

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université SAAD DAHLEB BLIDA-1-

Institut d'Aéronautique et des Etudes Spatiales

Département : Construction



Mémoire de fin d'études

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de Master en Aéronautique

Option : structure Avions

**ETUDE SUR L'ELABORATION ET LA CARACTERISATION DE L'ALLIAGE
NANOSTRUCTURE FER –ALUMINIUM- VANADIUM**

Fait par :

Mr: Derkaoua Youcef

Mr: Aidel Walid

Dirigé par:

Mme : Hamlati Zineb

Promotion 2018

REMERCIEMENTS

A l'issue de ce travail, nous voulons d'abord remercier Allah de nous guider et donner la force, le courage et la patience pour tirer le meilleur de nous-même dans ce travail :

On tient à exprimer ici nos sincères remerciements à tous ceux qui ont contribué à la réalisation de ce mémoire.

On souhaite tout d'abord remercier notre promotrice Mme Hamlati, on la remercie de nous avoir encadrées, orientées, aidées et conseillées.

On remercie plus particulièrement madame Otmane Fadila enseignante à l'institut d'aéronautique et Monsieur Sofiane Taane pour leurs aide dans la caractérisation hyperfréquences et microdureté et pour leurs réponses à nos questions, leurs remarques constructives et leurs aides qui ont grandement contribués à la qualité du travail accompli.

On remercie aussi monsieur Nabil Forta le doctorant à l'USTHB qui nous a donné un grand aide sur le logiciel Highscore.

On adresse nos sincères remerciements à nos parents et à tous les professeurs, intervenants et toutes les personnes qui par leurs paroles, leurs écrits, leurs conseils et leurs critiques ont guidés nos réflexions et ont acceptés à nous rencontrer et répondre à nos questions durant nos recherches. A tous ces intervenants, on présente nos remerciements, notre respect et gratitude.

Résumé

Ce mémoire est consacré à l'élaboration et l'étude de l'alliage nanostructuré $\text{Fe}_{72}\text{Al}_{23}\text{V}_5$ (% massique). La synthèse des alliages a été réalisée à partir d'un mélange de poudres d'éléments purs de fer, d'aluminium et de vanadium à l'aide d'un broyeur planétaire. Les propriétés structurales et microstructurales ont été déterminées par Microscopie électronique à balayage (MEB), Diffraction des rayons X (DRX), microdureté et tests d'hyperfréquences. L'ajout de quelques milligrammes de vanadium a provoqué d'importants changements dans la microstructure. Les paramètres de maille et les taux de microdéformations augmentent alors que la taille moyenne des grains diminue. La MEB a montré que durant les premiers stades de broyage la taille moyenne des particules augmente ensuite elle diminue jusqu'à l'équilibre entre le phénomène de soudage et de fracture.

Mots clés : Matériaux nanostructurés, Diffraction de rayons X, Mécanosynthèse, Fe-Al, Vanadium, hyperfréquences.

ملخص

هذه الرسالة مخصصة لتطوير ودراسة سبيكة $Fe_{72}Al_{23}V_5$ ذات البنية النانوية (الكتلة%). تم تركيب خليط من العناصر النقية من الحديد والألمنيوم والفناديوم باستخدام مطحنة. تم تحديد الخواص التركيبية والهيكلية المجهرية عن طريق مسح المجهر الإلكتروني (MEB) ، حيود الأشعة السينية (XRD) ، الدقيقة ، واختبار الميكروويف. تسبب إضافة بضعة مليغرامات من الفناديوم في حدوث تغييرات كبيرة في البنية المجهرية. تزداد معاملات الشبكة ومعدلات التشوه الجزئي مع انخفاض متوسط حجم الحبوب. وقد أظهرت SEM أنه خلال المراحل الأولى من الطحن يزداد متوسط حجم الجسيمات ومن ثم ينخفض إلى التوازن بين ظواهر اللحام والكسر.

الكلمات المفتاحية: المواد النانومترية، حيود الأشعة السينية، ميكانيكا الميكنة الحديد، الفناديوم، الميكروويف.

Abstract

This work is dedicated to the development and study of the nanostructured Fe₇₂Al₂₃V₅ alloy (Wt%). The synthesis of the alloys was carried out from a mixture of powders of pure elements of iron, aluminum and vanadium using a planetary mill. Structural and microstructural properties were determined by scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD), microhardness, and microwave testing. The addition of a few milligrams of vanadium has caused significant changes in the microstructure. Mesh parameters and micro-deformation rates increase as mean grain size decreases. SEM showed that during the first grinding stages the average particle size increases and then decreases to equilibrium between the phenomenon of welding and fracture.

Key words: Nanostructured materials, X-ray diffraction, Mechanosynthesis, Fe-Al, Vanadium, microwaves

LISTE DES FIGURES

Figure	Titre	Page
Figure 1.1	Représentation de l'échelle nanométrique	04
Figure 1.2	Évolution de nombre d'atomes par surface en fonction de nombre d'atome constituant d'une particule	05
Figure 1.3	Classification des nanocomposites	10
Figure 1.4	Al ₂ O ₃ / 15 vol% SiC nanocomposite à matrice céramique	11
Figure 1.5	Polyester/SiO ₂ nanocomposite à matrice polymère	12
Figure 1.6	Multilcouche Al/SiC nanocomposite à matrice métallique	13
Figure 1.7	Vanadium	23
Figure 1.8	Schéma illustrant la microstructure désirée pour le matériau FeAlV	19
Figure 2.1	Différents types de broyeur : (a) à boulets (b) attriteur, (c) planétaire	23
Figure 2.2	Les différents états de broyage, la vitesse de rotation croît de (a)à (c)	24
Figure 3.1	Photographie des 4 jarres et schématisation de l'action des billes pendant le	33
Figure 3.2	Les temps de broyage et technique de caractérisation	34
Figure 3.3	Schéma de Microscope Electronique à Balayage (MEB) [4]	35
Figure 3.4	Famille de plans réticulaires de distance d, sur lesquels diffracte un faisceau de rayons X	37
Figure 3.5	Diffractogramme d'une poudre de cuivre, chaque pic de diffraction est associé à une famille de plans réticulaires d'indices (h, k, l).	39
Figure 3.6	Exemple d'ajustement d'un pic de diffraction X obtenu sur un mélange de poudre de nickel et de fer broyée pendant 1h30. Le pic expérimental est une convolution de deux pics Caractéristiques des phases de nickel pur et de Ni ₃ Fe	40
Figure 3.7	Effet des contraintes sur la largeur et la position d'un pic de diffraction X	41

Figure 3.8	Principe de la dureté Vickers	44
Figure 3.9	Spectre électromagnétique [21].	45
Figure 3.10	La configuration d'une chaîne de mesure du coefficient de réflexion	47
Figure 4.1	Morphologie de la poudre $Fe_{72}Al_{23}V_5$ (wt %) après 5h de broyage, (a) En mode de détection des électrons secondaires. (b) En mode de détection des électrons rétrodiffusés	50
Figure 4.2	Morphologie de la poudre $Fe_{72}Al_{23}V_5$ (wt %) après 15 h de broyage, (a) En mode de détection des électrons secondaires. (b) En mode de détection des électrons rétrodiffusés	51
Figure 4.3	a) Morphologie de la poudre $Fe_{72}Al_{23}V_5$ (wt %) après 15 h de broyage en mode de détection des électrons rétrodiffusés. (b) Analyse chimique par EDS.	52
Figure 4.4	Morphologie de la poudre $Fe_{72}Al_{23}V_5$ après 30 h de broyage, (a) En mode de détection des électrons secondaires X 1200, (b) En mode de détection des électrons rétrodiffusés X 4000	53
Figure 4.5	Comparaison des diffractogrammes de la poudre $Fe_{72}Al_{23}V_5$ (wt %) en fonction du temps de broyage entre 0 et 30 h.	54
Figure 4.6	Zoom sur l'évolution du pic de diffraction le plus intense du mélange $Fe_{72}Al_{23}V_5$ en fonction de temps de broyage	55
Figure 4.7	L'évolution de la taille des grains et les microdéformations en fonction du temps de broyage	56
Figure 4.8	Evolution du paramètre de maille en fonction de la durée de broyage	57
Figure 4.9	Coefficient de réflexion en fonction de la fréquence des composés broyés 15 et 30h	59
Figure 4.10	Variation de la microdureté en fonction de la durée de broyage.	60

NOMENCLATURE

NCMP : nanocomposites à matrice polymère

NCMM : nanocomposites à matrice métallique

NTC : nanotube carbone

MEMS : Micro Systèmes Électromécaniques

NEMS : Nano Electro Systèmes mécaniques

MEB : la microscopie électronique à balayage (en anglais scanning electron microscopy SEM)

DRX : la diffraction de rayons X.

MA : "mechanical alloying" en anglais

PM : planétaire Pulvérisette

BPR : rapport massique billes / poudre

EDX : système de microanalyse

EDS : Spectrométrie par dispersion en énergie

PIXcel : PANALITICAL X'Pert Pro cel

PCA : agent de contrôle du processus (Process Control Agent).

JG : joint de grain.

SEI : détection des électrons secondaires

BES : détection des électrons rétrodiffusés

cc : cubique centré

cfc : cubique à faces centrées

Al : l'aluminium

Fe : Fer

V : vanadium

Ti : titane

B : bore

ASTM : American Society for Testing and Materials

σ : limite élastique.

σ_0 et k : constantes liées au matériau.

k : le coefficient de renforcement.

D : Taille des grains..

nm : nanomètre

EM : module élastique

K : constante de vitesse.

γ : l'énergie libre des joints de grains par unité de surface.

Ω : une vitesse variable

$d_{h,k,l}$: la distance réticulaire des plans d'indices (h,k,l)

λ : la longueur d'onde

θ : l'angle de diffraction

β : la largeur intrinsèque du pic

H_V : dureté Vickers

F : charge d'essai (N)

g : accélération de la pesanteur

R : le rapport de l'onde réfléchie

T : le coefficient de transmission

T : température.

α : fraction volumique de précipités.

r : rayon

t : temps

TABLE DES MATIERES

REMERCIEMENTS

RESUME

LISTE DES FIGURES

NOMENCLATURE

INTRODUCTION GENERALE 1

CHAPITRE I : NANOMATERIAUX ET NANOCOMPOSITES 3

I.1. NANOTECHNOLOGIE ET NANOSCIENCES :..... 3

I.1.1 Historique : 3

I.1.2 Définitions : 3

I.1.3 Les propriétés des Nanomatériaux : 5

I.1.3.1 Propriétés mécaniques : 6

I.1.3.2 Propriétés physiques : 6

I.1.3.3 Propriétés chimiques : 7

I.1.4 Applications des Nanomatériaux en aéronautique : 7

I.1.4.1 Nanomatériaux pour l'industrie aéronautique : 7

I.1.4.2 Nanomatériaux pour différents secteurs de l'industrie aéronautique : 7

I.2. LES NANOCOMPOSITES : 8

I.2.1 Historique : 8

I.2.2 Définition : 9

I.2.3 Classification des nanocomposites : 9

I.2.3.1 Classification selon le renfort : 9

I.2.3.2 Classification selon la matrice : 10

I.2.3.2.a Nanocomposite à matrice céramique : 10

I.2.3.2.b Nanocomposites à matrice polymère : 11

I.2.3.2.c Nanocomposites à matrice métallique : 12

I.2.4 Quelques Applications des nanocomposites en aéronautique : 14

I.2.4.1 Nanoparticules métalliques Composites incorporées : 14

I.2.4.2 Les revêtements Nano pour les pièces aéronautiques : 14

I.2.4.3 Nanocomposite pour Composants d'électro-communication d'aéronef : 14

I.3 PROPRIETES DES ELEMENTS UTILISES : 15

I.3.1 Propriétés de l'aluminium : 15

I.3.2 Propriété du Fer : 15

I.3.3 Fer-Aluminium 16

I.3.4 Vanadium : 17

I.4. LE CONCEPT DES MATERIAUX ETUDIES ET LES OBJECTIFS A ATTEINDRE : 18

I.5 CONCLUSION : 20

CHAPITRE II : MECANOSYNTHESE..... 21

II.1 INTRODUCTION :	21
II.2 MECANISME PHYSIQUE DE LA MECANOSYNTHESE :	21
II.3 CONDITIONS EXPERIMENTALES DE BROYAGE :	22
II.4 PARAMETRES INFLUANT SUR LA FORMATION DES NANOMATERIAUX :	22
II.4.1 LE TYPE DE BROYEUR :	22
II.4.2 Vitesse de rotation :	24
II.4.3 Temps de broyage :	25
II.4.4 Rapport masse bille/masse poudre :	25
II.4.5 La température :	25
II.4.6 La contamination :	25
II.4.7 Nature de la poudre :	25
II.5 AUTRE METHODE D'ELABORATION :	27
II.5.1 Élaboration par voie physique :	27
II.5.2 Élaboration par voie chimique :	28
II.5.2.1 Formation de nanoparticules par réaction en phase vapeur :	28
II.5.2.2 Formation de nanoparticules par réaction en milieu liquide :	28
II.5.2.3 Techniques sol-gel :	29
II.5.3 Consolidation et densification :	29
II.5.3.1 Compactage à froid :	30
II.5.3.2 Le frittage :	30
II.6 CONCLUSION :	31
CHAPITRE III : TECHNIQUES DE SYNTHESE ET DE CARACTERISATION DES POUDRES	32
III.1 METHODE D'ELABORATION : LA MECANOSYNTHESE	32
III.1.1 Conditions d'élaboration	32
III.1.2 Paramètres de broyage utilisés :	34
III.2 LES TECHNIQUES DE CARACTERISATION :	35
III.2.1 Microscopie électronique à balayage :	35
III.2.1.1 Principe :	36
III.2.2 Diffraction des rayons X	36
III.2.2.1 Principe :	37
III.2.2.2 Traitement des diffractogrammes :	39
III.2.3 Microdureté :	42
III.2.3.1 Principe de l'essai (Vickers) :	42
III.2.4 Hyperfréquences	43
III.2.4.1 Système d'analyse	45
III.2.4.2 Principe de fonctionnement du coupleur directif :	45
III.3 CONCLUSION :	48
CHAPITRE IV : RESULTATS ET INTERPRETATIONS	49
IV.1 EVOLUTION MORPHOLOGIQUE DES COMPOSES $Fe_{72}Al_{23}V_5$ DURANT LE BROYAGE	49
IV.2 EVOLUTION STRUCTURALE DE LA POUDRE $Fe_{72}Al_{23}V_5$ DURANT LE BROYAGE :	52
IV.3 RESULTATS DES HYPERFREQUENCES :	57

IV.4 LA MICRODURETE :	58
IV.5 CONCLUSION :	60
CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES.....	61
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	63
ANNEXES.....	66

INTRODUCTION GENERALE

La réduction du poids des différents moyens de transport et équipements électroniques, est devenue l'un des objectifs majeurs des constructeurs. Du fait, qu'elle permettra de baisser la consommation d'énergie, les émissions de gaz à effet de serre ainsi que le coût de production. Tandis que, la légèreté et la bonne résistance mécanique, présentent une des différentes combinaisons souhaitables, mais qui peut difficilement coexister dans les matériaux d'ingénierie. Pour cela, la communauté scientifique a procédé à une nouvelle voie de recherche en utilisant de nouvelles techniques de production ainsi que des matériaux récemment découverts tels que les nanomatériaux pour arriver à son objectif. Depuis l'introduction de la nanotechnologie en 1959 par Richard Feynman (lauréat du prix Nobel de physique), les chercheurs ont connu un désir continu de manipuler la structure à l'échelle atomique. Il a été rapporté qu'un changement des propriétés des particules peut être observé lorsque leur taille est inférieure à un niveau particulier, de plus les interactions aux interfaces de phase deviennent grandement améliorées avec la réduction de la taille à l'échelle nanométrique, ce qui introduit une amélioration des propriétés des matériaux. La nanotechnologie est le domaine le plus étudié avec une croissance de développement la plus rapide au monde. Elle présente une science multidisciplinaire fondamentale qui a des racines dans presque tous les domaines de la science et de la technologie. Les nanostructures se caractérisent par une haute densité de joints de grains et une grande énergie emmagasinée.

Les nanocomposites sont placés comme des candidats industriels très prisés par les chercheurs, par comparaison avec l'introduction des micros et nanoparticules de céramique dans la matrice d'aluminium qui reste une technique très complexe à réaliser. Les nanocomposites à matrice métallique présentent une classe des nanomatériaux très récente. Leurs propriétés dépendent fortement de la distribution homogène, de propriétés caractéristiques des renforcements, de la fraction volumique du renfort et de la réaction interfaciale entre le renfort et la matrice. Un des grands obstacles du développement du domaine des nanocomposites est la difficulté de les produire en grande quantité avec les méthodes de métallurgie classiques. Le broyage mécanique (mécanosynthèse) est une technique largement utilisée aujourd'hui pour l'élaboration des nanomatériaux, permettant ainsi de produire des nanocomposites avec une répartition homogène des renforts. Cette technique a connu une large utilisation, du fait de sa simplicité et son aptitude à élaborer toute sorte de matériaux

(métallique, ionique, cristallin et amorphe) notamment les matériaux difficiles à synthétiser tels que les éléments immiscibles. Le broyage consiste à une forte énergie de déformation créée par les outils de broyage, qui va être transmise aux éléments élémentaires. La poudre broyée atteint pour un temps de broyage donné un état stationnaire. En fait, de récentes études ont souligné la complexité de quantifier les interactions des différents mécanismes et l'évolution microstructurale à l'échelle nanométrique. Le manque de connaissances qui leur sont associées doit encore être rempli, par l'utilisation des différentes technologies de caractérisation de pointe.

Les alliages du système Fe-Al en phase B2 et DO₃, allient des propriétés intéressantes du point de vue thermomécanique (haute résistance à la corrosion et bonnes propriétés mécaniques à des températures élevées) à une assez faible densité et à un faible coût. Leur utilisation est répandue dans divers secteurs d'activité tels que l'aéronautique, l'automobile et les ouvrages d'art. Cependant, leurs applications industrielles sont limitées par leur fragilité à température ambiante qui rend d'ailleurs plus délicats les procédés de fabrication. Depuis environ vingt ans, de nombreuses recherches visent à l'amélioration des propriétés mécaniques des alliages FeAl via l'incorporation de faibles quantités d'éléments d'addition, plus particulièrement le carbone et le bore, associé à une élaboration incluant une étape de mécanosynthèse permettant de réduire la taille des grains.

L'idée de cette étude est d'obtenir à terme des alliages nanostructurés par mécanosynthèse et de vérifier si les propriétés des alliages classiques sont préservées à l'échelle nanométrique. En même temps, nous avons étudié l'effet du vanadium sur les propriétés structurales, microstructurales et physiques de l'alliage nanostructuré FeAl.

Ce mémoire s'articule autour de quatre chapitres. Nous rappelons dans le chapitre 1 des connaissances déjà acquises dans le domaine des nanomatériaux et des nanocomposites. Avant de décrire dans le chapitre 2 la technique d'élaboration « la mécanosynthèse ». Dans le chapitre 3 nous décrivons les étapes d'élaboration des alliages et les techniques de caractérisation utilisées. Nous exposons les résultats obtenus dans le chapitre 4.

Enfin la conclusion générale et la présentation des perspectives sur ce travail clôtureront ce mémoire.

CHAPITRE I : NANOMATERIAUX ET NANOCOMPOSITES

I.1. Nanotechnologie et Nanosciences :

I.1.1 Historique :

L'atome a été découvert en tant que constituant de la matière au début du XIX^e siècle, cette découverte a suscité un désir naturel de pouvoir contrôler la structure de la matière atome par atome. Le Dr Richard Feynman (lauréat du Prix Nobel, 1964, Physique) a mis en évidence durant le discours célèbre de son article de 1960 intitulé « Il y a beaucoup de place au fond », l'inertie d'un tel contrôle. Il a prédit qu'il est possible de mettre les 24 volumes entiers de l'Encyclopédie Britannica à la tête d'une épingle. Ce qui était considéré comme impossible alors que maintenant est une réalité. A l'aide du microscope à effet tunnel au sein du laboratoire IBM à Zurich, pour la première fois par Gerd Bining et Heinrich Rohrer en 1981, il a été possible de voir les atomes et de les déplacer afin de structurer les surfaces pour leur procurer des propriétés et fonctionnalités que l'on ne trouve pas à l'état naturel. Tandis que le terme « nanotechnologie » a été utilisé pour la première fois au Japon en 1974 par Norio Tanigushi de l'Université de Tokyo pour décrire des procédés de contrôle et de mise en œuvre à l'échelle microscopique. Ce terme est alors popularisé dans les années 1980- 1985 par K. Eric Drexler (directeur du Foresight Institute of Technologies), lorsque celui-ci introduisit le terme de « machinerie et manufacture moléculaire » [1].

