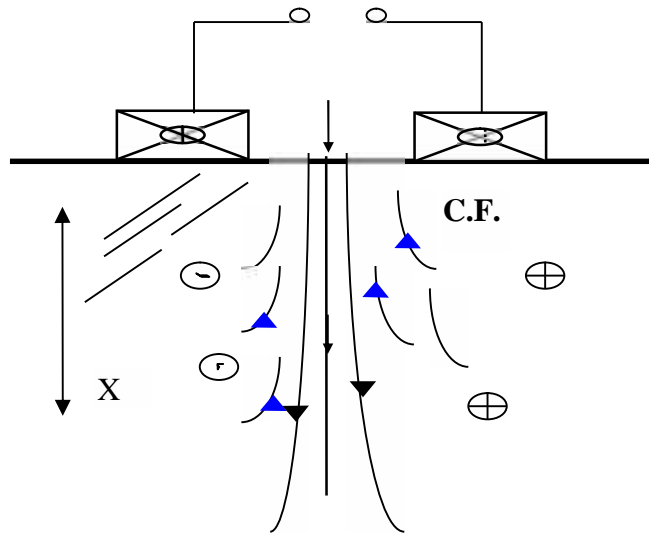
### **III.2.THEORIE DU CONTROLE NON DESTRUCTIF PAR COURANTS DE FOUCAULT :**

Les lois mathématiques régissant les courants de Foucault sont celles de l'électromagnétisme vérifiées par les équations de J. C. MAXWELL .

#### **III.2.1. Répartition des courants de Foucault**

La répartition des courants de Foucault est très importante pour la définition des caractéristiques du matériau ; en effet elle dépend de sa structure (conductivité, perméabilité, géométrie de la pièce...). Dès lors, toute anomalie dans le matériau (changements dimensionnels, présence de défauts tels que fissures, piqûres, arrachements, ...etc.) entraîne la modification du parcours et de l'intensité des courants de Foucault.

La variation du flux dans le capteur entraîne une variation d'impédance de celui-ci.



**Figure III.2 : Répartition des courants de Foucault**

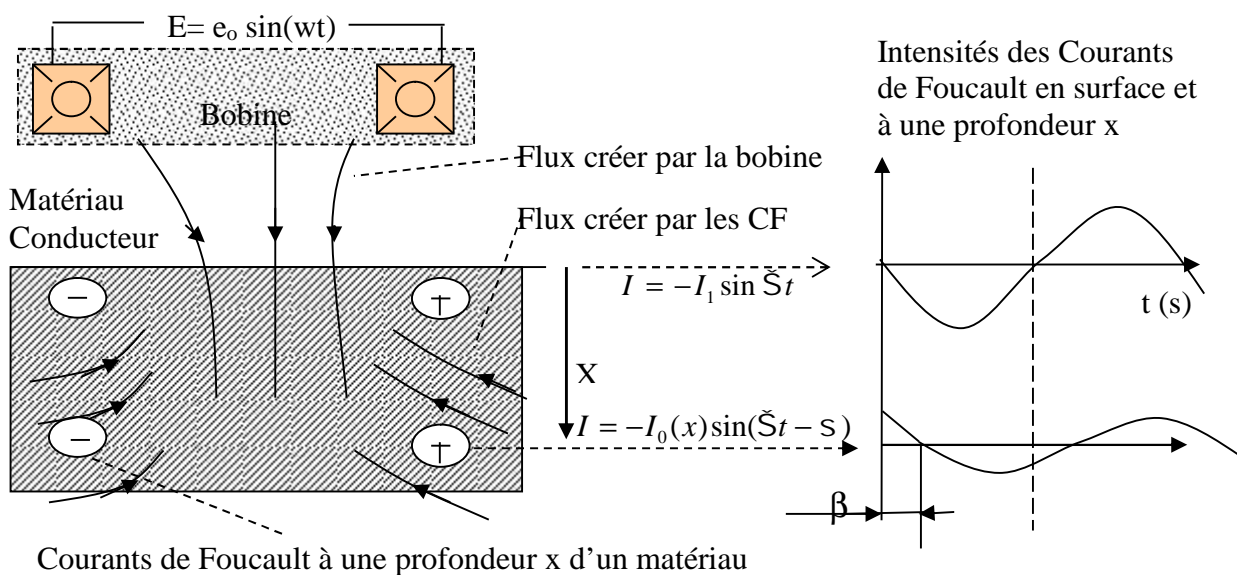
Les courants de Foucault suivent des trajectoires fermées sur des plans perpendiculaires au flux magnétique induit. Leurs intensités dépendent de la profondeur de la pièce.

La figure (III.2) montre le rapport existant entre les densités de courant à la surface et en un point  $x$  à l'intérieur du matériau. Elle est donnée par l'équation suivante [4] :

$$\frac{J_x}{J_0} = e^{-\beta x} \sin(\omega t - \beta x) \quad (\text{III-1})$$

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

Densité des courants à la surface  $J_0$ ,  $e$  avec  $e = 2.718$ .



**Figure III.3 : Courants de Foucault induits dans un matériau**

### III.2.2. Profondeur de pénétration standard :

La profondeur de pénétration standard est la profondeur à laquelle la densité des courants de Foucault diminue de 37% de leur densité à la surface, elle dépend de la résistivité du matériau, de sa perméabilité, et de la fréquence.

$$\delta = 50 \sqrt{\frac{\rho}{\mu_r f}} \quad \text{où} \quad \text{(III-2)}$$

$f$  : est la fréquence en hertz,

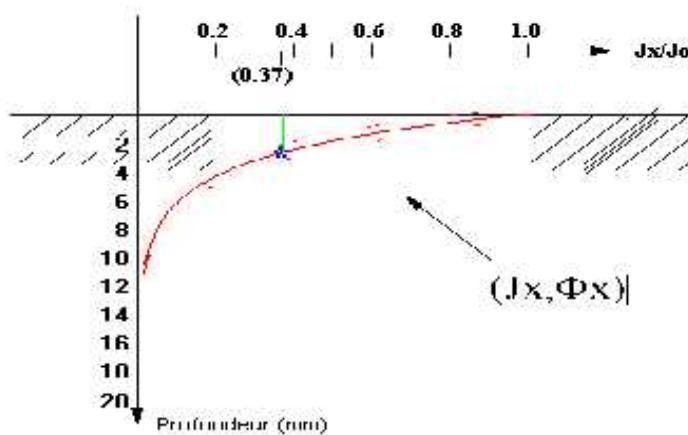
$\mu_r$  : est la perméabilité magnétique relative (sans unités),

$\rho$  : est la résistivité électrique en microhm-centimètres

La pénétration des courants de Foucault diminue lorsque la conductivité, la perméabilité magnétique ou la fréquence augmente, les courants de Foucault circulent de plus en plus en surface. La sensibilité de mesure ou de la détection dépend de ce paramètre. A deux fois la constante de pénétration standard ( $2\delta$ ), la densité de courant de Foucault atteint 13.5% de celle de la surface et à ( $3\delta$ ) la valeur de densité est inférieure à 5%.

Le choix de la fréquence dépend essentiellement de la profondeur à contrôler.

En général, afin de négliger l'influence de l'épaisseur du matériau sur les mesures, le choix de la fréquence de contrôle est déterminé pour des épaisseurs supérieures à ( $3\delta$ ).



**Figure III.4 :** Densité de courants de Foucault en fonction de la profondeur

### III.2.3. Variation de la phase :

Le déphasage varie linéairement avec la profondeur de pénétration dans le matériau. En outre, les courants de Foucault subissent un déphasage qui est fonction de la profondeur dans le matériau .

$$s = \frac{x}{u} = \frac{x}{50 \sqrt{\frac{\rho}{\mu_r f}}} \quad \text{(III-3)}$$

où  $x$  étant la distance par rapport à la surface de la pièce ( figure ci dessous) en mm.