I.1.2 Définitions :

Le terme « nano » d'origine grecque, signifie « très petit ». Un nanomètre est une unité de mesure qui correspond au milliardième de mètre ou à un millionième de millimètre. C'est environ 30 000 fois plus fin que l'épaisseur d'un cheveu et 100 fois plus petit que la molécule d'ADN (Figure 1 .1).

Chapitre I : Nanomatériaux et Nanocomposites

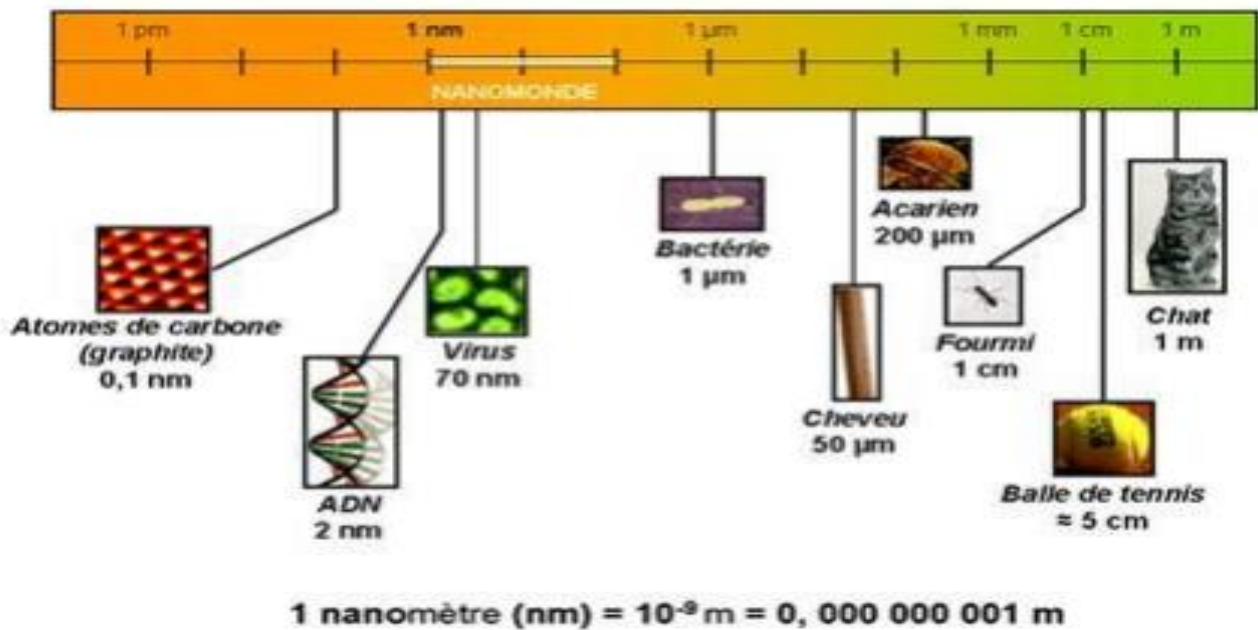


Figure 1.1 Représentation de l'échelle nanométrique [2].

Les nanosciences s'intéressent d'une part, aux nouveaux phénomènes au niveau des nanoobjets, et d'autre part, aux interactions entre objets nanométriques. Les travaux des chercheurs vont de la réalisation, de la synthèse chimique et de l'étude du nano-objet individuel, pour remonter à ses propriétés intrinsèques, à la réalisation et à l'étude d'assemblées de nano-objets en interaction ou non suivant la densité d'intégration.

Les nanotechnologies sont un ensemble d'outils, d'instruments, de techniques qui permettent aux nanosciences de progresser en offrant des moyens d'étudier, de manipuler, de fabriquer et de mesurer les objets nanométriques. Ce sont aussi les applications issues des nanosciences, comme par exemple les nanomatériaux ou les nano-composants.

I.1.3 Les propriétés des Nanomatériaux :

Les nanomatériaux se différencient des matériaux massifs par la réduction de la taille jusqu'à l'échelle nanométrique. La très petite taille des nanoparticules conduit à une surface spécifique très importante ce qui implique une augmentation du nombre d'atomes de surface. Ainsi que le nombre d'atomes par gramme croît considérablement. Ces remarques on les voit clairement dans la figure 2.2, qui présente la variation de nombre d'atomes présents en surface en fonction de nombre d'atomes constituant de particules. Tandis que la réactivité étant souvent liée à des propriétés de surface, ce qui fait qu'une masse donnée de Nanomatériaux sous forme de nanoparticules sera donc plus réactive que la même masse constituée de particules de plus grande dimension. Résultant en des propriétés spécifiques aux nanomatériaux [2].






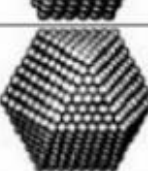
		Nombre total d'atomes	Atomes en surface (%)
Un motif		13	92
Deux motifs		55	76
Trois motifs		147	63
Quatre motifs		309	52
Cinq motifs		561	45
Sept motifs		1415	35

Figure 1.2 Évolution de nombre d'atomes par surface en fonction de nombre d'atome constituant d'une particule [2].

I.1.3.1 Propriétés mécaniques :

Il est apparu que la réduction de la taille des grains influe considérablement sur l'évolution des propriétés mécaniques des Nanomatériaux. Dans les nanomatériaux, la fraction des dislocations est très faible par rapport aux joints de grains et joints triples, ainsi que la distance séparant les dislocations est réduite par la réduction de la taille des grains. Ce qui conduit, à une augmentation de la déformation plastique qui correspond au mouvement des dislocations dans le matériau, et une résistance à la déformation plus importante, traduite par une dureté élevée pour les nanomatériaux par rapport à ceux des matériaux massifs. La limite d'élasticité augmente avec la réduction de la taille des grains, elle suit la loi empirique de Hall-Petch :

$$\sigma = \sigma_0 + k \sqrt{D} \quad (1.1)$$

σ : limite élastique.

σ_0 et k : constantes liées au matériau.

D : Taille des grains.

Cette limite élastique est étroitement liée aux constants élastiques du matériau.

I.1.3.2 Propriétés physiques :

Entre les dimensions à l'échelle atomique et les dimensions normales, on distingue des propriétés remarquables spécifiques pour les Nanomatériaux, certaines sont liées à des origines différentes par exemple : la fraction importante des atomes de la surface, la grande énergie de surface, l'isolement du territoire et la réduction des imperfections

• Températures spécifiques

Les Nanomatériaux peuvent avoir un point de fusion ou température de transition phase sensiblement inférieure et des constantes de réseau sensiblement réduites, en raison d'une fraction importante d'atomes à la surface par rapport à la quantité totale d'atomes.

• Les propriétés magnétiques

Elles sont nettement différentes de celles des matériaux massifs. Le ferromagnétisme des matériaux massifs disparaît et transféré aux superparamagnétismes à l'échelle du nanomètre en raison de l'énorme énergie de surface. L'application des Nanomatériaux dans le domaine du magnétisme a ainsi permis de développer de nouvelles gammes à champ coercitif et un champ à saturation variable et non réalisables avec les matériaux classiques.

I.1.3.3 Propriétés chimiques :

Les nanomatériaux ont des propriétés chimiques qui diffèrent de celles des matériaux massifs : potentiel chimique et solubilité différente, réactivité accrue, modification en particulier de l'électroaffinité et du potentiel d'ionisation [2].

I.1.4 Applications des Nanomatériaux en aéronautique :

I .1.4.1 Nanomatériaux pour l'industrie aéronautique :

La nanotechnologie est reconnue comme une très forte pilote d'innovation donc elle est considérée comme une technologie stratégique pour l'économie future du monde.

Les nanomatériaux avec leur multifonction exceptionnel et propriétés peuvent transformer dramatiquement le fonctionnement de l'industrie aéronautique.

I .1.4.2 Nanomatériaux pour différents secteurs de l'industrie aéronautique :

Le succès de l'industrie de l'aviation dépend de divers facteurs allant de réduction du poids, disponibilité de matériaux aux propriétés multifonctionnelles

Les nanomatériaux peuvent être principalement utilisés dans trois domaines de l'industrie aéronautique. Celles-ci sont :

1. Structure de la cellule
2. Pièces de moteur d'avion
3. Système d'électro-communication de l'avion

Chapitre I : Nanomatériaux et Nanocomposites

Note :

- Propriétés des matériaux requis pour la structure de la cellule :

Les exigences de conception des matériaux à utiliser dans la structure de cellule sont :

- Poids léger
- Haute résistance
- Haute ténacité
- Résistance à la corrosion
- Facilité de réparation et de réutilisation
- Moins d'entretien et durabilité

- Le pouvoir des nanomatériaux de répondre aux exigences aéronautiques :

Les exigences modernes de conception de l'aviation comme rapide, miniature, hautement manœuvrable, auto guérison, intelligence guidée, intelligente, écologique, légèreté de poids et furtivité des systèmes justifient des matériaux avec extraordinaire propriétés mécaniques et multifonctionnelles [3].

I.2.Les nanocomposites :

I.2.1 Historique :

Le mot 'nanocomposite' est un terme récent mais il est présent dans notre vie depuis très longtemps. Dans la nature se présente les bio-nanocomposites sous forme de certains coquillages, dit de brique constituée de protéines organiques et de particules de carbonate de calcium. On retrouve aussi à travers l'histoire des exemples de matériaux très anciens que l'on peut considérer comme des nanocomposites même si cette approche n'a bien évidemment pas été voulue initialement. Par exemple certaines colorations de peintures mayas sont dues aux inclusions de nanoparticules métalliques et d'oxyde dans un substrat de silicate amorphe. Plus récemment, en 1917, le noir de carbone a été introduit dans la composition des pneumatiques dont la durée d'utilisation a été ainsi multipliée par cinq [4].

Chapitre I : Nanomatériaux et Nanocomposites

I.2.2 Définition :

Le nanocomposite est un matériau multiphasé qui présente les mêmes constituants (matrice/renfort) qu'un microcomposite dit classique. La principale différence est que dans les nanocomposites au moins une des phases présente une dimension de taille inférieure à 100 nanomètres (nm).

L'essor des nanocomposites a été impulsé par le travail de Niihara démontrant que l'incorporation d'une seconde phase (renfort) de taille nanométrique inférieure 100 nm dans une matrice céramique de taille micrométrique améliore les propriétés mécaniques de cette céramique. La réduction de la taille des renforts dans les nanocomposites conduit à une augmentation de la surface d'interface comparé au composite. Par conséquent les propriétés des nanocomposites ne se limite pas seulement à celles propre aux constituants, mais aussi à l'effet d'interfaces [4].

I.2.3 Classification des nanocomposites :

I.2.3.1 Classification selon le renfort :

Les nanocomposites peuvent être réparties en quatre catégories : intra-granulaire, inter-granulaire, intra-inter composite et nan/nano composite. Comme le démontre la figure (1.3), dans les intra et inter-granulaire composite, les nanoparticules de renforcement sont dispersées à l'intérieur des grains de la matrice où dans les joints de grains, respectivement. Bien évidemment, il peut exister aussi des composites mixtes "intra-inter", où les nanoparticules sont dispersées à la fois en position inter et intra-granulaire. Tandis que dans les nano/nano composite les renforts et la matrice présentent une taille nanométrique [5].

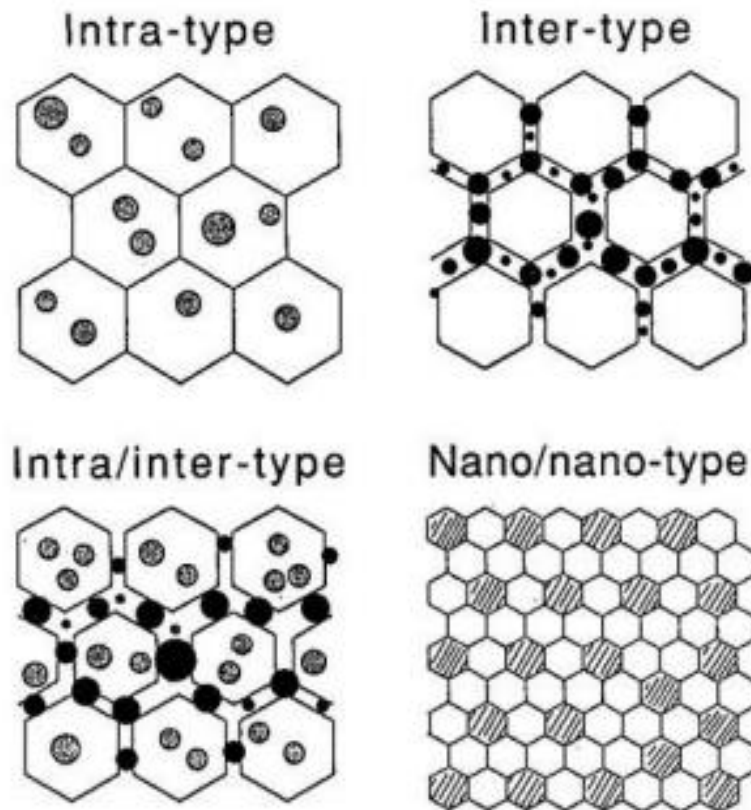


Figure 1.3 : Classification des nanocomposites [5].

I.2.3.2 Classification selon la matrice :

Les nanocomposites peuvent être classés selon la nature de la matrice en trois catégories :

I.2.3.2.a Nanocomposite à matrice céramique :

Dans les nanocomposites à matrice céramique, la matrice et la phase de renforcement se composent d'une céramique telle que des oxydes, des nitrures, des borures, des siliciures, etc. Dans certains cas, les nanocomposites à matrice de céramique englobent un métal comme deuxième composant. En condition idéale, la céramique est dispersée l'une dans l'autre afin d'améliorer les propriétés nanoscopiques. Les nanocomposites d'une telle combinaison ont permis d'améliorer les propriétés optiques, électriques et magnétiques ainsi que les propriétés tribologiques et de corrosion respectivement. Le diagramme de phase binaire est une considération importante lors de la conception de nanocomposites à matrice céramique et des

Chapitre I : Nanomatériaux et Nanocomposites

mesures importantes doivent être prises pour éviter une réaction chimique entre les deux parties. La mesure la plus sûre est donc de choisir soigneusement les phases de céramique non miscibles (figure 1.4) [4].

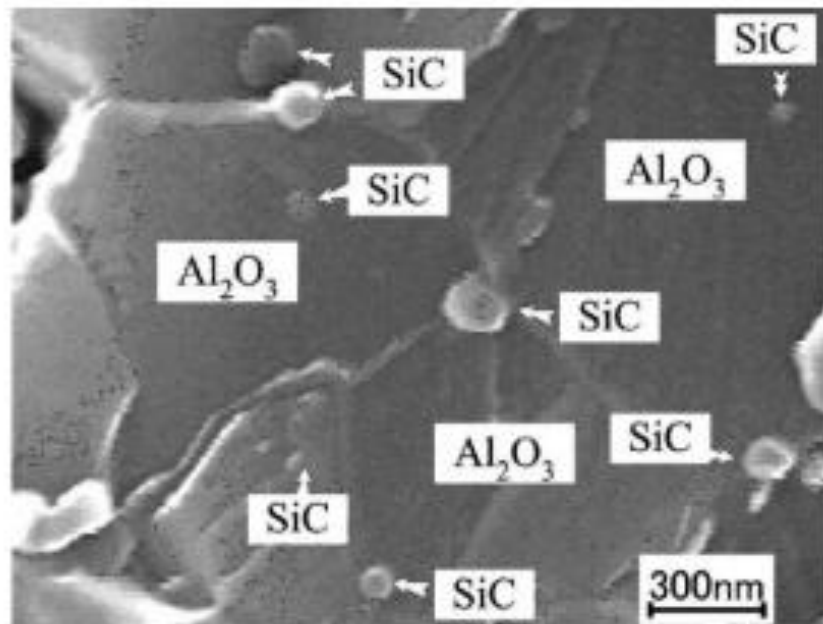


Figure 1. 4 Al₂O₃/ 15 vol% SiC nanocomposite à matrice céramique [6].

I.2.3.2.b Nanocomposites à matrice polymère :

La classe des nanocomposites dans laquelle l'addition des nanoparticules de céramique à une matrice polymère, conduit à l'amélioration des différentes propriétés mécaniques et électriques ; qui est connue sous le nom de nanocomposites à matrice polymère (NCMP). Les NCMP sont également appelés composites hautes performances. Dans les NCMP lorsque l'homogénéité dans la charge est obtenue, les propriétés correspondantes de la charge à l'échelle nanométrique sont sensiblement différentes par rapport à la matrice de départ. Les nanocomposites à matrice polymère sont aujourd'hui synthétisés en utilisant des nanoparticules de céramique beaucoup plus rigides comme les argiles ou les nanotubes de carbone. L'amélioration des propriétés mécaniques n'est pas limitée à la rigidité ou à la résistance. Le rapport d'aspect élevé ou la surface élevée des charges améliore les propriétés physiques des nanocomposites à haute performance. La portée future des dispositifs à petite échelle

Chapitre I : Nanomatériaux et Nanocomposites

multifonctions, c'est-à-dire le capteur, l'actionneur, l'équipement médical dépend essentiellement des nanocomposites polymères (figure 1 .5) [7].

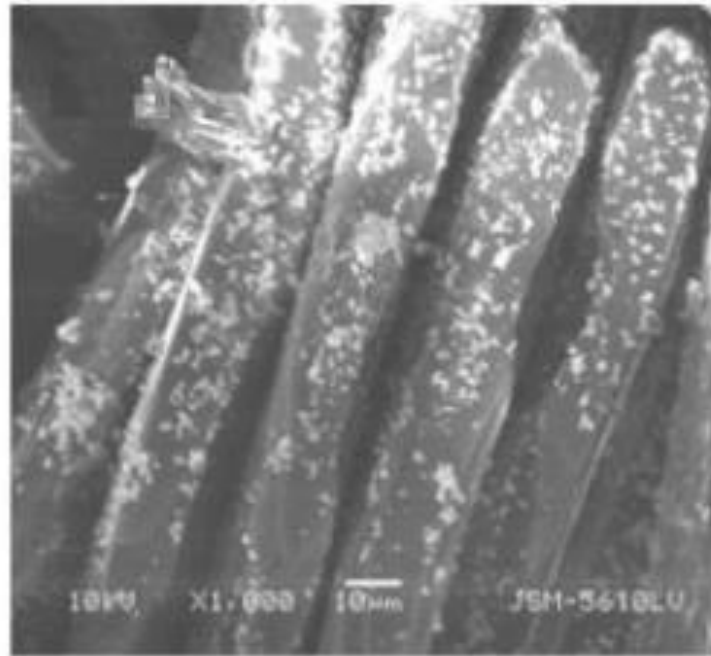


Figure 1.5 Polyester/SiO₂ nanocomposite à matrice polymère [7].

I.2.3.2.c Nanocomposites à matrice métallique :

Les nanocomposites à matrice métallique (NCMM) comprennent le métal comme matrice et la céramique comme renfort. Ce type de composites peut être classé comme un matériau renforcé en continu et en non continu.

De nos jours, la plupart des métaux et des alliages peuvent être utilisés comme matériaux matriciels et nécessitent des matériaux dispersants qui doivent être stables sur une gamme de température. L'aspect directeur du choix dépend essentiellement du matériau de la matrice. Seuls les métaux légers répondent à leur faible densité ont prouvés un avantage. Le titane, l'aluminium et le magnésium sont les métaux matriciels populaires qui sont particulièrement utiles pour les applications d'aéronefs.