A une profondeur égale à la profondeur standard  $\delta$ , le déphasage est de  $1 \text{ rad}=57^\circ$

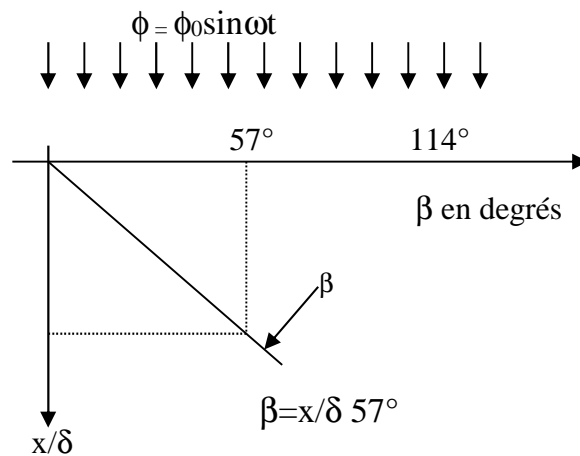


Figure III.5 : Variation de la phase en fonction de la profondeur de pénétration

A deux fois la profondeur de pénétration standard ( $2\delta$ ) le déphasage est de  $114^\circ$ .

#### III.2.4. Diagramme d'impédance :

L'interprétation des résultats du contrôle par courants de Foucault est obtenue indirectement en connaissant la valeur de l'impédance du capteur à tout moment du contrôle. Un capteur à courants de Foucault sans la présence d'un échantillon à contrôler, possède une valeur  $Z_0$  (dite à vide), dont les parties résistives et inductives sont successivement  $R_0$  et  $L_0$ . La présence de l'échantillon modifie la valeur de l'impédance du capteur  $Z_1$ , dont la partie résistive est  $R_1$  et la partie inductive est  $L_1$ .

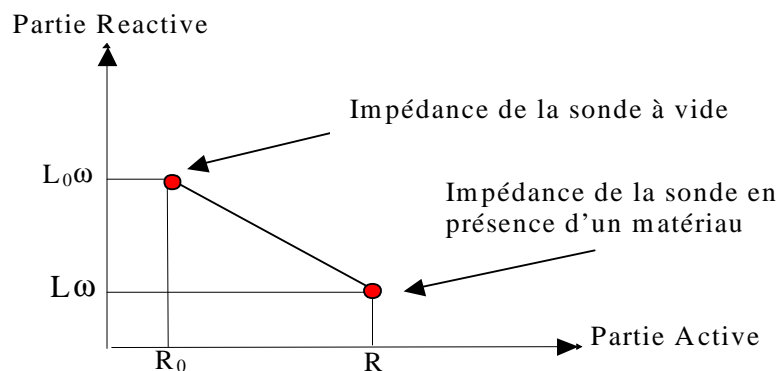


Figure III-6 : Diagramme d'impédance

### a/ Construction du diagramme d'impédance :

Dans un premier cas on supposera que les dimensions de l'échantillon et la conductivité électrique sont constantes.

La bobine entourant le spécimen est alimentée par un générateur à fréquences variable.

Le tracé de la partie inductive en fonction de la partie résistive donne le diagramme d'impédance, qui est l'outil indispensable pour l'interprétation des résultats pour le contrôle non destructif par courant de Foucault. L'évolution de ce diagramme est :

- L'augmentation de la fréquence à partir de zéro provoque l'apparition des courants de Foucault, ce qui se traduit par une augmentation de la résistance apparente de la bobine. Ces courants diminuent le flux d'où une décroissance de la réactance.
- Lorsque la fréquence augmente, les courants de Foucault circulent de plus en plus en surface, ils créent un champ en opposition avec le champ induit, le flux total à l'intérieur du conducteur diminue.
- Pour une fréquence très élevée, le flux total tend vers zéro (effet de peau), les courants de Foucault étant localisés à la surface. Il en résulte une diminution des parties réactives et résistives de l'impédance qui tendent vers zéro.

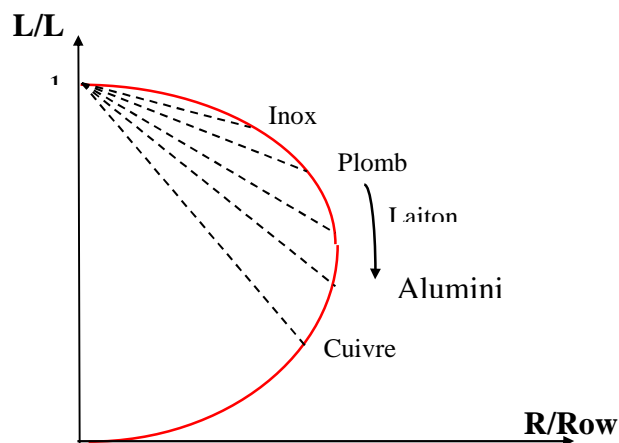


Figure III.7 : Diagramme d'impédance normalisé pour  $f=100$  kHz

### b/ Variation des paramètres dans le diagramme normalisé :

Différentes grandeurs dépendent linéairement de la fréquence. Pour éliminer cet effet 'd'amplification', on divise les impédances par la pulsation  $\omega$ . Cela permet d'éliminer toute dépendance du nombre de spires.

Le tracé de la courbe donnant  $L/L_0$  en fonction de  $R/L_0\omega$  donne le diagramme d'impédance normalisé.



Il est possible, par le diagramme d'impédance normalisé d'analyser la variation physico-chimique de l'échantillon. Tous les paramètres du matériau (dimension, caractéristiques électrique ou magnétique) permettent une représentation semi-circulaire à mesure qu'ils augmentent ou qu'ils diminuent. Dans certaines conditions, il est avantageux de travailler à des endroits précis du diagramme d'impédance. Cela est normalement possible en choisissant les paramètres appropriés pour le contrôle.

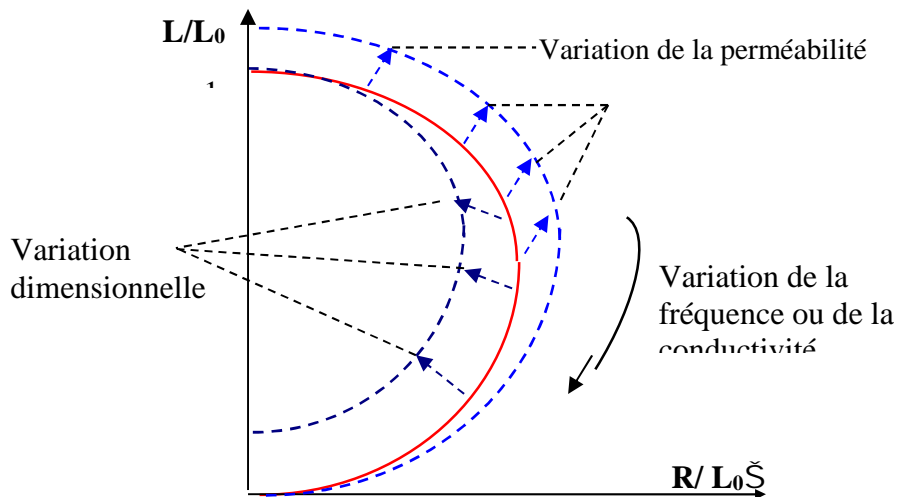


Figure III-8 : Diagramme d'impédance normalisé

Pour un diagramme d'impédance normalisé

$$Z_n = (R + jL\omega) / L_0\omega \quad \text{avec } L_0\omega \text{ impédance à vide de la bobine.}$$

Le point (0,1) du diagramme d'impédance correspond à l'absence des Courants de Foucault:

- Absence de matériau (bobine à vide)
- Le matériau est un matériau isolant (conductivité nulle)
- La bobine est excitée par un courant continu.

Le point (0,0) du diagramme d'impédance correspond à des Courants de Foucault importantes:

- Le matériau est un matériau supra-conducteur (conductivité très importante)
- La bobine est excitée par une fréquence élevée, les courants de Foucault circulent en surface (effet de peau).
- le capteur.

### **III.2.5. Caractéristiques des Courants de Foucault :**

Les CF sont des boucles fermées de courants induits circulant, dans le cas d'un matériau ferromagnétique, dans des plans perpendiculaires au flux magnétique.

Leur circulation est limitée à la région du champ magnétique induit.

Pour un matériau ( $\sigma$  et  $\mu_r$  constants), la profondeur de pénétration diminue avec l'augmentation de la fréquence. La densité des courants de Foucault devient plus forte, près de la surface pour des valeurs importantes de la fréquence.