Des renforts en module élevé sont nécessaires si les matériaux de matrice métallique doivent offrir une résistance élevée. Le rapport force / poids des composites résultants sera plus

Chapitre I : Nanomatériaux et Nanocomposites

élevé que la plupart des alliages. Dans les composites à matrice métallique, les grandes particules de renfort de céramique sont sujettes à des fissures pendant le chargement mécanique, entraînant une défaillance prématurée et une faible ductilité des composites. Par conséquent, la diminution de la taille des particules céramiques et / ou des grains matriciels du micromètre au niveau nanométrique peut conduire à une amélioration de propriétés mécaniques [6].

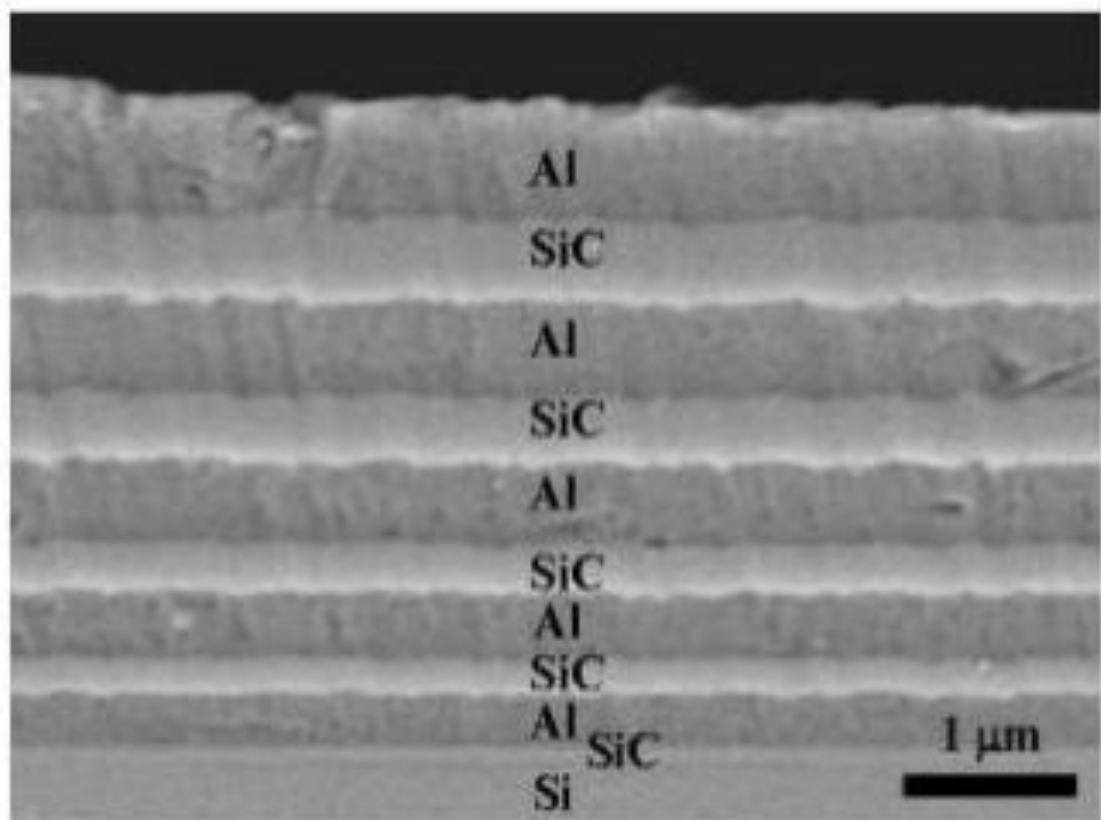


Figure 1.6 Multicouche Al/SiC nanocomposite à matrice métallique [6].

I.2.4 Quelques Applications des nanocomposites en aéronautique :

I.2.4.1 Nanoparticules métalliques Composites incorporées :

L'extraordinaire décharge électrostatique et les interférences électromagnétiques, les propriétés de blindage de ces composites en font des solutions futuristes pour réaliser une structure qui résiste à la foudre.

I.2.4.2 Les revêtements Nano pour les pièces aéronautiques :

Les revêtements sont généralement utilisés pour protéger les structures et les surfaces de l'avion de environnements difficiles. Les exigences strictes comme la résistance aux températures extrêmes, extrêmes climats, corrosion, abrasion et usure des pièces du moteur ont suscité une demande accrue des revêtements de haute performance et plus fiables.

Certains revêtements de nanomatériaux dotés de propriétés améliorées à haute température permettent des températures de fonctionnement du moteur plus élevées et donc améliorées les performances à l'avenir.

Nanoparticules de Si dans l'alumine ceux-ci peuvent faciliter la guérison des fissures, ce qui entraîne une amélioration à haute température, force et résistance au fluage. Les nanocristallines de Ti sont utilisés pour la résistance à l'usure des revêtements.

I.2.4.3 Nanocomposite pour Composants d'électro-communication d'aéronef :

Les NTC possèdent un ensemble unique de propriétés, y compris le transport d'électrons et une énorme capacité de charge actuelle, ce qui les rend d'un grand intérêt pour l'avenir nanoélectronique.

Nanoparticules magnétiques (nanoparticules d'oxyde de fer) c'est-à-dire Fe_2O_3 et Fe_3O_4 peuvent être utilisés dans divers supports de stockage de données.

Nanoparticules de céramique comme le titanate de baryum, le strontium de baryum Titanate sont utilisés pour la fabrication de super condensateur.

MEMS (Micro Systèmes Électromécaniques) et NEMS (Nano Electro Systèmes mécaniques) offrent la possibilité de développer une unité de gestion de carburant standard qui contrôle le contrôle du carburant dans les moteurs d'avion [3].

I.3 Propriétés des éléments utilisés :

I.3.1 Propriétés de l'aluminium :

- métal blanc de bel aspect décoratif.
- masse volumique faible 2,73 kg/dm³ - température de fusion faible 658 °C.
- bonne résistance corrosion, vis à vis des agents atmosphériques : formation d'une couche d'oxyde protectrice, l'ALUMINE.
- conductibilité thermique élevée : échangeurs thermiques.
- conductibilité électrique élevée : conducteurs électriques.
- non toxique : industrie alimentaire.
- grande résistance au froid : sa résistance mécanique augmente jusqu'à -250 °C.
- amagnétique : l'aluminium et ses alliages ne prennent pas l'aimantation.
- grande affinité avec l'oxygène : désoxydant.
- pouvoir réflecteur élevé : éclairage.

De plus, il possède des aptitudes technologiques très intéressantes de bonnes malléabilité, fluidité et soudabilité et de grande facilité d'usinage [8].

I.3.2 Propriété du Fer :

Le Fer est l'élément chimique de numéro atomique 26, de symbole Fe, est le métal et le matériau ferromagnétique le plus courant dans la vie quotidienne, le plus souvent sous forme d'alliages divers. Le fer pur est un métal de transition ductile, mais l'adjonction de très faibles quantités d'éléments d'additions modifie considérablement ses propriétés mécaniques. Allié au carbone et avec d'autres éléments d'additions il forme les aciers, dont la sensibilité aux traitements thermomécaniques permet de diversifier encore plus les propriétés du matériau [8].

I.3.3 Fer-Aluminium

La demande pour des produits en Fer-aluminium dans leur composition ne cesse de croître année après année. Au-delà de la croissance démographique mondiale et de l'augmentation du pouvoir d'achat dans les pays émergents, la consommation d'aluminium fer augmente aussi en Europe par l'effet de substitution grâce à une combinaison unique de propriétés telles que légèreté, résistance mécanique et résistance à la corrosion, conductivité, ductilité, recyclabilité et de nombreuses autres propriétés.

- **Légèreté :**

Le Fer Aluminium est un métal très léger dont la densité spécifique, soit environ un tiers de celle de l'acier (7-8 g/cm³) ou du cuivre (8,96 g/cm³).

- **Résistance mécanique :**

Le Fer Aluminium est utilisé très majoritairement sous forme d'alliages dont le constituant principal est l'aluminium vanadium, les éléments d'addition pouvant représenter jusqu'à 15% de son poids. La résistance de l'alliage d'aluminium fer est adaptée à l'application requise.

- **Résistance à la corrosion :**

Le Fer Aluminium génère naturellement une couche d'oxyde qui le protège de la corrosion. Différents types de traitement de surface peuvent encore améliorer cette résistance (anodisation, laquage).

- **Conductivité thermique et électrique :**

L'aluminium Fer est un excellent conducteur de la chaleur et de l'électricité. La conductivité thermique est utilisée dans de nombreuses applications d'évacuation de la chaleur, c'est-à-dire de refroidissement (comme les systèmes d'air conditionné dans les véhicules). A poids égal, offre une conductivité électrique deux fois supérieure à celle du cuivre, ce qui explique son emploi privilégié dans les applications de transport d'électricité à haute tension sur grande distance.

Chapitre I : Nanomatériaux et Nanocomposites

- **Ductilité, malléabilité :**

Aluminium Fer peut être facilement travaillé à basse température et déformé sans se rompre, ce qui permet de lui donner des formes très variées.

- **Recyclabilité :**

Le Fer Aluminium est recyclable sans dégradation de ses propriétés. Son recyclage ne nécessite que peu d'énergie : 5% seulement de l'énergie utilisée pour la production de métal primaire.

- **Imperméabilité, effet barrière :**

Même à très faible épaisseur, une feuille de Fer Aluminium est totalement imperméable et ne laisse passer ni lumière, ni micro-organismes, ni odeurs. De plus le métal lui-même ne libère ni odeur ni goût, ce qui en fait un élément de choix pour l'emballage alimentaire ou pharmaceutique.

- **Propriétés réfléchissantes :**

Le Fer Aluminium possède un pouvoir réfléchissant élevé de la lumière ainsi que de la chaleur ce qui, ajouté à son faible poids, en fait un matériau idéal pour les réflecteurs dans les matériels d'éclairage ou les couvertures de survie. [8]

I.3.4 Vanadium :

- Symbole : V
- Numéro atomique : 23
- Électrons par niveau d'énergie : 2, 8, 11, 2
- Masse atomique : 50,94 u
- Série : métaux de transition
- Groupe, période, bloc : 5, 4, d
- Densité : 6
- Point de fusion : 1.910 °C
- Point d'ébullition : 3.407 °C

Chapitre I : Nanomatériaux et Nanocomposites

- Isotopes les plus stables : ^{51}V stable avec 28 neutrons (99,75 %), ^{50}V avec une demi-vie de 150 millions de milliards d'années (0,25 %)



Figure 1.7 : vanadium.

I.4. Le concept des matériaux étudiés et les objectifs à atteindre :

Le sujet de ce mémoire porte sur l'étude de matériaux nanostructurés contenant les éléments Fe, Al et V. afin d'étudier l'effet des conditions de broyage mécanique et de l'addition du Vanadium sur les transformations de phases et sur les propriétés structurales, microstructurales, et sur la microdureté et la réflexion d'hyperfréquences des alliages Fe-Al.

Les composés FeAl seront prometteurs dans le domaine industriel grâce à leurs coûts d'accès assez bas, à leurs ressources mondiales et à leurs hautes résistances à l'oxydation. Ils attirent donc beaucoup de chercheurs dans le monde. Pour améliorer les propriétés des alliages Fe-Al, d'autres éléments sont ajoutés aux alliages binaires. Comme dans notre cas, le Vanadium.

La deuxième étape est la caractérisation des matériaux obtenus. Les aspects structuraux, microstructuraux font l'objet de la caractérisation des échantillons. La structure cristallographique et la microstructure sont déterminées par diffraction des rayons X (DRX), la morphologie par la microscopie électronique à balayage (MEB). Et la microdureté de l'alliage.

Chapitre I : Nanomatériaux et Nanocomposites

Finalement, des aspects comme le rôle de Vanadium et celui du temps de broyage sont également étudiés. Ainsi, l'objectif principal de ce travail est de réussir à synthétiser, à caractériser et à comprendre le comportement de ces nouveaux matériaux nanostructurés.

La figure suivante illustre bien la structure que nous voulons obtenir.

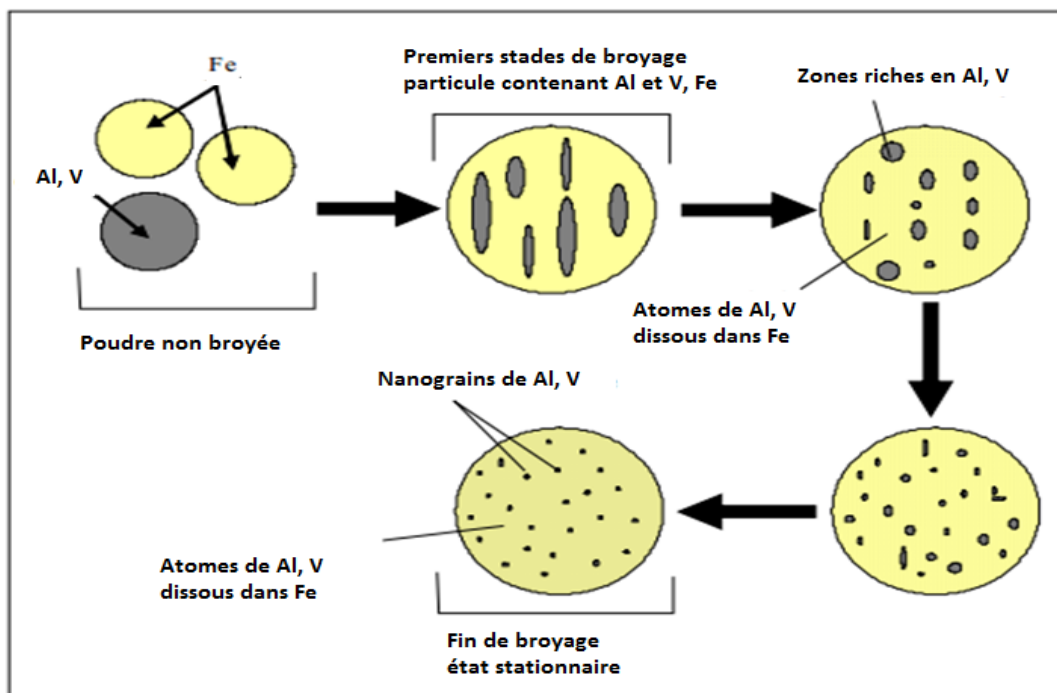


Figure 1.8 : Schéma illustrant la microstructure désirée pour le matériau FeAlV.

Chapitre I : Nanomatériaux et Nanocomposites

I.5 Conclusion :

Ce chapitre a présenté, dans une première partie le concept de nanomatériaux ainsi que les différents domaines d'application de ces nouveaux matériaux et leurs propriétés. Une deuxième partie a présenté les nanocomposites, leur classification et propriétés.

Dans la troisième partie de ce chapitre, nous avons dressé les propriétés des éléments utilisés dans ce travail (le fer, l'aluminium et le vanadium) Nous avons alors choisi d'étudier les phases dans les composés ternaires (Fe-Al-V) et les effets des conditions de broyage sur la nanostructure de ces alliages.

CHAPITRE II : MECANOSYNTHESE

L'objectif de ce chapitre est de présenter la technique de broyage utilisé pour élaborer nos alliages, en parlant aussi sur d'autre technique d'élaboration qui peuvent être utilisées.

II.1 Introduction :

Le broyage mécanique à haute énergie, également appelé mécanosynthèse a été développé dans les années 60, par John Benjamin pour réaliser des dispersions d'oxydes (Al_2O_3 , Y_2O_3) dans des alliages de nickel dans le but de renforcer leurs propriétés mécaniques. A partir des années 80, cette technique fut utilisée pour réaliser des alliages amorphes, des solutions solides sursaturées constituées d'éléments immiscibles et des matériaux nanostructurés. La technique de mécanosynthèse a un potentiel d'application assez vaste. Elle permet d'obtenir des structures uniques avec des coûts d'élaboration peu élevés. C'est pourquoi elle a connu un véritable essor dans les années 1980 et 1990. Deux terminologies sont employées pour définir le broyage à haute énergie : on parle de mécanosynthèse ("mechanical alloying" en anglais), quand les poudres initiales ont une nature différente de celle(s) d'arrivée, et de "mechanical milling", dans le cas contraire [9].

II.2 Mécanisme physique de la mécanosynthèse :

Le broyage mécanique correspond à un mécanisme de déformation à grande vitesse assuré par l'action des chocs billes-poudres-billes et billes-poudres-paroi de la jarre. A chaque collision, la poudre (environ 1000 particules) piégée entre les outils de broyage subissent des forces de compression et de cisaillement traduit par un processus répété de fracture et de soudage, les grains des poudres sont écrasés, ensuite alternativement aplatis (déformés plastiquement), fracturés et enfin ressoudés. Ce processus permettant l'élaboration à partir un mélange de poudres d'éléments purs ou de poudres d'éléments pré-alliés, toute sorte de matériaux, surtout ceux difficiles à synthétiser (alliages d'éléments immiscibles, solutions solides étendues, composés métastables). La poudre subit donc, au cours du broyage, de sévères déformations plastiques qui engendrent la formation de nombreux défauts ponctuels (lacunes, interstitiels...), ainsi que des bandes de cisaillement constituées de réseaux de dislocations. Les dislocations se réorganisent en parois par annihilation et recombinaison afin de former des sous-joints. Sous broyage, le taux de déformation plastique augmente énormément, ce qui entraîne, d'une part, une augmentation considérable de la dureté du matériau avec le temps de broyage

Chapitre II : Mecanosynthese

et, d'autre part, un stockage important d'énergie (de l'ordre de 1 à quelques dizaines de kJ/mol), qui ne pourra être libérée que lors de recuits post-broyage. La contrainte minimale σ nécessaire pour déformer plastiquement un matériau peut s'écrire selon la loi de Hall petch.

Lors du broyage, la contrainte de déformation plastique σ augmente au fur et à mesure de la diminution de D. Lorsque σ devient supérieure à la contrainte appliquée lors des chocs, cette dernière est alors insuffisante pour plastifier le matériau : la taille des grains atteint alors une valeur limite, appelé état stationnaire caractérisé par des propriétés structurales (taille de grains, concentration d'éléments en solution etc.) qui ne varient plus. Ces propriétés ainsi que le temps nécessaire pour atteindre l'état stationnaire, dépendent de la composition chimique du matériau (utilisation des matériaux malléables, ductiles, souples, cassants et fragiles) et des conditions expérimentales du broyage [11].

II.3 Conditions expérimentales de broyage :

Le broyage mécanique à haute énergie est un processus complexe, difficile de prévoir le produit final pour des conditions d'élaboration données, en raison du grand nombre des paramètres, qui ont un effet considérable sur le produit final. Parmi ces paramètres, il y en a qui sont contrôlables lors de l'élaboration tels que : la nature des poudres, le type du broyeur, la géométrie des billes (diamètre et masse), la géométrie des jarres (volume, diamètre), rapport masse bille/masse poudre et la vitesse de broyage. Cependant la température à l'intérieur des jarres et la contamination reste des paramètres difficilement contrôlables.

II .4 Paramètres influant sur la formation des nanomatériaux :

Le broyage haute énergie est un processus complexe et l'optimisation d'un nombre de variables est nécessaire pour produire la phase et la microstructure désirées. Les paramètres importants qui ont un effet sur le produit final sont : [12]

II.4.1 Le type de broyeur :

Le type de broyeur détermine les mouvements des billes et par conséquent la façon dont la pression va s'appliquer sur la poudre. De cela, on distingue différents types de broyeurs tel que, l'attriteur, le vibratoire et le planétaire. Les deux premières familles peuvent correspondre à des appareillages de taille industrielle et permettent de traiter des quantités de poudre de

Chapitre II : Mecanosynthese

l'ordre de 100 à 1 000 kg, mais avec une maîtrise limitée des divers paramètres expérimentaux (figure 2 .1) [10].

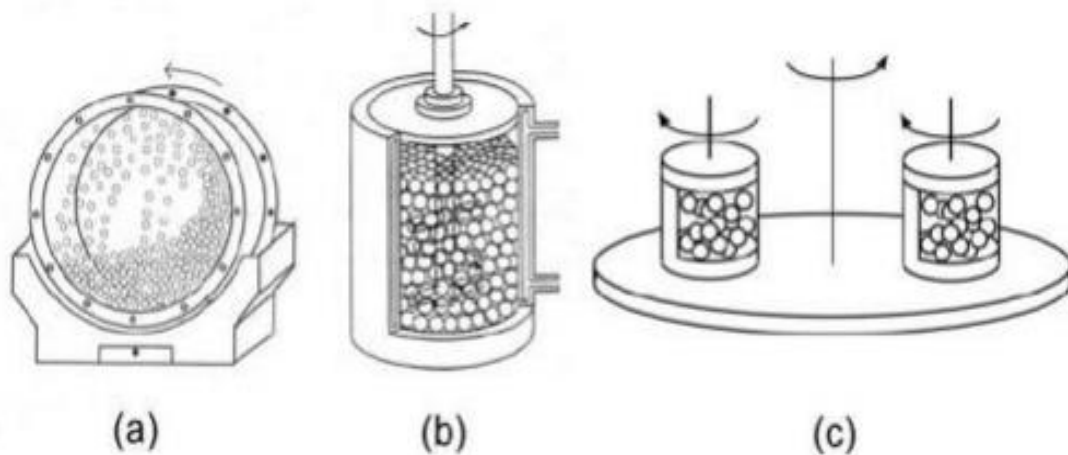


Figure 2.1 Différents types de broyeur : (a) à boulets (b) attriteur, (c) planétaire [10].

- **Attriteur** : les billes sont mises en mouvement par la rotation de l'arbre central sur lequel sont fixés des bras secondaires. Le cylindre est fixe. L'enveloppe est mise en mouvement oscillant vertical. Sous cette action la bille (1Kg de masse) s'élève puis retombe sur les particules de poudre. Le plus utilisé est le SPEX 8000.

- **Le broyeur planétaire** : contrairement à l'attriteur, permet de produire des chocs plus énergétiques, mais les appareillages sont encore le plus souvent des appareillages de laboratoire. Constitué d'un plateau sur lequel sont fixés les jarres est mis en rotation qui sont eux-mêmes mis en rotation de façon couplée sur les broyeurs planétaires modernes. [10]

II.4.2 Vitesse de rotation :

L'impact des billes sur la poudre dépend fortement de la vitesse de rotation. Plus la vitesse de rotation est élevée, plus la poudre reçoit de l'énergie. Mais selon la conception du broyeur il y'a certaines limites à la vitesse maximale qui pourrait être utilisée.

Par exemple dans un broyeur à billes, il peut se produire plusieurs états de broyage selon la vitesse de rotation. A une vitesse faible un état de glissement de la matière (figure 2.2 a) donne lieu à un broyage par frottement. Lorsque la vitesse est trop importante, toute la matière est plaquée contre les parois du broyeur (figure 2.2 c), et la fragmentation ne peut pas se produire. Par ailleurs pour une vitesse intermédiaire se produit un régime de cascade (figure 2.2-b) où la zone A correspond à l'endroit privilégié pour les modes d'impact et de percussion, alors que la zone B est le lieu de prédilection du broyage par frottement. [10]

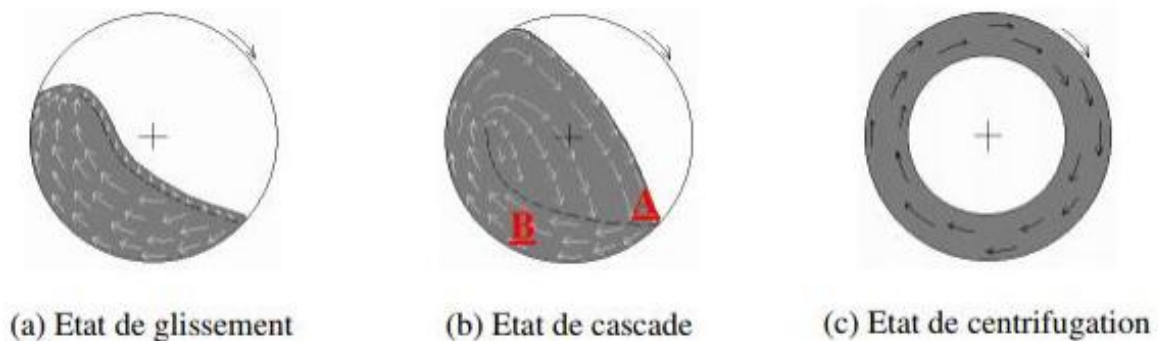


Figure 2.2 : Les différents états de broyage, la vitesse de rotation croît de (a)à (c) [10].

II.4.3 Temps de broyage :

Le temps de broyage est un paramètre très important. Il est choisi de façon qu'un état stationnaire entre les phénomènes de fracture et de soudage des particules de poudre soit atteint à la fin du processus. L'état stationnaire signifie que la composition de chaque particule est proche de celle du mélange des poudres de départ [9].

II.4.4 Rapport masse bille/masse poudre :

Le rapport masse billes/masse poudres (rapport de charge) et le temps de broyage sont inversement reliés. D'où l'augmentation du rapport conduisant à une augmentation du nombre des collisions et par conséquent à l'augmentation de l'énergie de broyage.

II.4.5 La température :

Les frottements et les collisions créées à l'intérieur des jarres produisent une augmentation de la température, cette dernière influe sur le produit par une croissance de la taille des cristallites et une réduction des contraintes, aussi elle influe sur la solubilité à l'état solide.

II.4.6 La contamination :

Plusieurs précautions sont prises lors de l'élaboration par mécanosynthèse afin d'éviter la grande tendance à la contamination produite d'une part par les outils de broyage, où le choc répétitif crucial de l'élaboration peut conduire à un arrachement de matière de ces derniers, qui va être incrusté par la suite dans la poudre. D'autre part, la succession de fracturation et soudage crée des surfaces fraîches très sensibles à la contamination par l'oxygène. Une étude sous atmosphère non réactive est nécessaire, ainsi une utilisation des outils de broyage et des jarres de même nature que le mélange étudié peut réduire la contamination produite par ces derniers.

II.4.7 Nature de la poudre :

On distingue trois catégories de combinaison de poudre selon leur nature : ductile-ductile, fragile-fragile ou ductile-fragile, qui influe fortement sur le mécanisme de formation des alliages. Au cours du broyage les poudres de nature ductile vont être aplaties au début du

Chapitre II : Mecanosynthese

broyage, ensuite elles vont être durcies sous l'effet de la forte énergie de broyage avec un temps prolongé, ce qui la rend fragile. Or la phase fragile sous l'effet du broyage subit une fracturation. Pour le cas d'un mélange ductile-ductile, une structure lamellaire est obtenue au début du broyage qui va être fracturé après durcissement. Dans le cas d'un mélange ductile-fragile la phase fragile fracturée va être diffusée dans la phase ductile. Cependant la production d'un mélange réel dans le cas d'un mélange fragile-fragile est très difficile vu que les deux phases ont tendance à se fracturer au cours du broyage, atteignant une taille très petite, les particules les plus fragiles peuvent être fragmentées et encastrées dans les particules formant une solution solide des éléments fragiles [9].

a) Mélanges ductile- ductile :

C'est la combinaison idéale pour le broyage haute énergie. Au début du broyage, les composés ductiles sont aplatis par un processus de micro- forgeage. Les plaquettes de particules sont soudées ensemble et forment une structure lamellaire. Au fur et à mesure que le temps de broyage augmente, les distances de diffusion « espace inter-lamellaire » diminuent et la densité de défauts augmente. Pour des temps de broyages plus longs, un vrai alliage se forme à l'échelle atomique résultant en la formation de solutions solides, phase intermétallique ou amorphe [12].

b) Mélanges ductile- fragile :

Au début du broyage, les particules ductiles sont aplaties par les collisions bille- poudre-bille alors que les particules fragiles sont fragmentées. Ces dernières vont se coincer dans les particules ductiles. Pour des temps de broyage longs, il y a formation d'une structure lamellaire constituée de particules ductiles dans lesquelles les fragments fragiles sont distribués de façon uniforme s'ils sont insolubles. Dans le cas contraire, un mélange est formé entre les deux composés et une homogénéité chimique est réalisée. Ainsi, la formation de l'alliage dans le cas de mélanges ductile- fragile demande non seulement une fragmentation des particules fragiles pour faciliter la diffusion à courte distance mais aussi une solubilité raisonnable du composé fragile dans la matrice ductile [12].

c) Mélanges fragile- fragile :

Les particules fragiles sont fragmentées et leur taille diminue en fonction du temps de broyage. Quand la taille des particules atteint une valeur critique (très faible), les particules se

Chapitre II : Mecanosynthese

comportent comme ductiles. Ainsi, les particules les plus fragiles sont fragmentées et encastrées dans les particules les moins fragiles [12].

II.5 Autre méthode d'élaboration :

Mis à part de la méthode que nous venons de la décrire ils existent d'autres méthodes d'élaboration qu'on va les citer dans cette partie :

II.5.1 Élaboration par voie physique :

Les méthodes décrites dans ce paragraphe concernent l'élaboration de nanoparticules (amas), formées à partir d'une phase vapeur. Cette phase est extraite d'un matériau source par chauffage ou par bombardement. Dans la plupart des cas, la vapeur du solide que l'on souhaite former est refroidie par des collisions avec un gaz neutre. Le matériau est collecté le plus rapidement possible sur une paroi froide, de façon à éviter la croissance ou la coalescence des amas. Souvent l'appareil d'élaboration dispose d'un sas réunissant la chambre de collecte des poudres et le dispositif de compaction afin d'éviter toute pollution atmosphérique. Les poudres nanométriques sont en effet très réactives.

Le gaz porteur utilisé est presque toujours un gaz rare, hélium ou argon, sauf si l'on veut effectuer une réaction chimique entre ce gaz et le produit de l'évaporation. Le refroidissement de la vapeur est dans certains cas amplifié par un processus de détente adiabatique, où elle se trouve entraînée par un jet gazeux à des vitesses qui peuvent être supersoniques, de la chambre d'évaporation vers une autre chambre évacuée par pompage. D'une manière générale cette méthode ne permet de produire que des quantités limitées de poudre ; en effet lorsque l'on augmente la vitesse d'évaporation on augmente également le nombre de germes, la coalescence devient alors importante et la taille des particules croît [13].

II.5.2 Élaboration par voie chimique :

II.5.2.1 Formation de nanoparticules par réaction en phase vapeur :

A partir d'un matériau source, on substitue des gaz réactifs ou des produits réactifs pulvérulents qui sont mélangés au gaz neutre porteur avant d'être introduits dans la chambre de réaction. Ici encore il convient d'ajuster les paramètres de l'élaboration de façon à éviter la croissance et l'agglomération des particules formées. L'augmentation de la température, conduisant dans des conditions extrêmes à un accroissement dit « explosif » du nombre de germes.

On peut soit chauffer le mélange réactif dans un four, soit développer un plasma, obtenu en faisant passer un courant fort entre deux électrodes ou en irradiant en hyperfréquence (méthode qui a l'avantage sur la précédente d'éviter la contamination par le métal des électrodes), soit encore l'irradier par laser. Cette dernière technique est la meilleure car elle permet un chauffage très localisé et des gradients de température très importants autour de la zone irradiée, ce qui permet d'optimiser la taille des nanoparticules.

II.5.2.2 Formation de nanoparticules par réaction en milieu liquide :

La synthèse en milieu liquide est le plus souvent effectuée à partir d'une solution aqueuse ou organique contenant les réactants. La précipitation des nanoparticules est obtenue par une modification des conditions de l'équilibre physico-chimique : pH, potentiels d'oxydoréduction, concentration en réactant ou en solvant.

Enfin, une méthode originale consiste à effectuer les réactions chimiques au sein de gouttelettes de microémulsions. la rencontre de deux gouttelettes contenant chacune l'un des réactants, la constitution d'un nanoréacteur au cœur duquel se fait la nucléation, puis se développe la croissance de la cristallite.

II.5.2.3 Techniques sol-gel :

Les techniques sol-gel permettent de produire des nanomatériaux. En agissant, comme précédemment, sur divers paramètres physico-chimiques, principalement le pH et la concentration.

Les techniques sol-gel permettent la production de pièces massives, mais aussi de dépôts superficiels sur des plaques ou des fibres. Pour ces dernières l'amorçage est obtenu par immersion partielle ; on procède ensuite par tirage. Pour les films, on effectue parfois une centrifugation de la pièce afin d'homogénéiser l'épaisseur du dépôt (par exemple, gel de silice sur silicium, séché puis lithographié après dépôt). Elles sont également utilisées pour la production de composites fibreux. On peut :

- soit inclure les fibres dans la solution contenant le sol et procéder comme précédemment, avec toutefois la nécessité de chauffer le gel en cours de séchage de façon à permettre à la structure d'accommoder le rétreint.
- soit procéder par infiltration d'une structure fibreuse. [13]

II.5.3 Consolidation et densification :

Sauf dans les quelques cas où l'on procède seulement par un travail mécanique intense (métaux et intermétalliques uniquement), le processus qui permet de convertir un matériau en une pièce massive comporte deux étapes :

- une opération de compactage mécanique ;
- et une opération de frittage, libre ou sous charge.

Les stratégies sont assez différentes pour les métaux et pour les céramiques et, pour ces dernières, selon qu'il y a eu ou non agglomération préalable des nanopoudres. L'aptitude des métaux à se déformer permet en effet d'atteindre par pressage des densités déjà très proches de la densité théorique (90 % dans les cas favorables pour les matériaux microcristallins et plus encore pour les matériaux nanométriques), ce qui facilite d'autant l'opération ultérieure de frittage. À l'opposé, l'agglomération des poudres réduit l'aptitude à la compaction, mais

Chapitre II : Mecanosynthese

surtout, ralentit considérablement la densification, ce qui diminue la force motrice qui gouverne la réduction de leur taille.

II.5.3.1 Compactage à froid :

Le compactage est une opération qui peut s'effectuer soit par pressage à sec, soit, dans les cas difficiles, par addition d'un lubrifiant ou par pressage humide, ce qui a pour vertu de réduire les forces de friction entre grains, qu'il faut vaincre pour accroître la densité accrue. On notera que plus la taille des grains est faible, plus sont importantes les surfaces en contact, et partant, les forces à développer.

Le compactage humide est bien adapté aux céramiques et surtout aux oxydes car on n'a pas à craindre une oxydation superficielle des nano grains. Il permet également un gain considérable sur la température ou le temps de frittage.

II.5.3.2 Le frittage :

Le frittage est une opération qui permet, par diffusion atomique à chaud, d'établir des ponts de matière entre les grains et ensuite de réduire la porosité. Le moteur de la réduction de la taille des pores est la tension superficielle, et le mécanisme en jeu la diffusion superficielle. Cette force motrice varie comme l'inverse du diamètre d_p des pores et comme celui-ci suit les variations de la taille de grain.

Le frittage sous charge, qui permet des gains considérables sur les temps d'opération dans le cas de grains micrométriques, n'aurait dû être d'aucun secours pour les nanocristaux car les pressions appliquées sont faibles vis-à-vis des pressions superficielles induites par la courbure de la surface des pores. En fait on constate aussi dans ce cas une augmentation importante de la vitesse de compaction. Ceci est la conséquence d'un changement de mécanisme : les nanomatériaux se déforment à chaud par des glissements aux joints qui provoquent une rotation des nano grains, ce mouvement étant susceptible de réduire les pores [13] .

II.6 Conclusion :

On a déterminé dans ce chapitre le concept général de la mecanosynthese et les conditions nécessaire pour qu'elle soit appliqué ainsi que les types de broyeurs utilisés et leurs différentes caractéristiques. On a aussi décrit dans une 2eme partie les différents paramètres influençant sur ce procédé mécanique, et dans une autre partie on s'est informé sur les différentes méthodes d'élaboration.

CHAPITRE III : TECHNIQUES DE SYNTHÈSE ET DE CARACTERISATION DES POUDRES

L'objectif de ce chapitre est de présenter les outils de synthèse et de caractérisation des alliages étudiés, en précisant leurs méthodes d'utilisation et les conditions pratiques qui ont permis d'obtenir les résultats présentés dans le chapitre 4.

III.1 Méthode d'élaboration : La mécanosynthèse

De nombreuses techniques ont été utilisées pour synthétiser les nanomatériaux tels que : la condensation gazeuse, les procédés chimiques, la méthode sol-gel, la solidification rapide, l'électro déposition et la mécanosynthèse. L'avantage de la mécanosynthèse, par rapport aux autres techniques d'élaboration, réside dans la simplicité de sa mise en œuvre et la possibilité de produire des quantités importantes de poudres à l'état solide et à température ambiante. Cette méthode représente l'étape principale de la synthèse car elle permet de surmonter les problèmes associés à la grande différence entre les températures de fusion des composants ainsi que l'évaporation non désirée qui pourraient se produire pendant la fusion et la coulée. En outre, la mécanosynthèse permet de synthétiser des matériaux nanostructurés avec des propriétés uniques [14]

III.1.1 Conditions d'élaboration

Le broyeur que nous avons utilisé pour l'élaboration des alliages est un broyeur planétaire Pulvérisette PM400 de marque Retsch [15] (figure 3.1). Le principe de broyage est le suivant : les jarres, contenant les billes et la poudre, sont fixées sur un plateau tournant à une vitesse variable Ω ($\Omega_{max} = 400$ tr/min). Elles sont elles-mêmes animées d'un mouvement de rotation dont le sens est contraire à celui du plateau. La vitesse de rotation des jarres ω est, de plus, corrélée à celle du plateau par la relation $\omega = -1,25\Omega$. Ainsi, le mouvement total des jarres résulte de la composition des deux mouvements de rotation. Sous l'effet de la force centrifuge, les billes se mettent en mouvement dans les jarres, et la poudre se trouve broyée lors des collisions bille-bille et bille-paroi. Les forces centrifuges résultant de Ces mouvements agissent sur le contenu des jarres en produisant des effets à très haute énergie de chocs, de frottements

Chapitre III : Techniques de synthèse et de caractérisation des poudres

des billes sur les parois des jarres. Ce procédé particulièrement efficace permet ainsi d'obtenir des poudres nanostructurées métastables [16]. En effet l'énergie d'impact des billes lors du broyage dépend des paramètres d'opération, spécialement de la vitesse de rotation des jarres et du plateau. Il faut noter que parmi ces paramètres, la vitesse du disque exercée la plus significative influence sur la force radiale qui accentue la déformation, la masse, le nombre, la nature et la densité des billes et la nature des jarres.

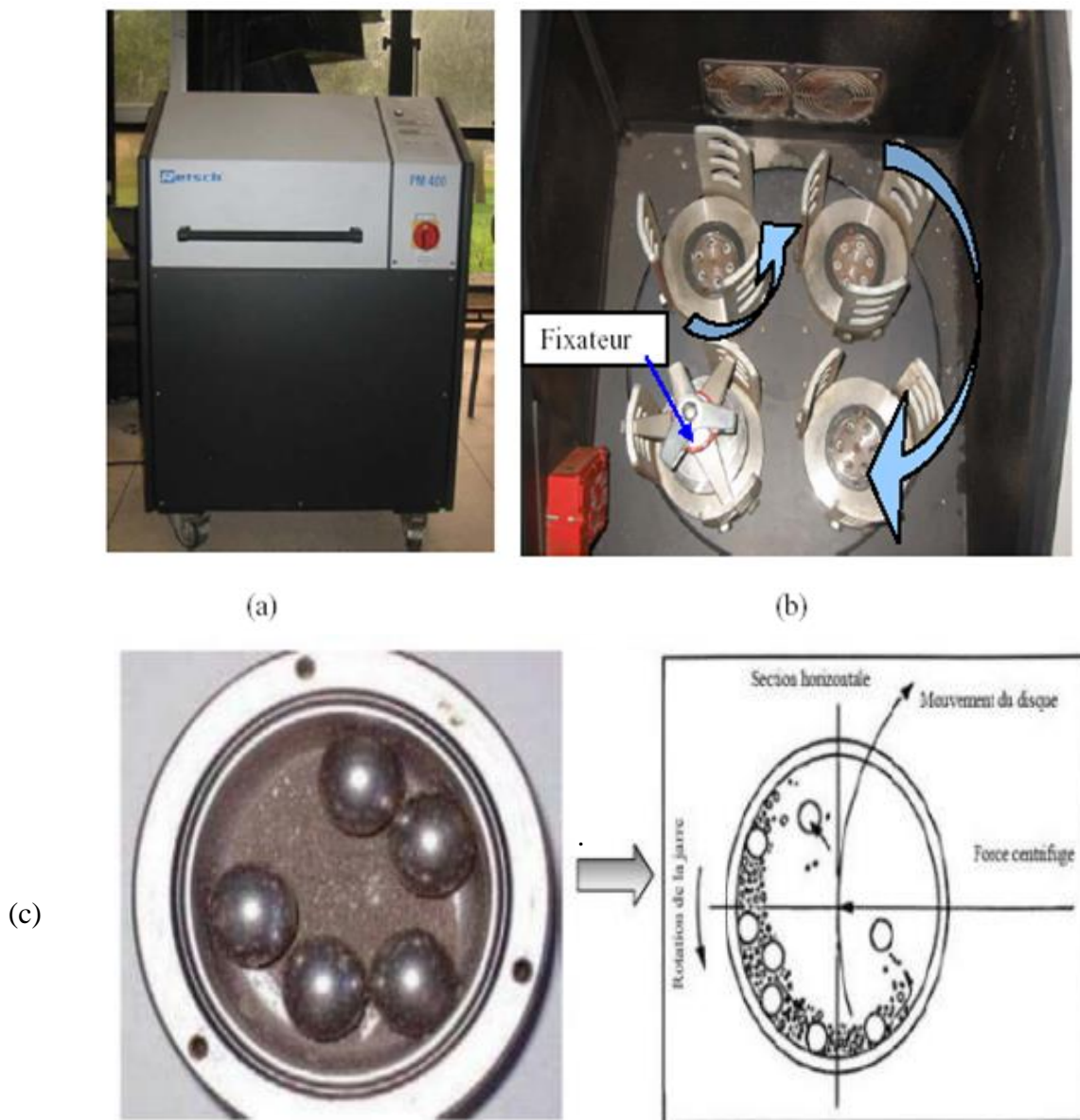


Figure 3.1: Photographie du broyeur planétaire. (a) broyeur planétaire FRITSCH PM400, (b) présentation schématique du mouvement du plateau et des jarres, (c) schématisation de l'action des billes pendant le processus de broyage.