De même leur déphasage varie en fonction de la fréquence. On a, alors, un retard plus important des CF en profondeur par rapport à ceux de la surface en fonction, toujours, de la fréquence.

#### **a/ Mesure d'épaisseur :**

Cas d'un revêtement ou d'une couche développée par traitement thermique ou thermochimique.

Cette mesure est fondée sur les différences de propriétés physiques, en l'occurrence les variations de conductivité entre le métal de base et le revêtement ou la couche, développée par traitement thermique ou thermochimique.

La mesure est d'autant plus précise que la différence de conductivité entre le support et la couche à mesurer est grande. Dans le cas de couches obtenues par traitements thermiques ou thermochimiques la précision est également plus grande lorsque les couches sont bien distinctes et la zone de diffusion est faible.

#### **b/ Autres cas possibles de mesures d'épaisseur par CF :**

Les CF conviennent à la mesure de matériau conducteur, principalement s'ils sont amagnétiques.

Une autre application est la mesure des épaisseurs de dépôts, de revêtement sur un support, voir même d'un traitement thermique ou thermochimique de surface.

Ses revêtements ou dépôts peuvent être ferromagnétique ou non, conducteurs ou non.

Les techniques de mesure par CF se prêtent bien à la mesure d'épaisseur de produits de révolution à paroi peu épaisse ( de l'ordre du millimètre au maximum par exemple).

### III.2.6. Détection des défauts :

Soit une pièce plane de matériau non ferromagnétique contenant des défauts artificiels (fissure). Le point de fonctionnement se déplace vers le centre (0,1) au fur et à mesure que la profondeur augmente. Toutefois le bord des pièces se situe dans la zone d'action du palpeur, il en résulte une perturbation du signal qui se traduit par une diminution du couplage magnétique mais surtout par une augmentation de la composante résistive (interruption des

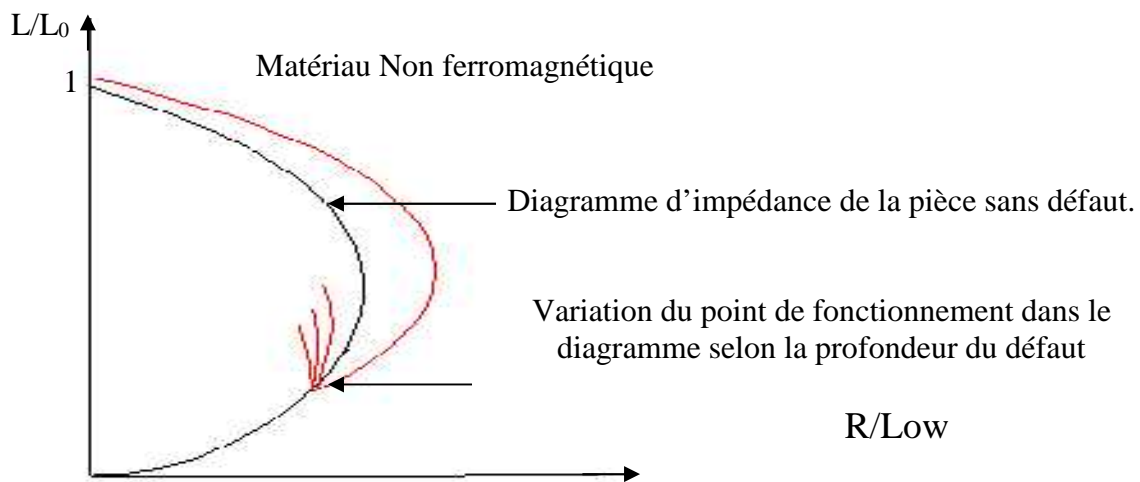


Figure III-13 : Détection de fissures en surface

lignes de courants) comme si l'élément circuit équivalent matériau bobine devenait plus résister (phénomène de bord).

L'amplitude et la phase changent avec la profondeur du défaut.

### III.2.6. Position de la sonde par rapport à l'échantillon :

L'amplitude du signal d'un défaut dépend du rapport (volume défaut / volume examiné), il est donc fonction de la dimension du capteur.

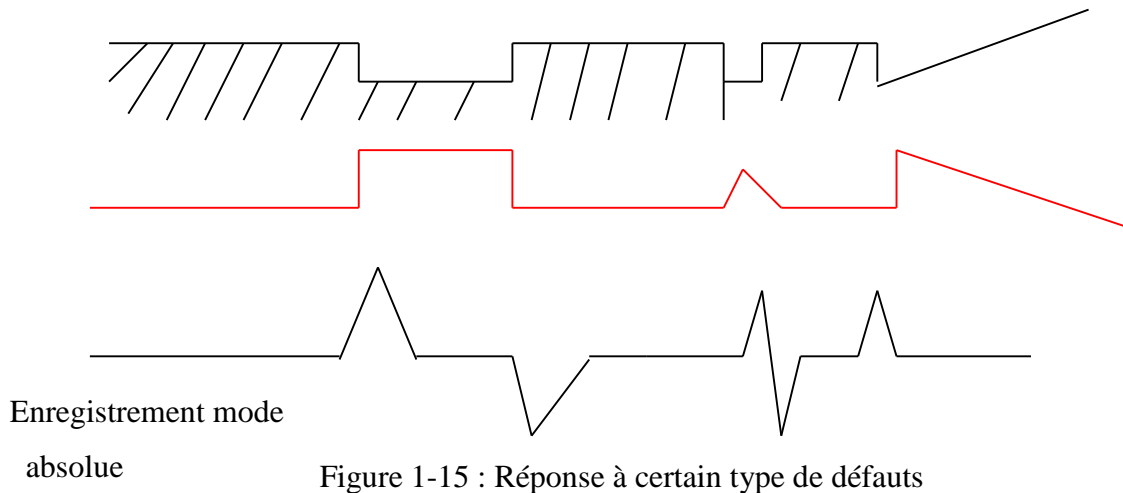
La meilleure détection est obtenue lorsque les courants de Foucault sont perpendiculaires aux défauts. L'augmentation des dimensions du capteur améliorent la surface examinée par contre la sensibilité est réduite. L'éloignement du capteur de l'échantillon à contrôler diminue la sensibilité.

### III.1.3.1.1. Réponse des différents types de capteurs

L'image du défaut dépend principalement :

- Du mode choisi (absolu ou différentiel).
- De la dimension du défaut.
- De la configuration du capteur (bobinages éloignés...)

Ex : Examinons les réponses à des défauts courts et longs

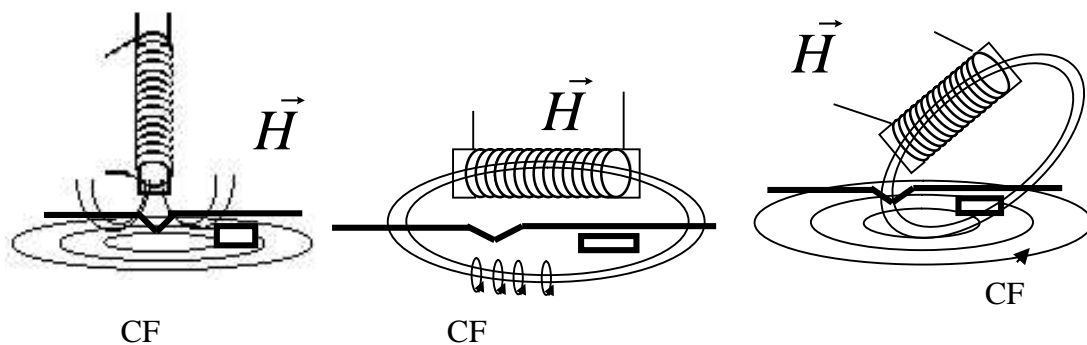


Enregistrement mode

différentiel

### III.4. Application du contrôle par courants de Foucault en Aéronautique :

Le contrôle par courant de Foucault peut compléter ou parfois remplacer le contrôle par ressuage dans la détection des discontinuités de surface, et peut mesurer l'épaisseur de revêtement sur divers substrats. En outre, il est possible d'identifier les composants endommagés afin de les remplacer. Plusieurs autres applications du contrôle par courant de Foucault aux systèmes aérospatiaux peuvent être citées. La conductivité électrique des



Défaut débouchant

défaut laminaire

les deux défauts

alliages d'Alluminum est déterminée par les éléments composés et l'effet des traitements antérieurs. Ainsi, les testes de conductivité par courant de Foucault permettent d'évaluer ces alliages composés.

### **III.4.1. Quelques applications du contrôle par courant de Foucault utilisés en aéronautique**

Parmi les applications du contrôle par courant de Foucault dans le domaine aéronautique et dans le domaine de la détection des détériorations ou dommages occasionnés aux matériaux et aux structures aérospatiaux, nous citons:

1. La mesure d'épaisseur de métal et de revêtement.
2. La mesure de la conductivité électrique des matériaux est influencée par :
  - les éléments composant l'alliage,
  - les traitements thermiques,
  - les variations dimensionnelles,
  - le revêtement,
  - le lift of
  - la température
3. *tri d'alliages d'aluminium;*
4. *Évaluation des dommages occasionnés par la chaleur sur les structures d'avion.*
5. *Inspection par courants de Foucault des rivets et des trous de boulon.*
6. *la mesure d'espacement entre métal, et la détection des fissures de corrosion.*

#### **III.4.1.1. Mesure d'épaisseur de revêtement des pièces métalliques :**

Dans l'industrie aérospatiale, de nombreuses pièces métallique sont revêtues ou plaquées pour obtenir des surfaces de propriétés spéciales telles que, une bonne résistance à la corrosion et à l'usure ou d'apparence amélioré. Des techniques rapides et fiables de mesure sont nécessaires pour contrôler et inspecter l'épaisseur des revêtement tel que la technique de contrôle par courants de foucault.

Quatre types de combinaison de matériau de base et de revêtement se contrôlent par courants de Foucault classé comme suit :

- Feuille métallique ou métal de revêtement sur un matériau de base non conducteur, telle qu'un film métallique sur du verre, la céramique ou sur du plastiques;

- Revêtement métallique avec une conductivité plus élevée que celle du métal de base. Par exemple, cuivre, zinc ou cadmium sur l'acier et aluminium pur sur des matériaux en alliages d'aluminium.
- Revêtement métallique de conductivité inférieure à celle du matériau de base. Par exemple, nickel sur l'aluminium;
- Revêtement non conducteur sur un matériau de base conducteur, telle qu'un film ou une peinture anodique sur de l'aluminium, ou d'autres revêtements organiques sur des métaux.

Pour la mesure de revêtement, le produit de la conductivité électrique et de la perméabilité magnétique ( $\sigma_1 \mu_1$ ) de l'un des matériaux devrait être au moins 1,5 fois plus grand que le produit de la conductivité et de la perméabilité ( $\sigma_2 \mu_2$ ) de l'autre matériel.

Les non-conducteurs tels que l'air, les produits organiques et la peinture ont une valeur de conductivité nulle. Les matériaux non ferromagnétiques ont une perméabilité magnétique relative égale à l'unité. La mesure d'épaisseur de revêtement par courants de Foucault exige que l'épaisseur du matériau de base ajoutée à celui du matériau de revêtement (si il est conducteur) doive être supérieur à trois fois la profondeur de pénétration standard. L'emploi de sonde de petit diamètre augmente la sensibilité de la mesure des faibles épaisseurs de revêtement. Pour un revêtement plus conducteur que celui du métal de base, l'emploi de sonde de faible diamètre et une fréquence plus élevée est recommandé afin de concentrer le maximum des courants induits dans le matériau de revêtement.

#### **III.4.1.2. Mesure d'espacement entre matériau :**

Dans certain cas, un espacement sépare deux feuilles de métal qui peut être rempli de couche adhésive non-conductrice ou de feuille non métallique afin de produire une dimension déterminée. Pour mesurer cet espacement, une fréquence de contrôle doit être choisie de sorte que les courants de Foucault se créent au niveau de la deuxième couche (sub-surface). La fréquence est réduite à fur et à mesure que l'espacement est important.

Des meilleurs mesures d'espacement sont effectuées avec une sonde située au-dessus de la pièce mince; ceci réduit le problème de profondeur de pénétration. Si les deux pièces sont d'épaisseur égale, la sonde devrait être placée sur la pièce de plus faible conductivité.

### III.4.1.3. Exemple de mesure de revêtement :

#### a/ Couche de Titane déposée sur un support en laiton :

Pour une fréquence de contrôle, on obtient deux points dans le diagramme d'impédance correspondant à l'impédance du titane et du Laiton.

En partant d'un matériau massif (laiton), l'adjonction d'une couche conductrice de Conductivité inférieure à celle du support (titane) réduit l'importance des courants de Foucault.

Pour le cas inverse (Laiton sur un support en Titane), l'adjonction d'une couche conductrice de conductivité supérieure à celle de matériau de base, revient à augmenter artificiellement la conductivité du matériau pour un coefficient de remplissage constant.

Cette structure à deux couches n'est pas homogène. La distribution des courants n'est pas la même, la mesure de l'épaisseur du revêtement n'est possible que si l'épaisseur de la couche est inférieure à  $(\delta)$  dans le laiton, faute de quoi le revêtement se comporte comme un matériau

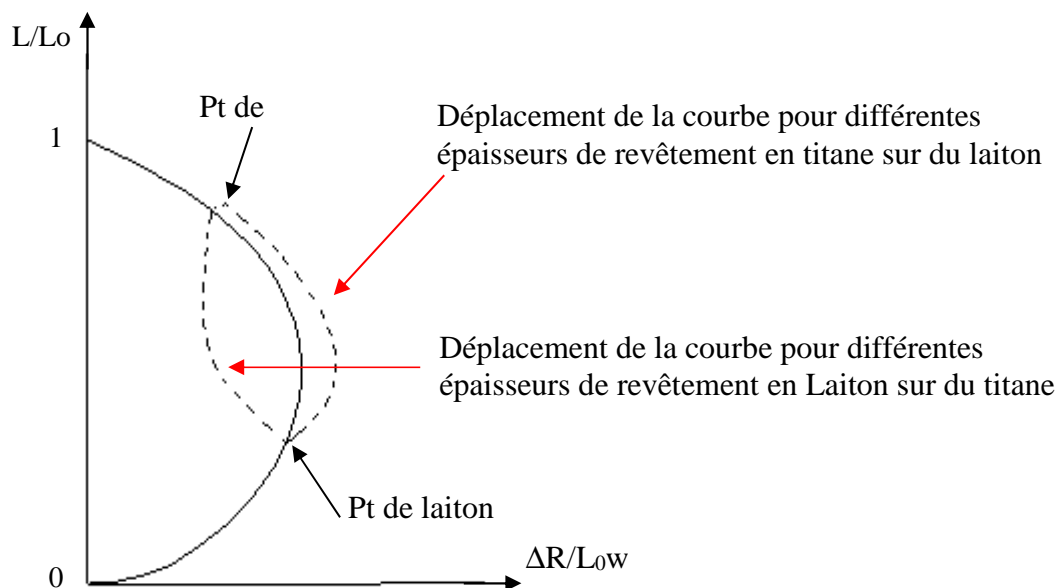


Figure III-19 : mesure de revêtement en titane sur un support en laiton massif.

Le rajout d'un substrat moins conducteur se comporte de la même manière qu'une augmentation de l'épaisseur.

De l'extérieur, la profondeur de pénétration augmente inversement avec l'épaisseur de laiton.