III.1.2 Paramètres de broyage utilisés :

La synthèse des alliages a été réalisée à partir d'un mélange de poudres d'éléments purs (fer, aluminium et vanadium). Les préparations de la charge (poudres et billes) ont été effectuées dans une boîte à gants, sous atmosphère contrôlée (argon) afin de prévenir tout risque d'oxydation des poudres pendant le broyage. Cette dernière a été concrétisée et réalisée au sein du Laboratoire des Sciences et de Génie des Matériaux (LSGM/USTHB). Pour chaque échantillon, 10g de mélange de poudres élémentaires sont introduits dans 4 jarres de broyage en acier au chrome, d'un volume de 250ml avec des billes de 10mm de diamètre en acier inoxydable. Pour cette étude, une série d'alliage ont été élaborée. Le rapport massique billes / poudre (BPR) a été fixé à 10 /1. Les jarres sont ensuite fermées hermétiquement. Une fois ces opérations terminées, les jarres sont solidement fixées sur le plateau du broyeur. La vitesse de rotation du plateau a été fixée à 200 tours par minute (tr/min), par cycles de 30 minutes. Un cycle est constitué de 15 minutes de broyage suivi de 15 minutes de pause, ceci afin d'éviter un échauffement des jarres trop important.

Les propriétés structurales microstructurales des échantillons synthétisés ont été étudiées après différentes durées de broyage (0 h, 5h ,15h ,30h). Nous appellerons cette série d'échantillons « série A ». Les étapes à suivre pour cette méthode de synthèse sont expliquées ci –après (voir figure 3.2).

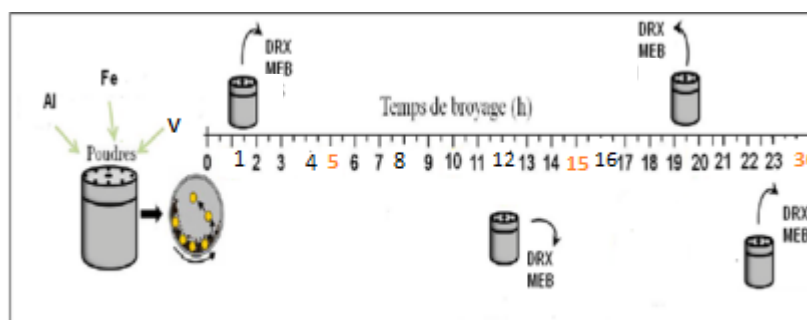


Figure 3.2 : les temps de broyage et technique de caractérisation

III.2 Les techniques de caractérisation :

Les caractérisations structurales et physiques des nanomatériaux réclament à la fois des moyens "classiques" mais aussi des techniques spécifiques adaptées à leurs tailles. Pour une meilleure caractérisation des échantillons, quatre techniques ont été utilisées :

III.2.1 Microscopie électronique à balayage :

La microscopie électronique à balayage permet d'observer la morphologie des agrégats de poudres ainsi que la taille des grains, grâce à un grossissement pouvant atteindre 40000.

Les observations ont été réalisées au laboratoire de science et génie des matériaux de l'institut de mécanique de l'université de Houari Boumediène (USTHB), sur un JEOL (XL630) doté d'un analyseur à rayons X.

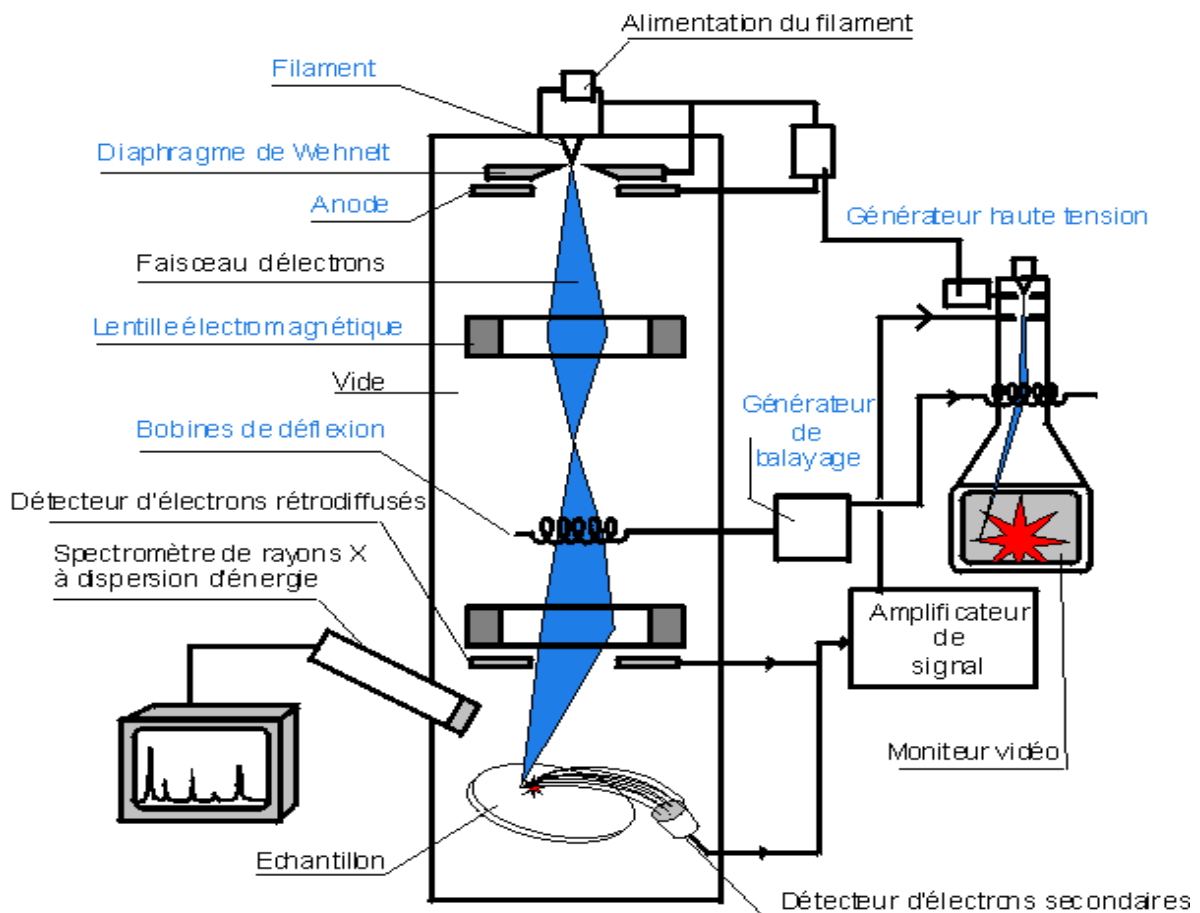


Figure 3.3 : Schéma de Microscopie Electronique à Balayage (MEB) [17]

III.2.1.1 Principe :

Le principe du balayage consiste à explorer la surface de l'échantillon par lignes successives et à transmettre le signal du détecteur à un écran cathodique dont le balayage est exactement synchronisé avec celui du faisceau incident. Les microscopes à balayage utilisent un faisceau très fin qui balaie point par point la surface de l'échantillon [17].

Le microscope électronique à balayage (MEB) est un appareil, pouvant fournir rapidement des informations sur la morphologie et la composition chimique d'un objet solide. Il est couplé à un système de microanalyse (EDX) de marque EDAX.

Toute nature de matériaux est envisageable (métalliques, polymères, ou céramiques) il sera cependant parfois préférable de les revêtir d'une couche conductrice pour améliorer la qualité de l'image. Obtenir une image de bonne qualité ne prend que quelques minutes et il est souvent possible de faire un grand nombre d'observations en une heure de manipulation.

III.2.2 Diffraction des rayons X

Pour caractériser la structure des poudres issues du processus de broyage mécanique, nous avons utilisé la diffraction de rayons X. Cette technique d'analyse permet de déterminer la structure des phases cristallisées, les paramètres de maille, la taille moyenne des cristallites de ces phases et éventuellement, leur état de contrainte mécanique. Les diffractogrammes de rayons X ont été enregistrés au Laboratoire des Sciences et de Génie des Matériaux (LSGM/USTHB)

L'équipement utilisé est un diffractomètre à compteur proportionnel à gaz (PANALITICAL X'Pert Pro). Il est équipé d'un tube à anticathode de cuivre ($\lambda K\alpha 1 = 1.54056 \text{ \AA}$ et $\lambda K\alpha 2 = 1.54439 \text{ \AA}$), d'un détecteur linéaire et d'un monochromateur arrière (PIXcel). Les données sont collectées par un ordinateur utilisant le logiciel de contrôle Panalytical data collector. La tension d'accélération et l'intensité sur l'anticathode ont été fixées respectivement à 45 kV et 40 mA. Pour la caractérisation des composés ternaires Fe-Al-V, les diffractogrammes ont été réalisés de 20° à 120° en 2θ avec un pas allant de 0.040000° à 0.080000° et un temps moyen d'acquisition de 30 secondes par pas pour minimiser d'une part le bruit de fond, et d'autre part aboutir aux informations contenues dans la forme, la largeur et le profil des raies

III.2.2.1 Principe :

La diffraction de rayons X est une méthode utilisée pour identifier la nature et la structure des matériaux cristallisés, les rayons X nous permettent de suivre le mécanisme de formation des alliages $\text{Fe}_{72}\text{Al}_{23}\text{V}_5$. Cette méthode ne s'applique qu'à des matériaux présentant les caractéristiques de l'état cristallin, c'est-à-dire un arrangement ordonné et périodique des atomes qui les constituent. Dans ces matériaux, les atomes s'organisent en plans réticulaires qui sont désignés par les indices (h, k, l) appelés indices de Miller. En éclairant une famille de plans réticulaires avec un rayonnement de longueur d'onde suffisamment petite on peut obtenir un phénomène de diffraction (Figure 3.4), de la même manière que les rayons lumineux sont diffractés par les petites fentes d'un réseau [18].

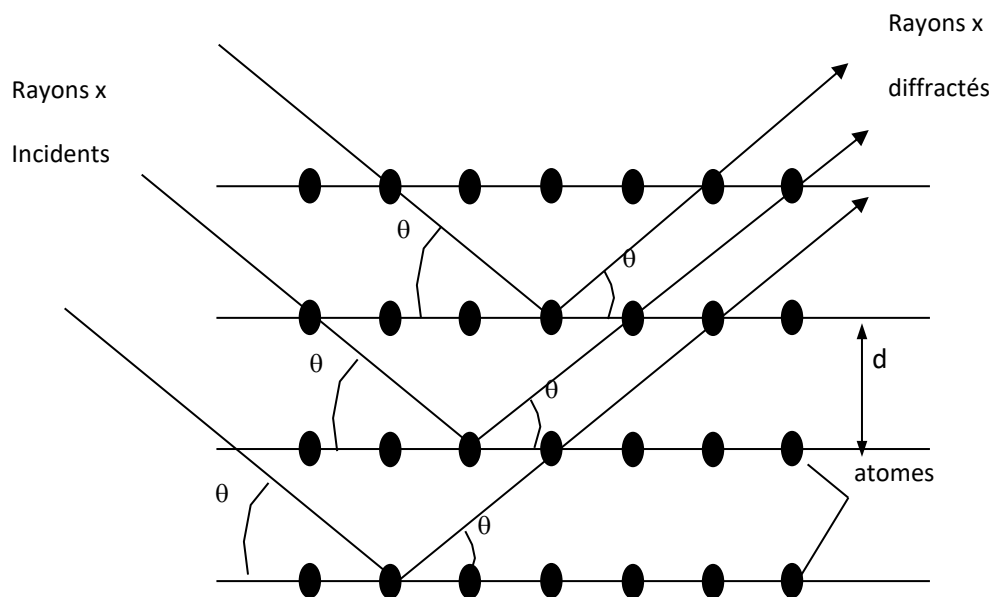


Figure 3.4: Famille de plans réticulaires de distance d , sur lesquels diffracte un faisceau de rayons X [18]

Chapitre III : Techniques de synthèse et de caractérisation des poudres

Les rayons X, qui ont des longueurs d'onde inférieures à 1 nm, permettent d'observer ces phénomènes de diffraction par les cristaux. Ainsi, en éclairant un cristal avec un faisceau de rayons X, on obtient une figure de diffraction constituée de pics caractéristiques des plans réticulaires diffractants. La position de chaque pic, c'est à dire l'angle de diffraction θ , dépend de l'orientation et de la distance réticulaire de la famille de plans diffractants. Cet angle θ vérifie la relation de Bragg [18] :

$$2 \cdot d_{h,k,l} \cdot \sin(\theta) = \lambda \quad (3.1)$$

Où $d_{h,k,l}$ est la distance réticulaire des plans d'indices (h,k,l) et λ , la longueur d'onde des rayons X utilisés.

A titre d'exemple, la figure 3.5 représente le diffractogramme obtenu par diffraction de rayons X sur une poudre de cuivre. Ce diffractogramme est caractéristique d'une structure cristalline cubique faces centrées (cfc). Dans le cas d'une poudre, toutes les orientations cristallographiques sont statistiquement distribuées, c'est pourquoi toutes les familles de plans réticulaires sont diffractantes. Ainsi, contrairement aux échantillons massifs dont les diffractogrammes peuvent présenter des extinctions de pics liées à des effets de texture, les diffractogrammes de poudres présentent tous les pics de diffraction associés à chaque famille de plans réticulaires.

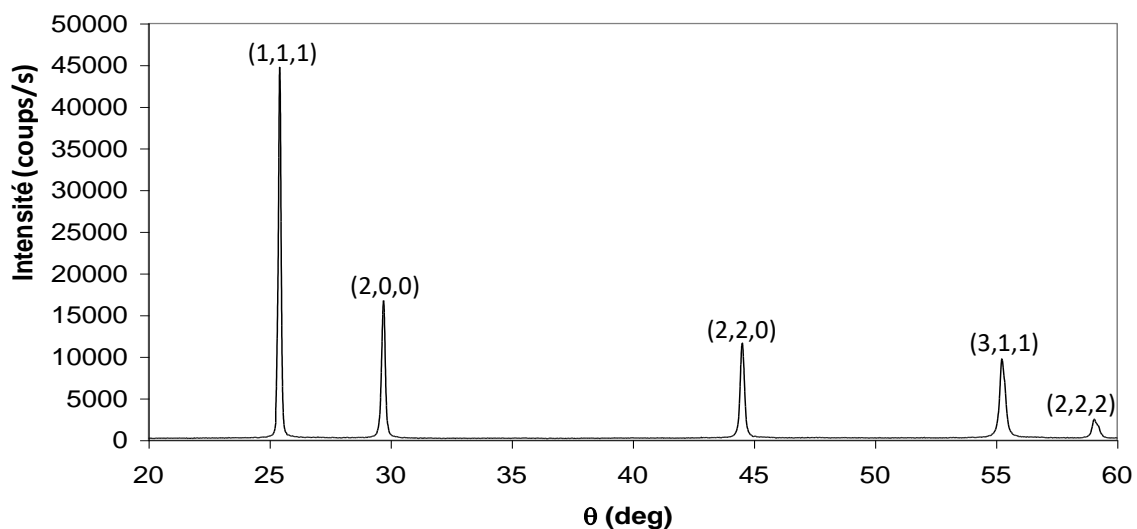


Figure 3.5 Diffractogramme d'une poudre de cuivre, chaque pic de diffraction est associé à une famille de plans réticulaires d'indices (h, k, l) [19].

Chapitre III : Techniques de synthèse et de caractérisation des poudres

La diffraction de rayons X est donc une technique permettant de caractériser les différentes phases cristallines contenues dans un échantillon, et de suivre leur évolution lorsque l'échantillon est soumis à divers traitements [18].

III.2.2.2 Traitement des diffractogrammes :

Le traitement des diffractogrammes peut être effectué avec des logiciels spéciaux. Ils permettent dans un premier temps de visualiser les diffractogrammes puis de procéder à un ajustement de chaque pic par un habillage constitué de gaussiennes et de lorentziennes. Un exemple d'ajustement réalisé sur un mélange de poudres de nickel et de fer broyé 1h30 est présenté sur la figure 3.16. Le résultat de cet ajustement montre que le pic expérimental est en fait la convolution de deux pics caractéristiques de la phase de nickel pur et de la phase Ni_3Fe en formation. Les principaux paramètres d'ajustement obtenus sont les positions de chaque pic ainsi que leur largeur à mi-hauteur. Ces paramètres sont ensuite utilisés pour déterminer les paramètres de maille et la taille moyenne des grains diffractants.

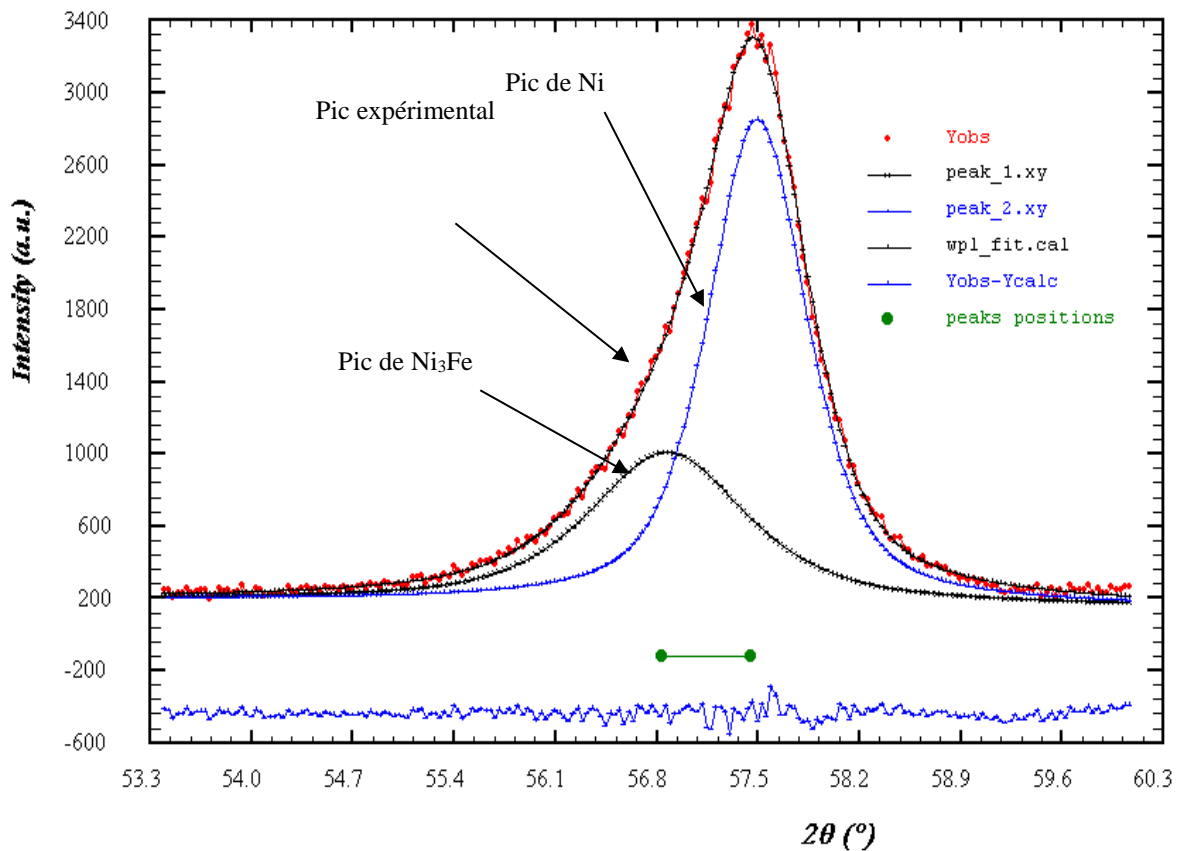


Figure 3.6 Exemple d'ajustement d'un pic de diffraction X obtenu sur un mélange de poudre de nickel et de fer broyée pendant 1h30. Le pic expérimental est une convolution de deux pics Caractéristiques des phases de nickel pur et de Ni_3Fe [19]

Chapitre III : Techniques de synthèse et de caractérisation des poudres

- Calcul des paramètres de maille :

Pour chaque type de structure cristalline (cc, cfc, hep...), la connaissance de la position de chaque pic et des indices (h, k, l) des plans diffractants associés permet de calculer les paramètres de maille moyens. Par exemple, le paramètre de maille des matériaux de structure cubique est relié aux indices (h, k, l) et à la position des pics $d_{h,k,l}$ par la relation suivante : [19]

$$d_{h,k,l} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (3.2)$$

On peut donc calculer pour chaque pic de diffraction le paramètre de maille correspondant. On en déduit ensuite un paramètre de maille moyen.

- Calcul de la taille des grains diffractants :

Lorsque l'on étudie des matériaux nanocristallins, on observe un élargissement des pics de diffraction qui est dû à la taille nanométrique des grains diffractants. En effet, les contraintes internes peuvent également, comme le montre la figure 3.7

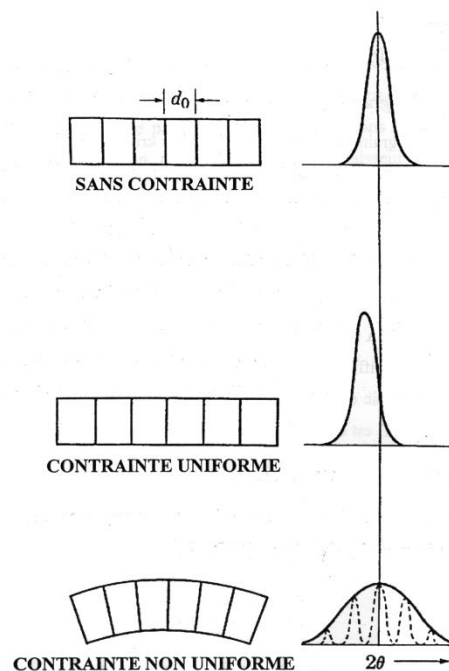


Figure 3.7 : Effet des contraintes sur la largeur et la position d'un pic de diffraction

X

Chapitre III : Techniques de synthèse et de caractérisation des poudres

Il existe différentes méthodes pour déterminer la taille des grains en tenant compte ou non des effets de contraintes. Les méthodes les plus utilisées sont la méthode de Scherrer qui néglige les effets de contraintes η et la méthode de Williamson-Hall qui les prend en compte. La méthode de Scherrer est la plus simple à utiliser et donne rapidement un ordre de grandeur de la taille des grains diffractants. Avec cette méthode le diamètre moyen d des grains diffractants est donné par les formules suivantes : [19]

Formule de scherrer :

$$D = \frac{k \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos(\theta)} \quad (3.3)$$

Formule de Williamson Hall :

$$D = \frac{k \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos(\theta) - \eta \cdot \sin(\theta)} \quad (3.4)$$

Où k est la constante de Scherrer ($k = 0,9$), λ la longueur d'onde du rayonnement utilisé, θ l'angle de diffraction et β la largeur intrinsèque du pic de diffraction considérée. L'élargissement intrinsèque d'un pic de diffraction est calculé à partir de sa largeur à mi-hauteur B et de l'élargissement instrumental b du diffractomètre.

$$\text{On a ainsi : } \beta = \sqrt{B^2 - b^2} \quad (3.5)$$

Cette méthode nous a permis d'estimer la taille des cristallites des poudres broyées.

III.2.3 Microdureté :

Les essais de microdureté ont aussi été effectués au Laboratoire des Sciences et Génie des Matériaux de l'USTHB. Les mesures ont été faites avec une charge de 25g. Chaque valeur est la moyenne de trois mesures.

De très nombreuses méthodes d'évaluation de la dureté existent, mais dans notre travail, nous avons utilisé l'essai de Vickers.

III.2.3.1 Principe de l'essai (Vickers) :

La mesure de dureté Vickers se fait avec une pointe pyramidale normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet entre face égal à 136° (figure 3.8) L'empreinte a donc la forme d'un carré ; on mesure les deux diagonales d_1 et d_2 de ce carré à l'aide d'un appareil optique. On obtient la valeur d_t en effectuant la moyenne de d_1 et d_2 . C'est d_t qui sera utilisée pour le calcul de la dureté. La force et la durée de l'appui sont également normalisées. [20]

$$H_v = \text{constante} \cdot \frac{(\text{Charge de l'essai})}{(\text{Aire de l'empreinte})}$$

Si on remplace

$$H_v = 0,102 \cdot \frac{2F \cdot \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{d_t^2}$$

Donc

$$H_v = 0,189 \cdot \frac{F}{d_t^2} \quad (3.6)$$

Chapitre III : Techniques de synthèse et de caractérisation des poudres

H_V : dureté Vickers

d_1 et d_2 (mm) : mesure de l'empreinte réalisée à 90° (2 diagonales du carré de l'empreinte)

F : charge d'essai (N)

g : accélération de la pesanteur

Avec

$$\text{Constante} = \frac{1}{g} = \frac{1}{9,8066} = 0,102$$

Et

$$d_t = \frac{d_2 + d_1}{2}$$

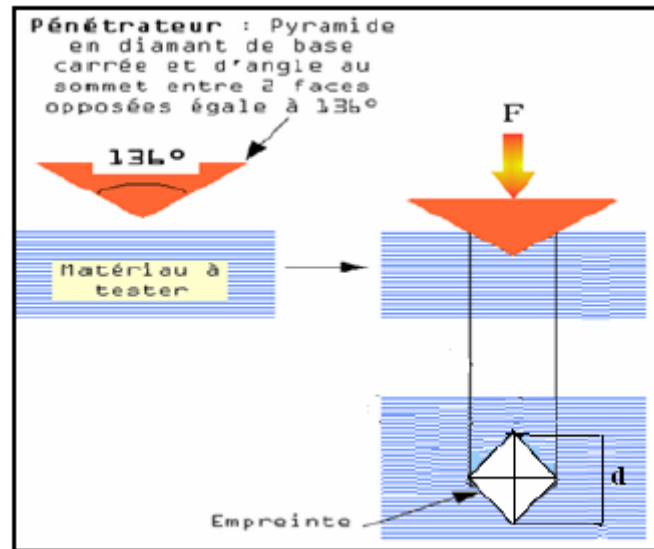


Figure 3.8 : Principe de la dureté Vickers [20]

III.2.4 Hyperfréquences

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

Ils occupent dans le spectre électromagnétique la portion située entre les ondes radio et les rayons infrarouges figure (3.9). Cette région du spectre électromagnétique est la dernière à être exploitée expérimentalement, on effet ce n'est qu'en 1923 que les micro-ondes ont été générées et détectées pour la première fois.

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

Chapitre III : Techniques de synthèse et de caractérisation des poudres

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

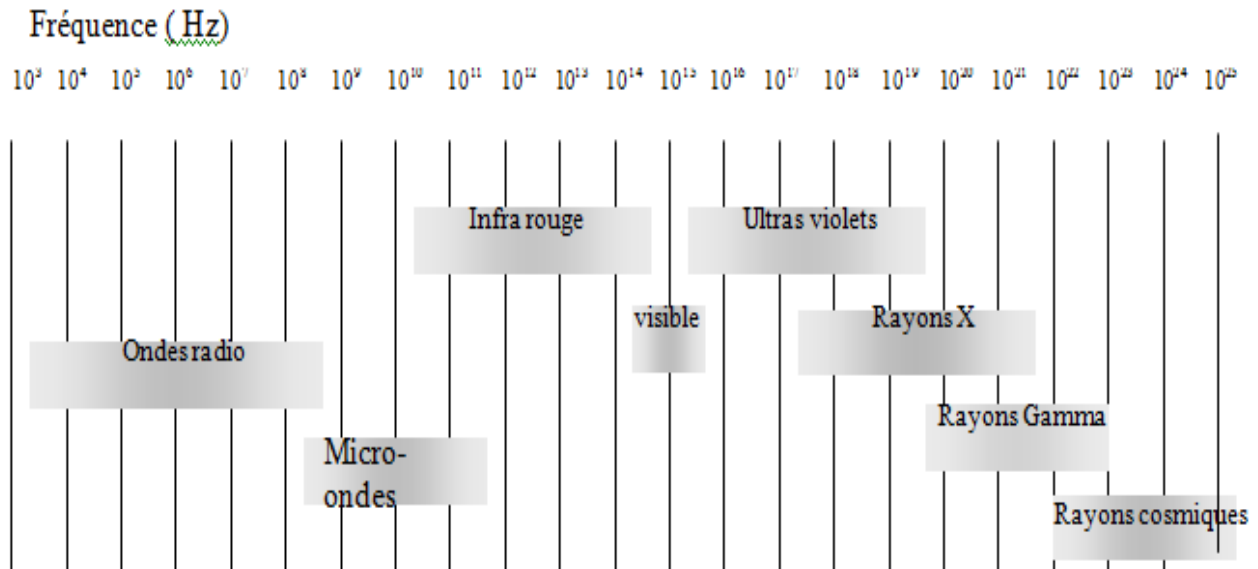


Figure 3.9: Spectre électromagnétique [21].

Les hyperfréquences sont situées dans la partie inférieure, si l'on raisonne en fréquence, du spectre des ondes électromagnétiques tandis que les ondes visibles de l'optique sont situées dans la moitié supérieure [21]

C'est la relation dynamique entre les champs électrique et magnétique qui donnent naissance aux ondes électromagnétiques. Contrairement à une radiation naturelle, les ondes hyperfréquences et radio sont produites en excitant un circuit électronique par un courant électrique fort qui produit un changement continu du champ magnétique et vice versa, durant l'interchangèrent mutuel d'énergie entre les deux champs, ces derniers se propagent loin de la source et continuent leur déplacement après que le courant qui leur a donné naissance a cessé, c'est ce qui permet à l'énergie de se propager. Ce phénomène de superposition des champs électrique et magnétique résultant des effets produits par un courant variable et propagés à distance est expliqué par les équations de MAXWELL [21].

Chapitre III : Techniques de synthèse et de caractérisation des poudres

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

Pour mesurer l'évolution du coefficient de réflexion ainsi que le coefficient de transmission en fonction de %Al nous avons utilisé une micro-onde en réflexion (hyperfréquences) avec un banc hyperfréquence PM7000X. Ce dispositif est disponible à l'institut d'aéronautique de Blida comporte un guide d'onde rectangulaire et une série de composants hyperfréquence à bande X pour une gamme de fréquences de 8.2 à 12.5 Mhz.

La configuration d'une chaîne de mesure des coefficients de réflexion et de transmission d'une série d'échantillons est la suivant :

III.2.4.1 Système d'analyse

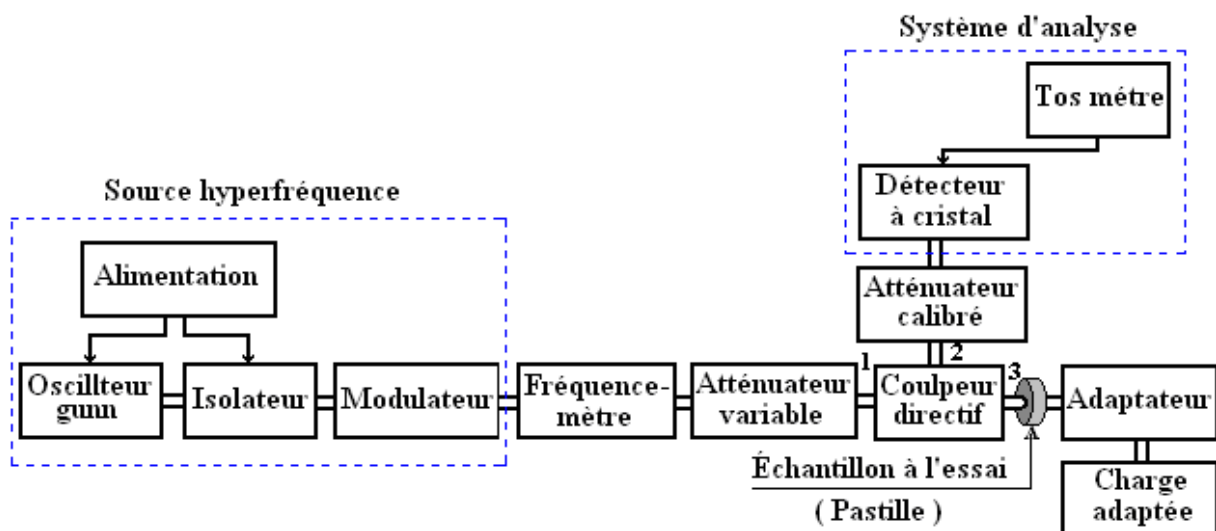


Figure 3.10 : La configuration d'une chaîne de mesure du coefficient de réflexion.

III.2.4.2 Principe de fonctionnement du coupleur directif

Le coupleur directif est un composant hyperfréquence passive, c'est un dispositif à quatre accès constitués de deux guides d'ondes rectangulaires identiques, il existe des ouvertures dans la paroi commune aux deux guides qui permet un transfert de la puissance de

Chapitre III : Techniques de synthèse et de caractérisation des poudres

guide principale au guide secondaire, pour notre application nous utilisons le coupleur directif avec uniquement de la puissance réfléchi.

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

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

Le coefficient de réflexion R est défini par le rapport de l'onde réfléchi à l'onde incidente sur l'échantillon à l'essai [21] :

$$|R| = \frac{P_r}{P_i} \quad (3.7)$$

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

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

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

L'échantillon à l'essai absorbe la quantité de puissance (la puissance hyperfréquence) $P_3 - P_2$, cette différence permet de définir le coefficient de réflexion du matériau par l'équation : [8]

$$\begin{aligned} 20 \log_{10} |R| &= 20 \log_{10} P_r - 20 \log_{10} P_i \\ \Rightarrow 20 \log_{10} |R| &= [20 \log_{10} (P_r - P_i)] \end{aligned} \quad (3.8)$$

Chapitre III : Techniques de synthèse et de caractérisation des poudres

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

$$T=1+R \quad (3.9)$$

Où, R : le coefficient de réflexion

T : le coefficient de transmission

III.3 Conclusion :

Dans ce chapitre, ont été présentées les méthodes de synthèse et de caractérisation utilisées dans cette étude. Dans une première partie, la méthode utilisée pour l'élaboration des échantillons, les conditions d'élaboration et les paramètres de broyage utilisés dans ce travail, ont été présentées. La deuxième partie a été consacrée aux techniques de caractérisations expérimentales, qui constituent le principal outil de ce travail :

- (i) La Microscopie Electronique à Balayage (MEB),
- (ii) La diffraction de rayons X (DRX),
- (iii) La microdureté et
- (iv) Les hyperfréquences.

CHAPITRE IV : RESULTATS ET INTERPRETATIONS

Ce chapitre concerne les résultats des caractérisations morphologiques, structurales et microstructurales. Les résultats de ces analyses seront donnés pour les alliages ternaires $\text{Fe}_{72}\text{Al}_{23}\text{V}_5$ (% massique) élaborés par mécanosynthèse pendant 0, 5, 15 et 30 h, à titre de comparaison quelques résultats de l'alliage $\text{Fe}_{72}\text{Al}_{28}$ (% massique) seront parfois présentés.

IV.1 Evolution morphologique des composés $\text{Fe}_{72}\text{Al}_{23}\text{V}_5$ durant le broyage

Nous nous sommes intéressés à la morphologie et à la distribution de la taille des particules compte tenu de l'impact de ces paramètres sur les performances mécaniques et physiques des matériaux.

La morphologie des poudres a été observée, après 5h, 15h et 30h de broyage, en mode de détection des électrons secondaires (SEI) et en mode de détection des électrons rétrodiffusés (BES).

Les changements de la morphologie des particules sont le résultat de la soudure à froid et des fractures [22]. L'observation de cette poudre par microscopie électronique à balayage (MEB), montre des particules de taille micrométrique variant entre 100 et 500 μm . Les surfaces des particules sont planes dues à la fracture mécanique (figure 4.1).

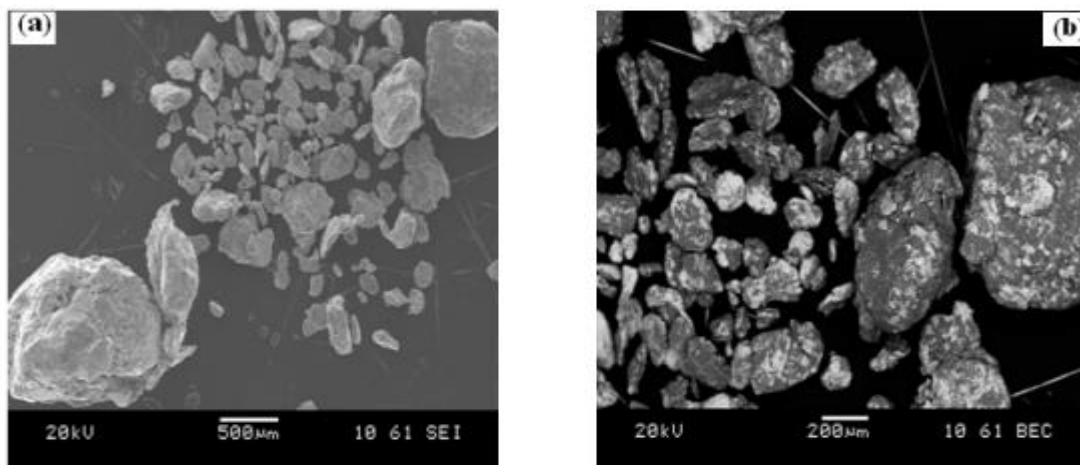


Figure 4. 1 : Morphologie de la poudre $\text{Fe}_{72}\text{Al}_{23}\text{V}_5$ (wt %) après 5h de broyage, (a) En mode de détection des électrons secondaires. (b) En mode de détection des électrons rétrodiffusés

Chapitre IV : résultats et interprétations

L'observation de la poudre $\text{Fe}_{72}\text{Al}_{23}\text{V}_5$ après un broyage de 15 h a été effectuée par MEB en mode de détection des électrons secondaires (SEI) et en modes de détection des électrons rétrodiffusés (BES) (figure 4.2). D'autres images (non présentées ici) montrent que la taille des particules est de l'ordre de $50\ \mu\text{m}$.