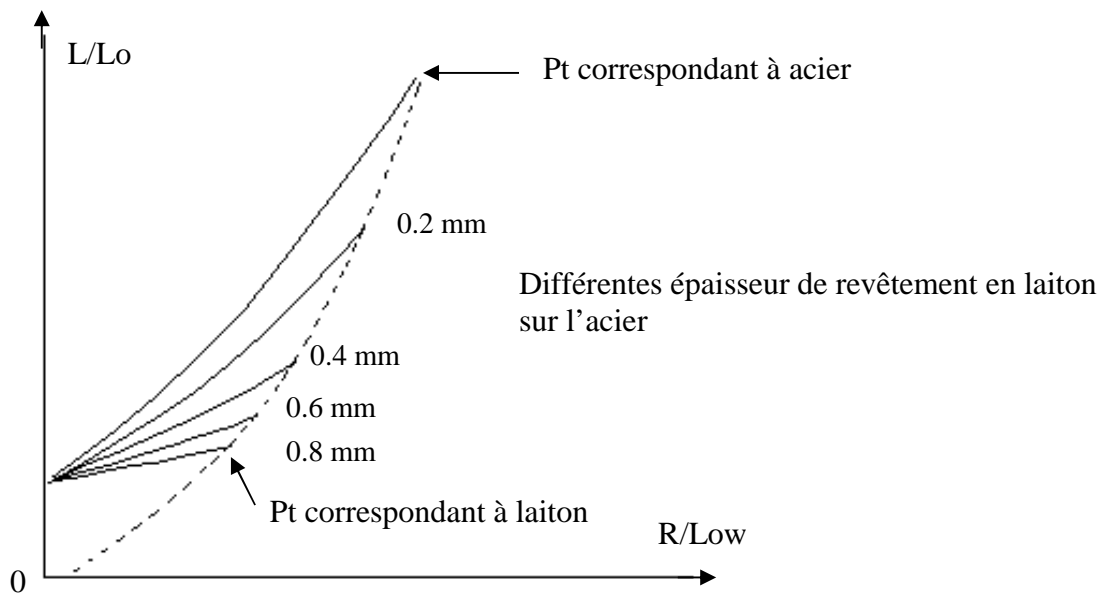


Figure III-20: mesure d'épaisseur de revêtement en laiton sur l'acier

#### **b/ Matériau non magnétique sur matériau magnétique :**

Pour une fréquence  $f$ , le point correspondant à l'acier dans le diagramme d'impédance normalisé se déplace vers le point correspondant au matériau de revêtement (laiton).

#### **III.4.1.4. Mesure de conductivité**

##### **a/ Influence des éléments composant l'alliage sur la conductivité :**

La plupart des métaux sont des alliages se composant d'un métal de base et de plusieurs éléments d'alliage supplémentaires pour obtenir des propriétés spécifiques. L'addition d'éléments ou d'impuretés à un métal pur change sa conductivité. Généralement, l'élément d'alliage interfère à l'écoulement des électrons, ce qui réduit la conductivité du métal allié au-dessous de celle du métal pur.

##### **b/ Influence des traitement thermique et mécaniques sur la conductivité électrique :**

La conductivité d'un alliage particulier est influencée par les traitements thermiques et par les efforts Durant la fabrication. Le traitement thermique change la structure cristalline ou des grains et la distribution des éléments d'alliage, ce qui affecte le parcours des électrons. L'effort subit pendant la fabrication interfère à l'écoulement des électrons. Les effets combinés des éléments d'alliage, du traitement thermique, et de l'effort de fabrication, établissent une



plage de conductivité au lieu d'une valeur de conductivité spécifique de n'importe quel alliage métallique.

### **c/ Influence de la température sur la conductivité.**

La température est un paramètre important dans le contrôle, en particulier quand les courants de Foucault sont employés pour établir une gamme de conductivité de base d'un alliage. Si la température augmente, la résistivité augmente et la conductivité diminue. Toucher des doigts le spécimen de référence standard peut changer sa température et sa conductivité apparente. A une température ambiante (20 °C), La résistivité d'une pièce de cuivre standard change de 0,4 % pour chaque variation de température d'un degré Celsius. Pour l'aluminium pur, on observe un changement d'approximativement 12 % IACS pour une variation de température de 55 °C, donc une variation de 2,828 micro ohms centimètres pour un coefficient de température de 0,0039 à 20 °C. si la conductivité de l'aluminium pur est de 62 % IACS à 20 °C , alors on obtient une conductivité de 55 %IACS à 48 °C et une conductivité de 69 %IACS à -10 °C.

### **d/ Tri et recouvrement de conductivité des alliages d'aluminium traité thermiquement :**

Des limitations de mesure de conductivité par courants de Foucault dans le tri des alliages mélangés surgissent quand occasionnellement, il y'a recouvrement de la résistivité de deux alliages ou plus. Les gammes de conductivités de plusieurs alliages d'aluminium dans différentes conditions de traitement thermique ou de trempes se recouvrent. Par exemples, des alliages d'aluminium 2014-t6, 2024-t6 et 6061-t4 ne peuvent pas être différencié par des tests de conductivité parce que leurs gammes de résistivité sont presque identiques. Dans la plupart des cas, un appareil portatif de contrôle de dureté peut être employé pour compléter l'identification.

Les matériaux de technologie aérospatiaux sont soumis à un traitement thermique pour obtenir plus de dureté ou certaines propriétés physiques ou mécaniques. Les effets des traitements thermiques tels que la précipitation (ou vieillissement) employés pour augmenter la résistance des alliages, expliquent la relation entre les propriétés physiques des alliages et leurs conductivités électriques. La précipitation tend à rassembler les atomes étrangers qui avaient servi à disperser les électrons de conduction. Par conséquent, la résistivité diminue habituellement, et la conductivité électrique augmente pendant le vieillissement des alliages d'aluminium traité thermiquement.

### III-5- Etude et réalisation des sondes :

#### III-5-1- Description des capteurs à Courants de Foucault :

La sensibilité aux défauts et autres paramètres de contrôle de pièces peuvent être modifiés par la conception de la sonde, il suffit d'établir la direction de circulation des courants de Foucault, de régler l'intensité du champ magnétique, de choisir la bobine de taille appropriée et de la géométrie de la pièce à contrôler.

Les sondes permettent des mesures ponctuelles, elles sont maintenues perpendiculaires à la surface, leur profil doit épouser le mieux possible celui de l'échantillon.

L'utilisation de la ferrite comme noyaux des sondes permet :

- D'augmenter l'induction magnétique (perméabilité importante),
- D'augmenter le flux magnétique (réductance très faible),
- De diminuer la surface de contact (l'assimiler à un point) par la focalisation du champ magnétique.

Afin de vérifier l'efficacité de nos sondes, des tests seront effectués :

- La réponse par le diagramme d'impédance sur un matériau conducteur.
- La réponse de la variation de la partie réelle, de la partie imaginaire et de l'impédance en fonction de la fréquence et cela sans et avec présence de l'échantillon.
- Une cartographie de la pièce étalon contenant des défauts de dimensions connues.

##### 4.1.1.1. Fonction d'un Capteur

###### a/ Capteur à double fonction

Dans ce cas, le capteur est constitué de un ou plusieurs bobinages qui agissent à la fois comme émetteur et récepteur. Le même bobinage est utilisé pour induire des courants dans la pièce, et recevoir les informations, soit en mesurant l'impédance de la bobine d'excitation, soit en mesurant la f.e.m induite dans une bobine placée dans un champ créé par la même bobine d'excitation et par les courants de Foucault. (à l'aide d'une résistance placée en série avec la bobine a fin de mesurer la variation du courant de la bobine  $R=1\Omega$ )

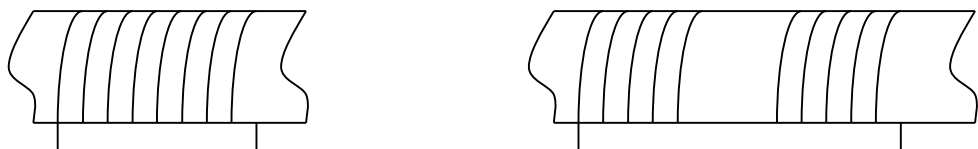
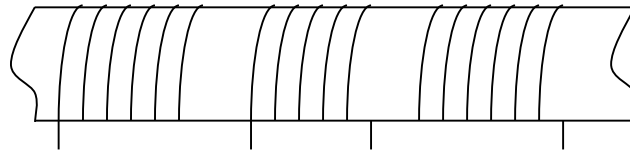


Figure III-21: Bobinage simple

#### b/ Capteur à fonction séparée (émission-réception)

Il est constitué de deux bobinages, l'un produit une induction d'excitation et l'autre sert de récepteur du flux magnétique. Ils sont souvent utilisés pour un contrôle qui nécessite un champ magnétique intense.



**Figure III-22 :** Capteur à fonction séparée

#### c/ Capteur multiple

Dans plusieurs applications, la constitution d'un multicapteur est nécessaire pour répondre à certains impératifs. Pour les problèmes de CND d'une pièce selon un ou deux axes, la procédure d'inspection effectuée à l'aide d'un capteur unique peut s'avérer trop longue et nécessite l'association en ligne de plusieurs capteurs. En multiplexant les informations issues de chacun d'eux, il est possible d'accéder plus rapidement aux propriétés de la cible. Sur ce principe, des multi- capteurs permettant la résolution du profil de la cible en utilisant l'information sur les distances séparant chaque capteur

### III-5-2- Géométrie d'un Capteurs :

La sensibilité de détection d'un défaut dans un matériau dépend de sa position (en surface ou en profondeur) de sa forme et de son orientation, la détection sera d'autant meilleure que le défaut est orienté perpendiculairement aux lignes de champs induits. Il est donc préférable que le champ magnétique généré soit principalement parallèle aux anomalies, de telle sorte que les courants de Foucault créés soient perpendiculaires à la direction des défauts, on obtient ainsi une perturbation maximale des courants induits, et par conséquent une variation maximale de l'impédance du capteur.

### III-5-3- Différents type de Capteurs :

Différents assemblages sont faits en fonction de la pièce à contrôler et de discontinuité recherchée et encore selon la position du capteur par rapport à l'échantillon [4],[36].

Actuellement, il existe trois grandes familles de capteurs :

### a/ Les palpeurs

On les utilise pour des plaques ou d'objets de formes irrégulières se sont des bobines de petites sections.

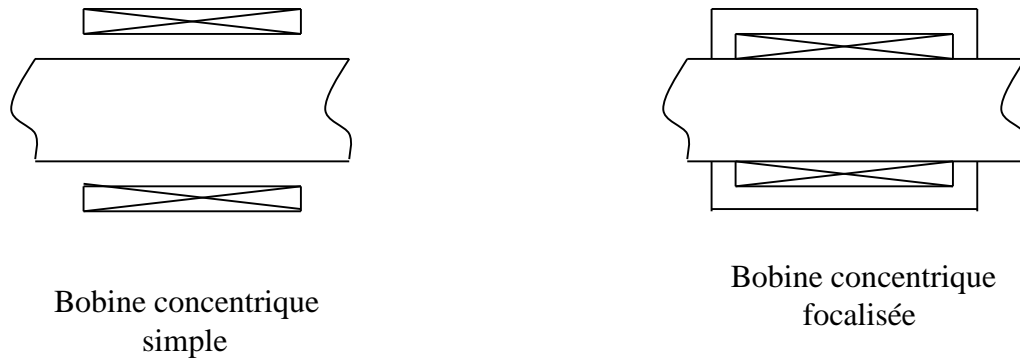
Ils effectuent des mesures ponctuelles, ils sont maintenus perpendiculairement à la surface, leurs profils doivent épouser le mieux possible celui de l'échantillon pour obtenir une meilleure sensibilité, car la sensibilité dépend de la distance entre le palpeur et l'échantillon.



**Figure III-23 :** *Différents types de palpeurs*

### b/ Les bobines encerclant :

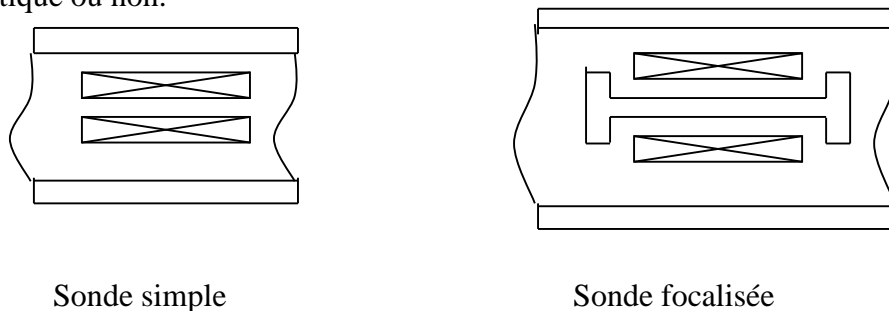
Elles entourent l'échantillon généralement cylindrique, effectuent ainsi une mesure globale de la section.



**Figure III-24 :** *Différents types de bobines*

### c/ sondes

Elles permettent de contrôler les tubes par l'intérieur, elles peuvent avoir des noyaux magnétique ou non.



**Figure III-25 :** *Différents types de sondes*

### **III-5-4- Mode de mesures :**

#### **a/ mesure absolue :**

Le capteur effectue une mesure sur la zone intéressée de l'échantillon et ne fait aucune comparaison c'est-à-dire la mesure des caractéristiques du matériau lui-même (mesure de conductivité, d'épaisseur, .....).

#### **b/ mesure différentielle :**

Le capteur effectue une comparaison soit entre un objet prise comme référence (tri des matériaux), soit entre deux régions d'un même échantillon (recherche de défauts).