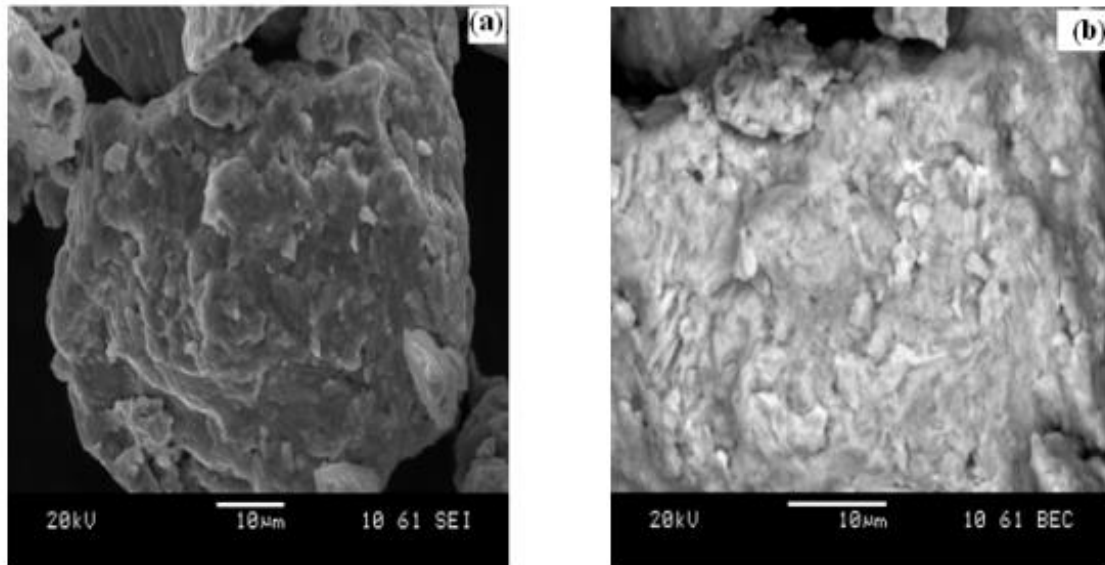


Figure 4.2 – Morphologie de la poudre $\text{Fe}_{72}\text{Al}_{23}\text{V}_5$ (wt %) après 15 h de broyage, (a) En mode de détection des électrons secondaires. (b) En mode de détection des électrons rétrodiffusés.

Remarquons aussi que des phénomènes d'agglomération apparaissent après 15 h de broyage. Si on se place sur une particule on constate une agglomération de plusieurs particules plus petites. Ceci signifie qu'à ce stade de broyage, le phénomène prédominant est le soudage à froid. Une image en électrons rétrodiffusés montre qu'il y a quelques ilots riches en Al pur qui persiste encore à ce stade de broyage (figure 4.2 b). On observe aussi une diminution du diamètre moyen des particules ($20\ \mu\text{m}$). La fragmentation des particules se déroule en différentes étapes. Les particules se fissurent puis se cassent suivant la ligne de fissure pour former dans un premier temps des fragments grossiers puis des fragments de plus en plus petits [23]. A ce stade du traitement, certaines particules, en faible nombre, n'ont pas encore été touchées par les corps broyants alors que d'autres se fissurent et se ressoude. Une image en électrons rétrodiffusés montre la présence de gros fragments (figure 4.3.a). Ces derniers ont été

Chapitre IV : résultats et interprétations

analysés comme étant du fer pur après une analyse chimique effectuée sur cet échantillon (figure 4.3.b).

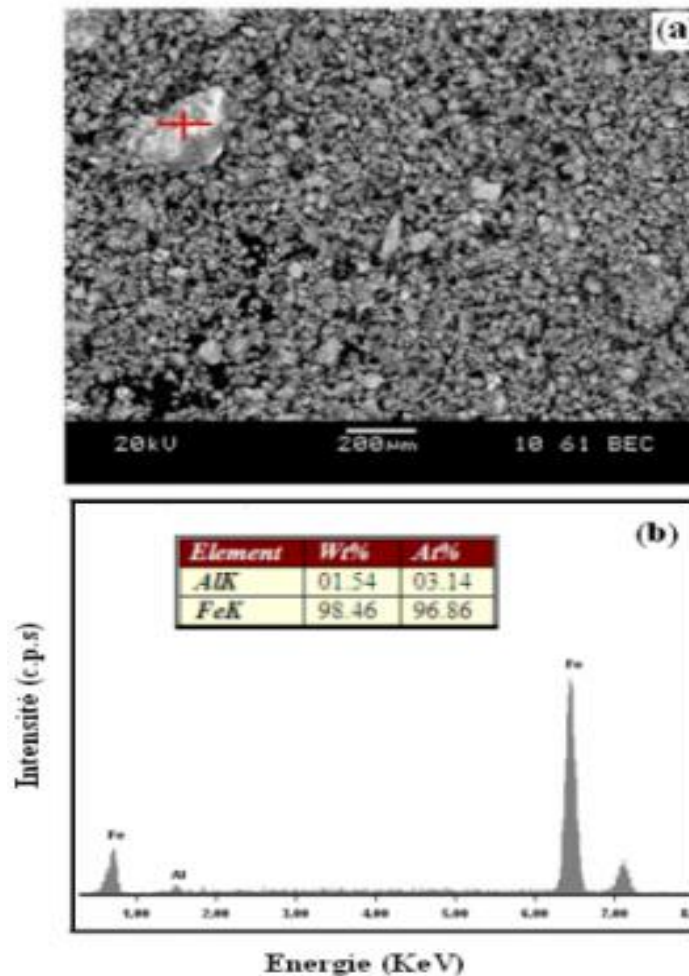


Figure 4.3 – (a) Morphologie de la poudre $\text{Fe}_{72}\text{Al}_{23}\text{V}_5$ (wt %) après 15 h de broyage en mode de détection des électrons rétrodiffusés. (b) Analyse chimique par EDS.

La figure 4.4 présente la morphologie de la poudre après 30 h de broyage. La poudre semble plus homogène et plus fine, les particules ont une forme quasi-sphérique. L'image agrandie 1200 fois montre un ensemble de particules de différentes tailles. L'image de plus fort agrandissement (4000 fois) met en évidence une taille moyenne de $5 \mu\text{m}$ [24]. A ce stade de broyage, l'alliage $\text{Fe}_{72}\text{Al}_{23}\text{V}_5$ a bien été formé (voir DRX). Ceci démontre que l'équilibre entre le soudage et la fracture est atteint. Aucune contamination par l'atmosphère ou par les outils de broyage n'a été détectée par EDS.

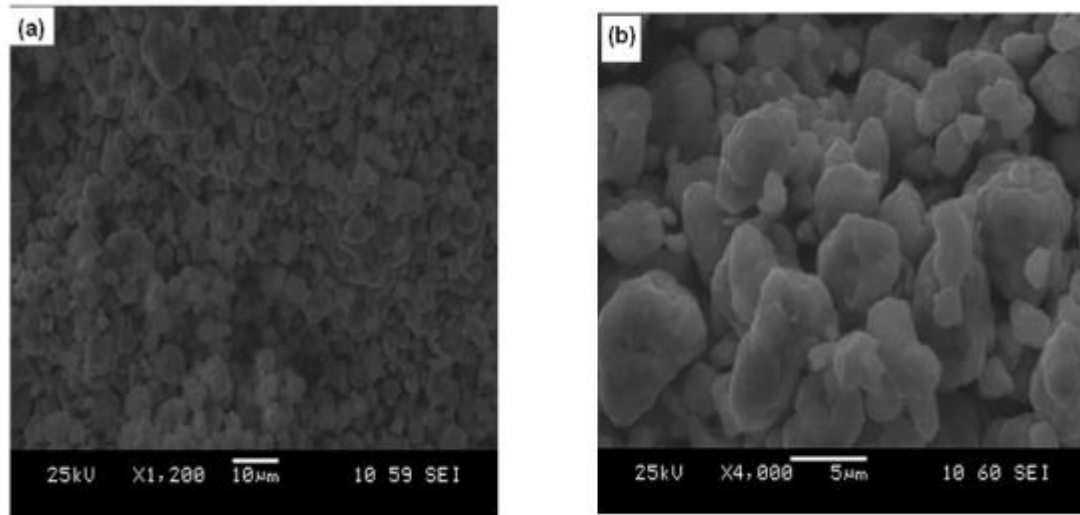


Figure 4.4– Morphologie de la poudre Fe₇₂Al₂₃V₅ après 30 h de broyage, (a) En mode de détection des électrons secondaires X 1200, (b) En mode de détection des électrons rétrodiffusés X 4000

IV.2 Evolution structurale de la poudre Fe₇₂Al₂₃V₅ durant le broyage :

La formation des alliages Fe-Al-V, en fonction du temps de broyage, a été suivie par diffraction des rayons X (DRX). Dans ce mode, il est possible de vérifier la structure de l'alliage et l'évolution des pics pendant le broyage. Pour obtenir cet alliage, la disparition des pics d'Aluminium et de Vanadium (présent dans le mélange de départ) est envisagée, ainsi que l'apparition des pics propres aux nouveaux composés.

L'évolution de la formation des composés est illustrée dans la figure (4.5) Sur cette figure, sont comparés les diagrammes de diffraction de rayons X des échantillons Fe-Al-V, broyés entre 0 et 30 h. Les diffractogrammes présentés sur cette figure montrent l'évolution, durant le broyage, des phases en présence dans la poudre Fe-Al-V. Le spectre de DRX du mélange initial Fe+Al+V (marqué 0 h dans la figure 4.5) montre la présence de pics correspondants à la structure du fer (Fe) cubique centré (cc), à celle de l'aluminium (Al) cubique à faces centrées (cfc) et à celle du vanadium cubique centré (cc).

Chapitre IV : résultats et interprétations

On remarque que le broyage mécanique introduit des changements importants dans les poudres broyées. L'augmentation du temps de broyage provoque la diminution de l'intensité des pics de diffraction ainsi que leur élargissement. Après 5h de broyage, on constate la disparition complète des pics de vanadium : seuls les pics de la phase de Al et Fe sont observés. On remarque un décalage des pics de fer vers les petits angles ainsi que leur élargissement. Le décalage progressif des pics de fer est attribué à une mise en solution des atomes de vanadium et de l'aluminium dans le fer.

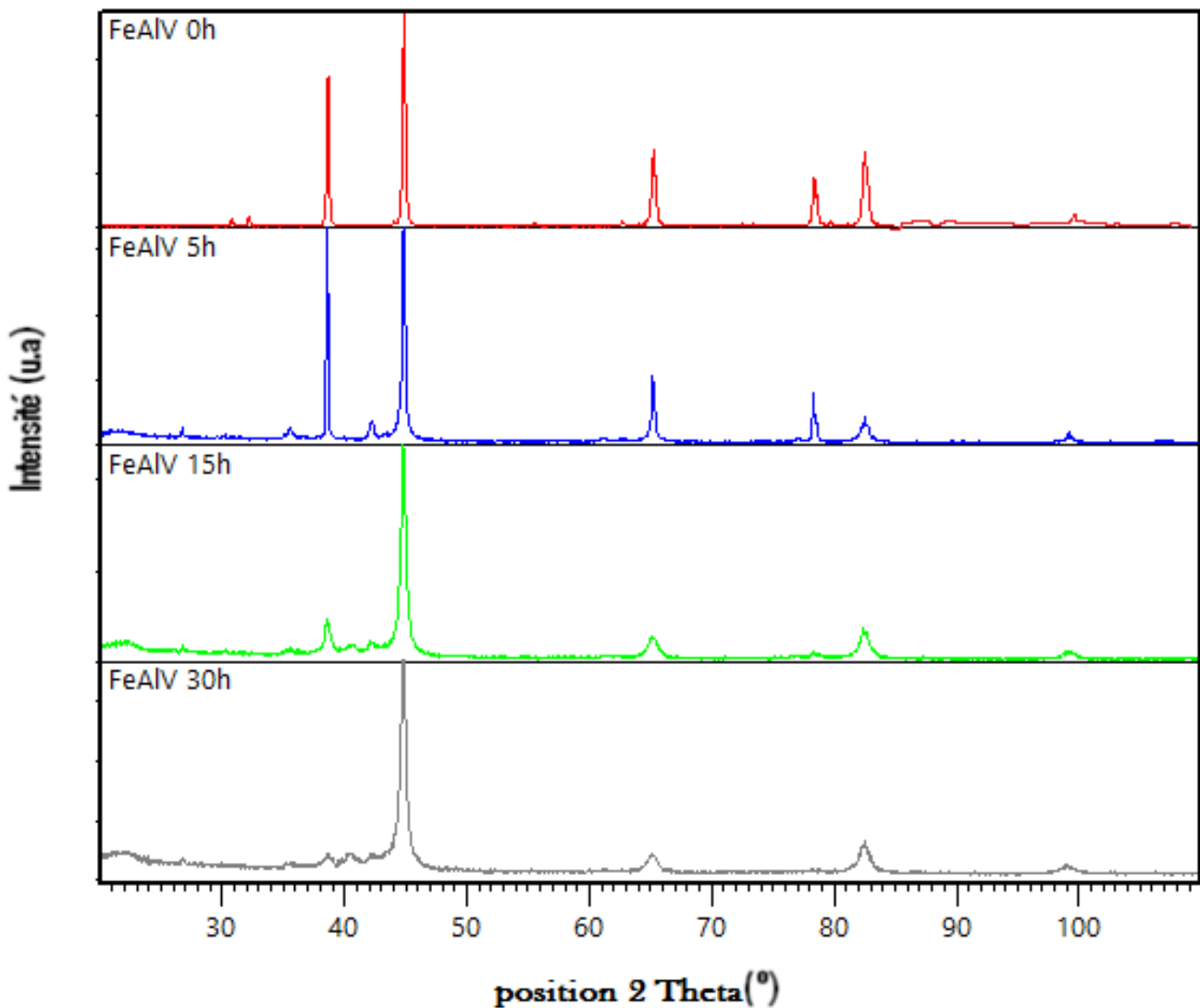


Figure 4.5 : Comparaison des diffractogrammes de la poudre $\text{Fe}_{72}\text{Al}_{23}\text{V}_5$ (wt %) en fonction du temps de broyage entre 0 et 30 h.

Chapitre IV : résultats et interprétations

L'élargissement des pics de fer est dû à une réduction de la taille des domaines diffractants et aux nombreuses contraintes introduites dans le réseau durant le broyage. La mise en solution des atomes d'aluminium et de vanadium provoque donc l'augmentation du paramètre de maille du fer (Fe-cc).

Pour illustrer le déplacement des pics pendant le broyage, l'évolution de la position du pic le plus intense du fer est représentée sur la figure (4.6) pour apprécier le déplacement du pic, un agrandissement de l'intervalle angulaire qui lui correspond dans les diffractogrammes.

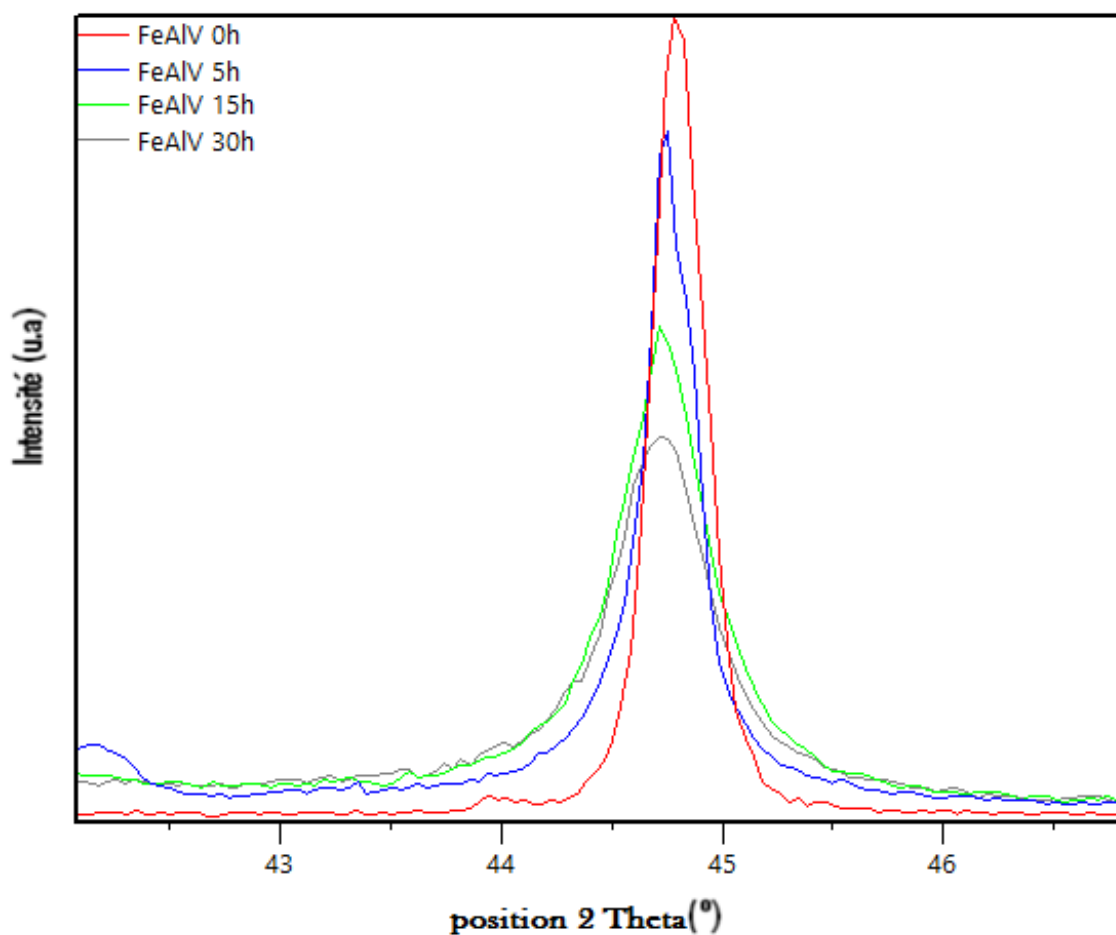


Figure 4.6 : Zoom sur l'évolution du pic de diffraction le plus intense du mélange $\text{Fe}_{72}\text{Al}_{23}\text{V}_5$ en fonction de temps de broyage

Chapitre IV : résultats et interprétations

Dans l'intervalle 5 – 30 heures de broyage, l'intensité des pics de Fer diminue progressivement. La diminution en intensité et l'élargissement des pics traduit aussi deux effets superposés : la diminution de la taille des grains par broyage et l'introduction des contraintes. Avec de plus longs temps de broyage, les pics commencent à devenir plus étroits, avec un déplacement remarquable vers les petits angles. L'analyse des pics de diffraction permet aussi la détermination de la taille des cristallites et des contraintes présentes dans les poudres. Pour le calcul de la taille de cristallite, nous avons appliqué la méthode Scherrer et Williamson – Hall.

L'évolution de la taille des cristallites et des microdéformations en fonction du temps de broyage est présentée dans la Figure 4.7.

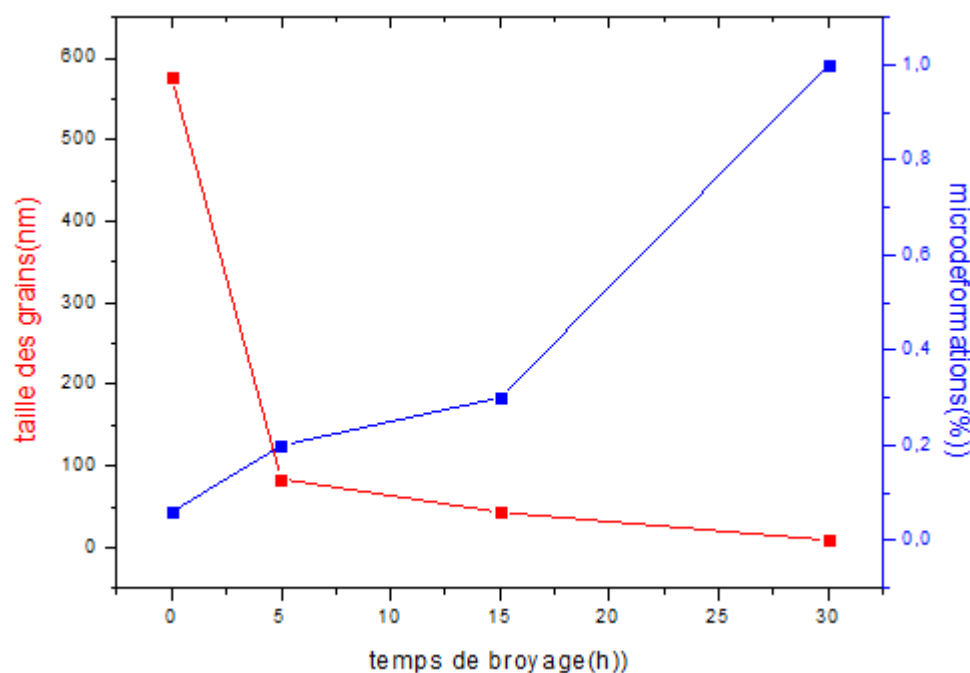


Figure 4.7 : L'évolution de la taille des grains et les microdéformations en fonction du temps de broyage

Chapitre IV : résultats et interprétations

La taille moyenne des grains, $\langle D(\text{nm}) \rangle$, et le taux de microdéformations, $\langle \varepsilon (\%) \rangle$, ont été calculés conjointement à partir des spectres de diffraction relatifs aux différents temps de broyage. L'affinement des profils de raies de diffraction X a été effectué à l'aide du logiciel High Score. Après avoir éliminé la contribution de la raie $K\alpha_2$ au profil de raie.