### Influences du Nombres des spires

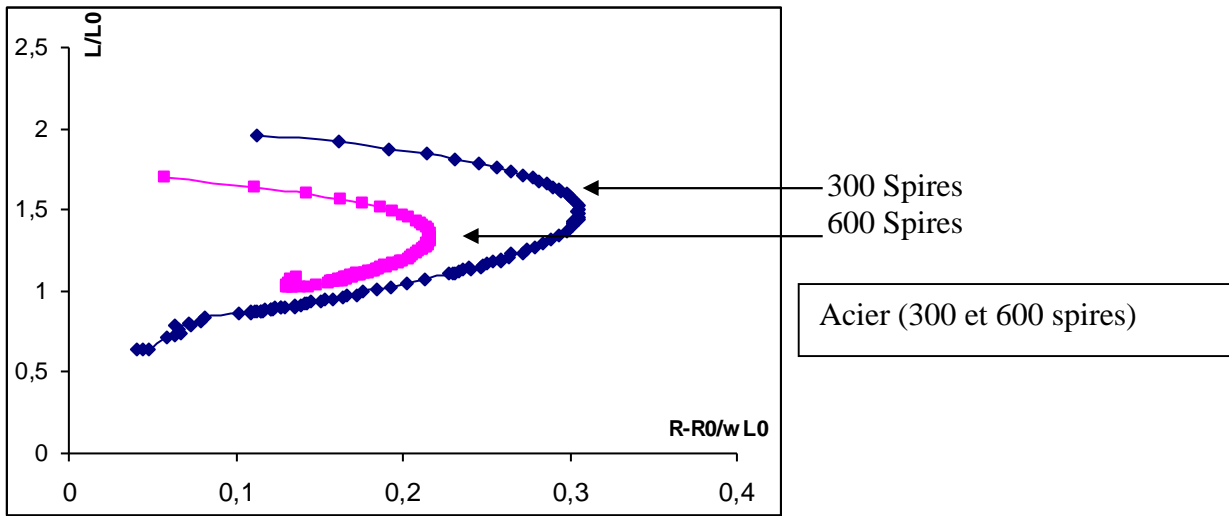


Fig IV - 1

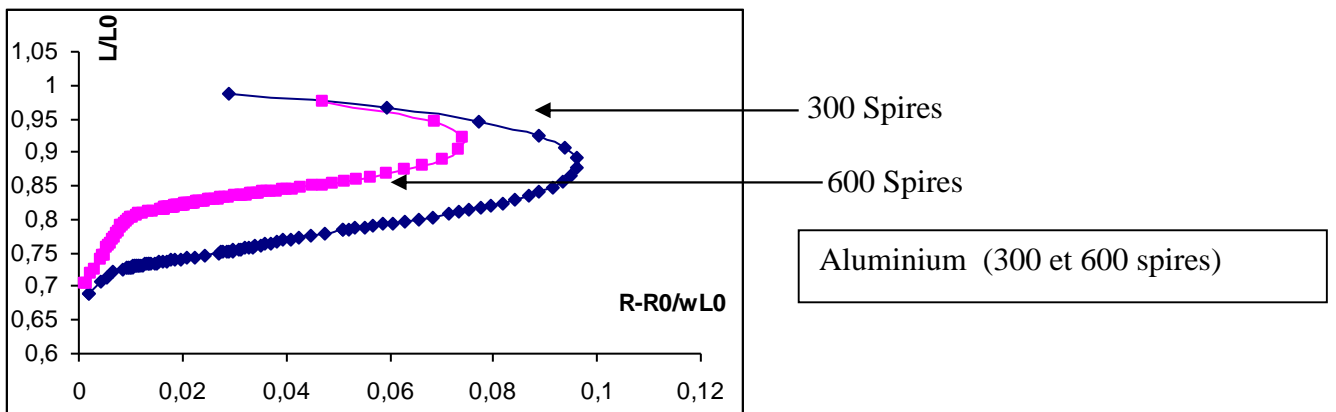


Fig IV - 2

### Influences du la structure

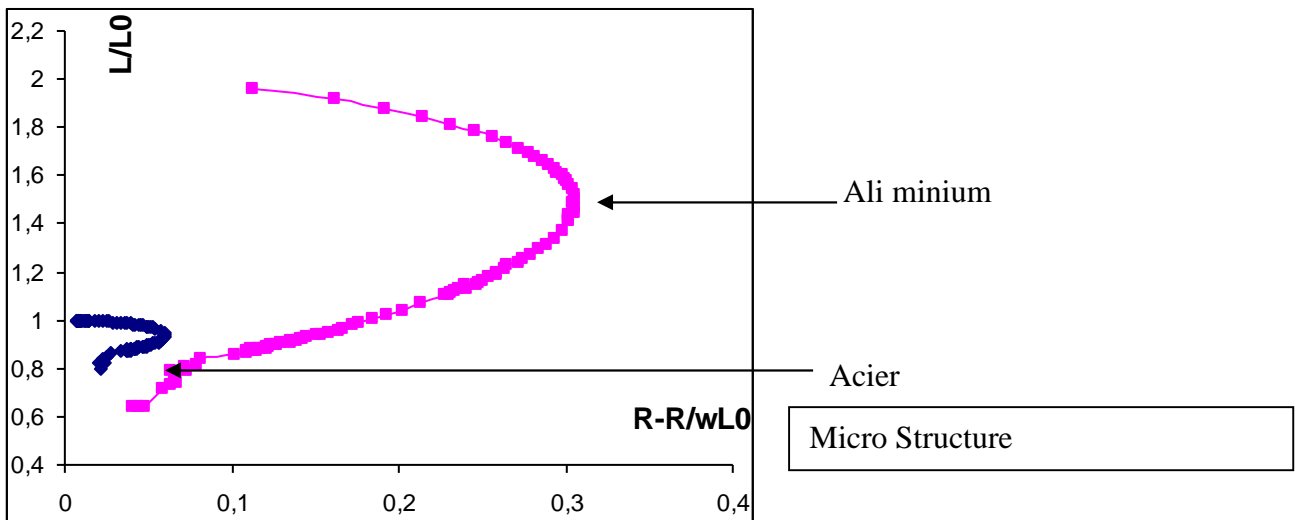
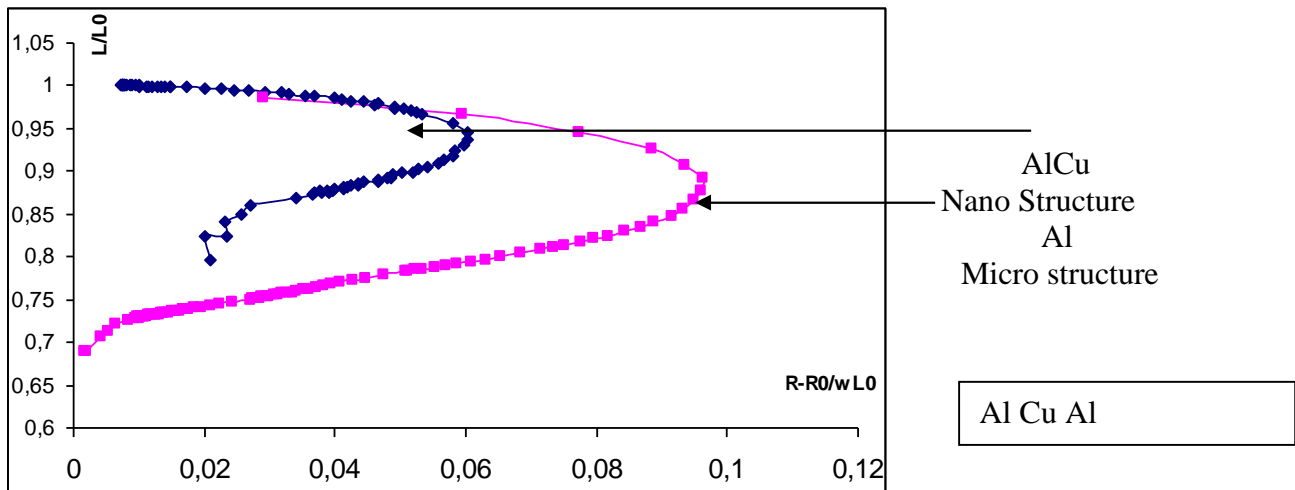


Fig IV-3



FigIV-4

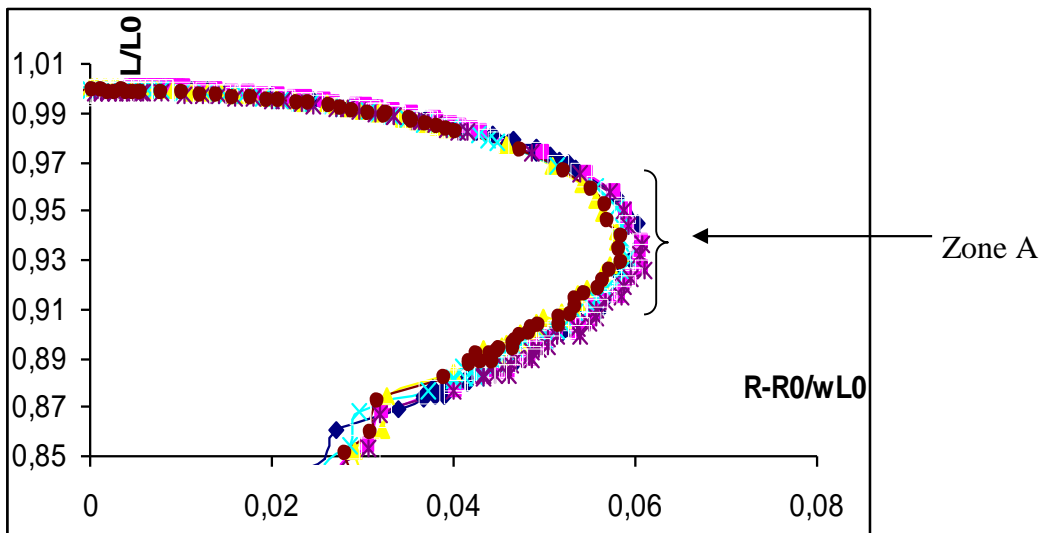


Fig IV-5

#### **IV-1 –A Influence du Nombres des spires**

Comme nous avons que l'induction magnétique est proportionnelle au nombre de spire ; alors pour quel champ magnétique on a une bonne sensibilité.

Nous avons procédé pour 300 et 600 spires pour le cas ferromagnétique et non ferromagnétique pour les figures IV-1, IV - 2.

Les figures IV-1 ,IV-2 nous montre comme une bonne sensibilité pour  $n = 300$  Spire.

#### **IV-2- Tri du Matériaux :**

Le contrôle par courants de Foucault est basé sur la création des courant électrique dans le matériau à contrôler et sur l'observation de leur comportement.

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

La technique du courant de Foucault elles ont ne large application soit par détection des défauts , soit la caractérisation des matériaux , et le tri de matériaux.

La technique des CF elle été applique que pour les micro Structure, as ce que la technique suit les loi pour les structure .Nous avons procéder au diagramme d'impédance Al et Al Cu sont presente si dessus FigIV-3.

On a un Retressement Al Cu paraport au Al Qui signifier une augmentation de la conductivité qui est le cas de micro Structure.

La figure IV-5 représente les différentes courbe d'impédance AlCu, en fonction de temps de broyage jusque à 54 heur , la varriation elle n'est pas apparente alors Nous procèdent à la mesure pour zone A seulement . Cette approche est applique Pour tous les échantillon nano structure .



**Mesure et analyse :**

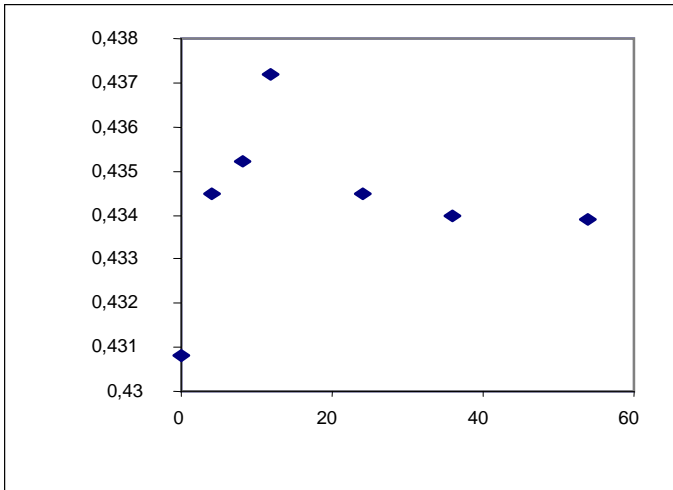


Figure IV-6: comportement de l'impedance en temps de broyage

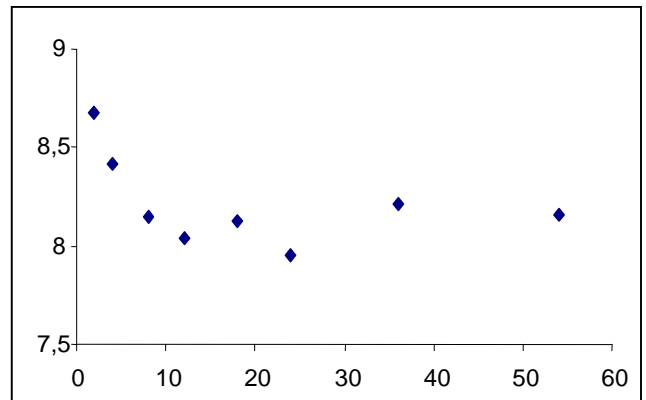


Figure: comportment of impedance  $Fe_{70}Co_{18}Ni_{12}$  in times milling

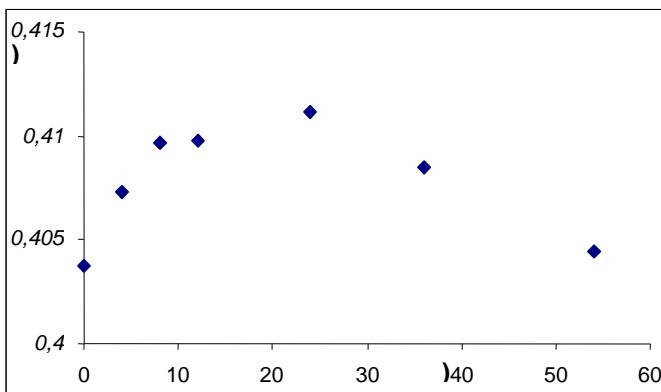


Figure: comportment of impedance Fe in times milling

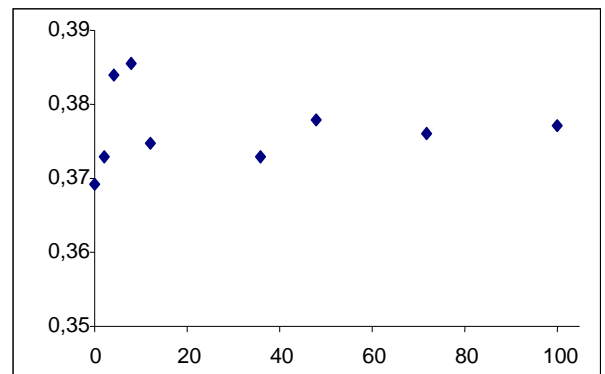


Figure: comportment of impedance  $Fe_{80}Ni_{20}$  in times milling

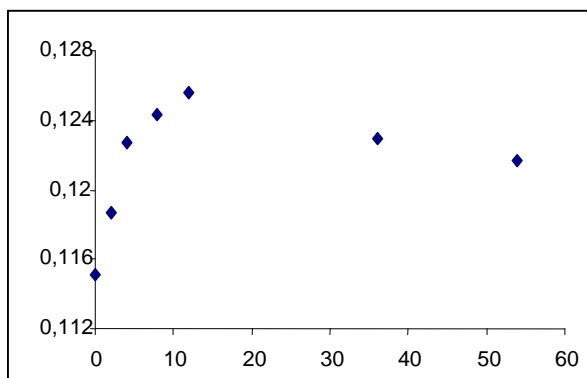


Figure: comportment of impedance  $Fe_{60}Co_{40}$  in times milling

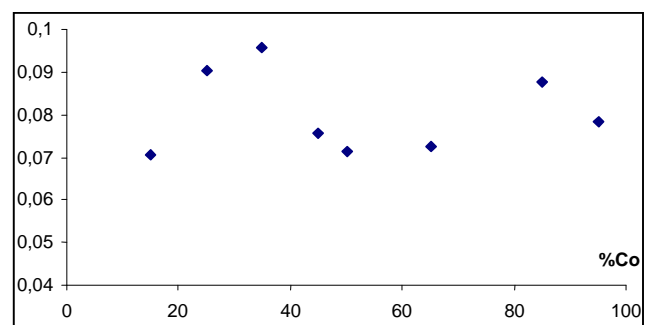


Figure5: Variation of the impedance as a function of %CO

## Conclusion

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

L'étude théorique exposée a permis la compréhension des phénomènes de génération et d'élaboration par mécanosynthèse.

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

Le contrôle par courants de Foucault est basé sur la création des courant électrique dans le matériau à contrôler et sur l'observation de leur comportement. Les courants de Foucault sont des courants induits dans un matériau conducteur électrique par une variation temporelle du flux d'induction magnétique. Ces courants créent un flux magnétique de manière à s'opposer et à réduire l'induction d'excitation. La technique du courant de Foucault. Elles ont une large application soit par détection des défauts, soit la caractérisation des matériaux, et le tri de matériaux.

La technique des CF n'a été appliqué que pour les micro Structure, as ce que la technique suit les loi pour les structure .Nous avons procéder au diagramme d'impédance Al et Al Cu.

La diminution et l'augmentation de l'impédance est probablement est due ou grand- petite particule l'impédance ce dépend fortement de la taille des grains de particule.

Généralement les petite particule ferromagnétique résulte un grande impédance cependant on remarquant que la variation de l'impédance, elle n'est pas proportionnelle au temps de broyage ou bien la taille des grains car il y'a plusieurs variation structural (joint de grains, remarquant que la variation de l'impédance, elle n'est pas proportionnelle au temps de broyage ou bien la taille des grains car il y'a plusieurs variation structural (joint de grains, paramètre, cristallographie, différente énergie .....)) due à l'affinement des grains jusqu 10 nm.

La variation de l'impédance n'est pas proportionnelle au temps de broyage ou bien la taille des grains car il y a plusieurs variation structural (joint de grains, dépends avec la structure cristallographique des matériaux ( paramètre électromagnétique).

## **Bibliographie**

- [1]: Y. Chen, R. le Hzift and G. Martin, sol. Start. Phen vol.23 et 24 (1992)
- [2]: A. calka, A, p Radling, Master sci, eng, A (134), (1991)
- [3]: P.H. Shingu, Mechanical alloying, Matériaux Science Forum 88-89 (1992)
- [4] : L. Renato de Araujo pontes, these de doctorat, Institut National polytechnique de Lorraine (1992)
- [5] : P.S. Gilman and J.S. Benjamin, Ann. Rev. Master, sci.vol.13 (1983)
- [6]: DO KIM, Young. jYoul chung, K. jongryoul.j.h yeongtag, Master sci. and eng.A291 (2000)
- [7] : S. Senoussi, J. physic. Paris (1984)
- [8] : H.J. Richter, J.phys (1999)
- [9]W. Wernsorfer, these de doctorat, université J.Fourier-Grenoble (1992)

## **Documentation**

PAUL Mc INTIRE : Nanodestructive testing handbook (volume force electromagnetic testing).

Les micro-ondes (circuits, microrubans, fibres) A.620.180.EX1)

F. GARDIOL électromagnétisme (DUNOD)

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

Livre : nanomatériaux observatoire français des techniques avancées (ARAGO27)