On constate que la taille moyenne des grains diminue avec l'augmentation de la durée du broyage. Cette diminution de $\langle D \rangle$ est accompagnée d'une augmentation du taux de microdistorsions $\langle \varepsilon \rangle$ avec le temps de broyage.

En effet, après 30h de broyage, la taille des grains, estimée par la méthode de Scherrer, est de l'ordre de 4 nm. Cette valeur, sous-estimée du fait de la non prise en compte des contraintes, nous donne toutefois un ordre de grandeur de la taille des grains qui constituent l'alliage formé. Ceci montre que le broyage mène à la formation de matériaux nanostructurés.

La figure (4.8) présente l'évolution du paramètre de maille en fonction du temps de broyage. Celui-ci augmente dans les premières heures de broyage puis semble atteindre une valeur stationnaire. La valeur du paramètre de maille augmente de 2.751 Å à l'équivalent de 0.2751 nm à 0.5761 nm pour 0h à 30h de broyage respectivement, cette croissance de paramètre de maille a (nm) qui est traduite sur nos diffractogrammes par un décalage des pics de diffraction vers les petits angles (figure 4.6).

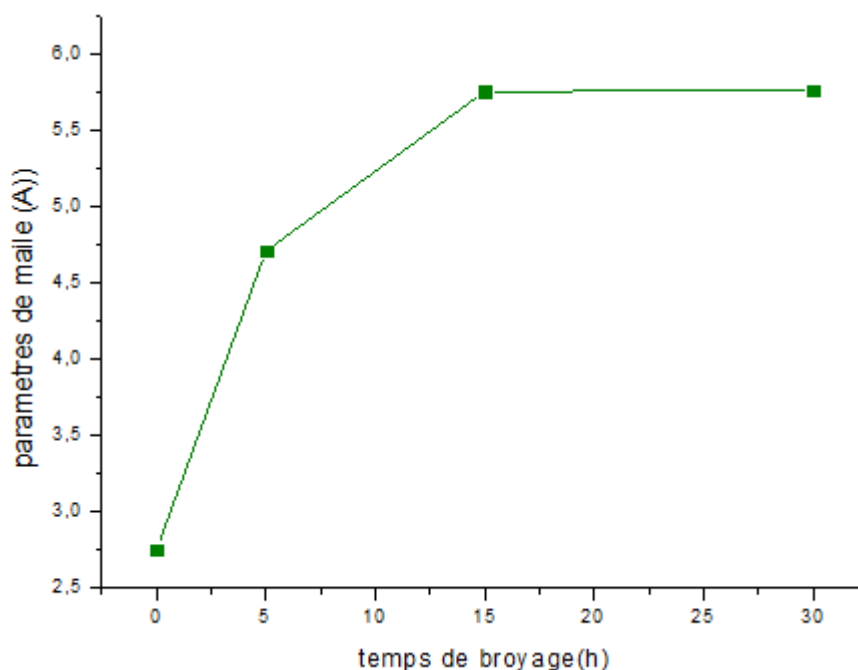


Figure 4.8 : Evolution du paramètre de maille en fonction de la durée de broyage.

Remarque :

Après dépouillement des spectres et identifications des phases avec le logiciel HighScore et les fiches ASTM. (American Society for Testing and Materials) Nous avons détecté la formation de d'autres phases avec le broyage mécanique (voir annexe A), en raison des contraintes de temps nous n'avons pas pu étudier toutes les phases, nous nous sommes donc focalisé principalement sur la phase cubique centré FeAlV.

IV.3 Résultats des Hyperfréquences :

Contrairement aux métaux usuels, l'affinement de la taille de particules pendant la mécanosynthèse, s'accompagne par des effets de surface qui dans les nanomatériaux, ne peuvent pas être négligés. Cet effet de surface est caractérisé par un arrangement désordonné, une densité importante et une composition chimique différente. C'est ce phénomène de confinement qui confère à nos alliages cette faculté d'absorption et/ou de réflexion des ondes électromagnétiques.

La figure 4.9 montre l'évolution du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence (entre 8.2 et 12.5 GHz) Pour les alliages $\text{Fe}_{72}\text{Al}_{23}\text{V}_5$ broyés pendant 15 et 30 h. On constate que le coefficient de réflexion diminue en fonction de l'augmentation de la fréquences.il atteint une valeur maximum de 0.7 pour une fréquence de 10 GHz pour l'échantillon de 15h. Et à 11 GHz, un minimum du coefficient de réflexion atteint la valeur de 0.22 après 30 heures. Au fur et à mesure de l'augmentation du temps de broyage on remarque une diminution de coefficient de réflexion. Cette diminution est probablement liée à la diminution de la taille des particules

On constate que notre matériau conducteur à basse fréquence devient absorbant à haute fréquence.

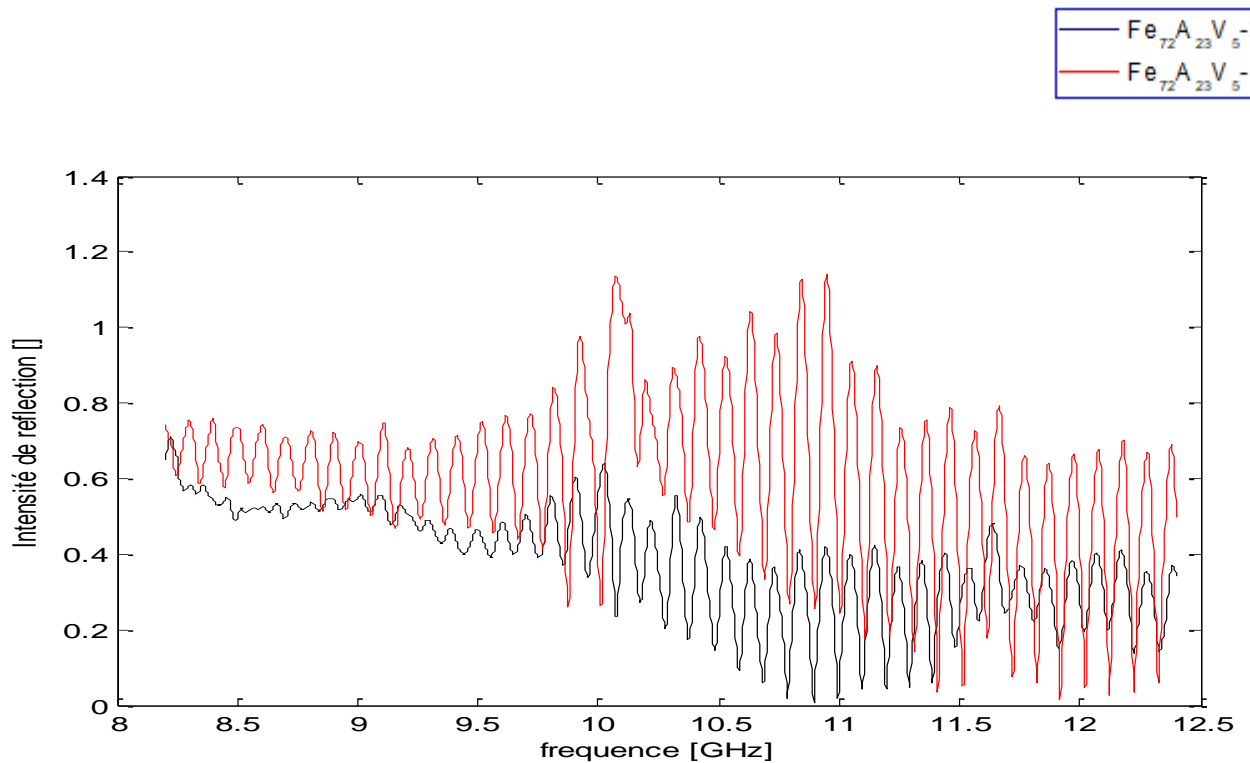


Figure 4.9 : coefficient de réflexion en fonction de la fréquence des composés broyés 15 et 30h

IV.4 La Microdureté :

La figure 4.10 représente l'évolution de la microdureté en fonction du temps du broyage, pour l'alliage nanostructuré $\text{Fe}_{72}\text{Al}_{23}\text{V}_5$, représenté ici en rouge et pour l'alliage binaire $\text{Fe}_{72}\text{Al}_{28}$ représenté en noir à titre de comparaison. Notons que les deux composés ont été élaborés sous les mêmes conditions de broyage. On constate une augmentation de la microdureté jusqu'à 30 heures de broyage. Selon la loi de Hall-Petch (voir chapitre 1), cette augmentation peut être attribuée à la diminution de la taille des cristallites.

On remarque que la microdureté de l'alliage FeAl allié au vanadium est nettement supérieure à celle de l'alliage binaire FeAl, pour cet alliage la microdureté atteint 700 HV après 30 h de broyage alors que celle du composé ternaire FeAlV est de 830 HV.

L'addition du vanadium au composé binaire a conduit donc à l'augmentation de la microdureté, ceci peut être expliqué par le durcissement par solution solide du vanadium,

Chapitre IV : résultats et interprétations

sachant que le vanadium à l'échelle micrométrique a une microdureté de 628 HV, le fer 608 HV et l'aluminium 167 HV.

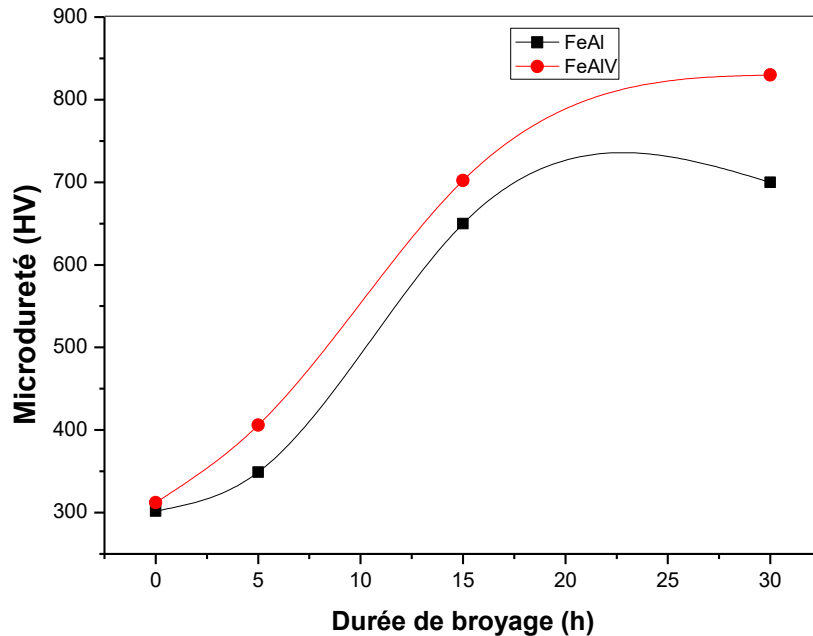


Figure 4.10 Variation de la microdureté en fonction de la durée de broyage.

L'addition du titane (Ti) et du bore (B) n'a pas permis d'obtenir de telles valeurs. En effet, dans ce travail [25] le dopage de l'alliage Fe-Al avec le titane et le bore n'a pas conduit à de telles valeurs de la microdureté. 300.5 HV pour le FeAlTi et 256 HV pour le FeAlTiB. L'auteur a expliqué que la diminution de la microdureté dans le cas du FeAlTiB est due à la solubilité de l'élément de transition ternaire Ti, permettant sa précipitation, concluant que le renforcement par solution solide est plus efficace que par précipitation.

De telles valeurs élevées de la microdureté sont dues aussi aux microdistorsions induites par les dislocations créées durant la mécanosynthèse.

Chapitre IV : résultats et interprétations

IV.5 Conclusion :

L'énergie apportée par le broyage a permis la réduction de la taille des cristallites jusqu'à l'échelle nanométrique et de provoquer des transformations de phases dans les différents alliages. Le processus de formation de ces phases a été suivi par MEB, DRX, Hyperfréquences et Microdureté.

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Ce travail avait comme objectifs principaux, la synthèse de composés nanostructurés de type $\text{Fe}_{72}\text{Al}_{23}\text{V}_5$, par mécanosynthèse et l'étude de quelques transformations de phases sous broyage, pour déterminer les conditions de broyage permettant de stabiliser préférentiellement une phase plutôt qu'une autre.

Pour cela, nous avons commencé par une étude bibliographique qui nous a permis de se familiariser avec des notions telles que Les nanomatériaux, la mécanosynthèse, les cristallites, le paramètre de maille...etc. Nous avons ensuite défini le concept de nos matériaux.

Nous avons choisi la mécanosynthèse comme méthode la mieux adaptée pour obtenir une structure homogène et nanométrique des matériaux.

Ainsi, nous avons réussi à synthétiser des matériaux de composition nominale massique $\text{Fe}_{72}\text{Al}_{23}\text{V}_5$, ayant une microstructure sous forme de particules micrométriques et de grains nanométriques d'alliage de fer, d'aluminium et de vanadium, Ces effets ont été dévoilés par des méthodes de caractérisation puissantes comme la microscopie électronique MEB et la diffraction de rayons X.

Les performances de microdureté et le comportement aux hyperfréquences ont été étudiées. L'étude de la morphologie nous a permis de montrer que des phénomènes de fragmentation couplés à des phénomènes d'agglomération apparaissent durant le broyage mécanique. Les particules se fissurent puis se cassent suivant la ligne de fissure pour former dans un premier temps des fragments grossiers puis des fragments de plus en plus petits. Le broyage prolongé jusqu'à 30h, conduit à la diminution du diamètre moyen des particules. La poudre semble plus homogène et plus fine. L'équilibre entre fracture et soudage a été atteint à 30h de broyage. A partir des résultats de la DRX, nous avons observé que le début de formation des solutions solides a été détecté à 5h de broyage. Les analyses microstructurales (analyses des tailles des cristallites et des déformations) réalisées en fonction du temps de broyage sur les différents échantillons ont révélé une diminution rapide de la taille des cristallites ainsi qu'une augmentation des microdéformations. Une origine possible à ces évolutions microstructurales

Conclusion générale et perspectives

serait la création de dislocations au sein des cristallites lors des chocs des billes de broyage contre la poudre.

D'autres modifications pourront être faites pour optimiser le matériau. Nous proposons par exemple la variation du taux des éléments dans l'alliage. Particulièrement l'augmentation de la quantité de V. Il serait aussi intéressé d'étudier l'effet de d'autres éléments tel que Bi, C et Si sur les propriétés structurales et physiques du composé Fe-Al. On pourrait également optimiser d'avantage les conditions de broyage en jouant sur la vitesse de rotation du plateau et le rapport billes/poudres.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] P. Hervé, J.Y. Muller and P. Thiberghien, La transfusion sanguine demain, John Libbey Eurotext : 2005,
- [2] S. Triaa, Corrélation entre les propriétés physico-chimiques et la microstructure dans les alliages Fe-Cr nanostructurés, Thèse de doctorat, Université des Science et de la Technologie Hoari Boumadiene, 2014,
- [3] Gilbert Pernot, calcul et construction d'un avion, <http://www.gilbertpernot.fr/materiaux.html>, consulté le : 09/04/2018
- [4] M. Jaafar, Elaboration et caractérisation des nanocomposites alumine-SiC, These Doctorat, INSA de Lyon, 2011,
- [5] K. Niihara, New design concept of structural ceramics, Journal of the Ceramic Society of Japan, 1991.
- [6] K. Ando, B.S. Kim, M.C. Chu, S. Saito and K. Takahashi, Crack-healing and mechanical behaviour of Al₂O₃/SiC composites at elevated temperature, Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 2004,
- [7] S. Bhattacharya and S. Chaudhari, Study on structural, mechanical and functional properties of polyester silica nanocomposite fabric, International Journal of Pure and Applied Sciences and Technology, 2014.
- [8] Dominique Ottelo, Technologie des métaux et alliages particulièrement en aéronautique, <http://aviatechno.net/>, consulté le : 12/04/2018
- [9] M. GHERIB, Elaboration et caractérisation des matériaux nanostructurées et leurs propriétés (physiques et mécaniques), Thèse doctorat, Université Badji Mokhtar de Annaba, 2013. 83p

References bibliographiques

- [10] A. Mechay, Elaboration des biomatériaux apatitiques nanostructurés en milieux polyols: caractérisations physico-chimiques et études mécaniques après compaction par spark plasma sintering, These doctorat, Université Paris-Nord-Paris XIII et L'universite de SFAX (Faculté Des Sciences), 2014.
- [11] Z. Hamlati, Etude de phases métastables dans les alliages Fe-Al et Fe-Al-X obtenus par broyage à haute énergie, Thèse doctorat, Université des Science et de la Technologie Houari Boumadiene, 2014.
- [12] F.Bentayeb, Etude structurale de l'alliage fe-31cr-12co obtenu par broyage haute energie, these de doctorat, université de Badji mokhtar, 2005
- [13] Paul Costa, Nanomateriaux Proprietes et Application , 2001.
- [14] D.E. Djoumessi Lekeufack. Synthèse et fonctionnalisation des nanoparticules d'or pour des applications en optique. Perspective en photocatalyse. PhD thesis, Université Claude Bernard Lyon 1, 2010.
- [15] Retsch broyeur planetaire PM400 ,fiche d'information du produit, 2013.
- [16] M. Abdellaoui and E. Gaffet. The physics of mechanical alloying in a planetary ball mill : Mathematical treatment. Acta Metallurgica et Materialia,1995
- [17] Site de la Société Française des Microscopies. URL www.sfm.fr.
- [18] R. Lardé. Influence des conditions de broyage sur les nanoparticules magnétiques (Fe, Co) dans une matrice de cuivre. PhD thesis, Université Paris 7, 2004.
- [19] Introduction à la pratique de la diffraction des rayons X par les poudres, 2012. Université Bordeaux 1.
- [20] Laslouni W., "Elaboration et Caractérisation d'un Alliage FeCuCo nanostructuré", mémoire de Magister, U.S.T.H.B, 2005.
- [21] F.Otmane, How Fe₆₀Co₄₀ and Fe₇₂Al₂₈ nano-alloys produced by mechanical alloying behave when exposed to microwaves, Materials Science Forum Vols. 2008.
- [22] C. Suryanarayana. Nanocrystalline materials. International Mater, 1995.

References bibliographiques

[23] K. Wolski, G. Caer, P. Delcroix, R. Fillet, F. Thevenot, and J. Le Coze. Influence of milling conditions on the FeAl intermetallic formation by mechanical alloying. *Material Science and Engineering*, 1996.

[24] Z. Hamlati, A. Guittoum, S. Bergheul, N. Souami, K. Taibi, , and M. Azzaz. X-ray diffraction, microstructure, and Mossbauer studies of Fe₇₂Al₂₈ alloy elaborated by mechanical milling. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 21 :19431–1948, 2012.

[25] Leila Belgacem, L'influence des éléments d'addition (Ti, B, Zr) sur les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion des alliages intermétalliques FeAl B2, Mémoire de magister, Université Saad Dahlab - Blida 1, 2011.

ANNEXES

Annexe A

Les différentes phases du Fer Aluminium Vanadium

Fe Al V 0.5% 5h :

- Phase 01 : Fe Al Hexagonal
- Phase 02 : Fe Al V cubique
- Débris : Al, Al V

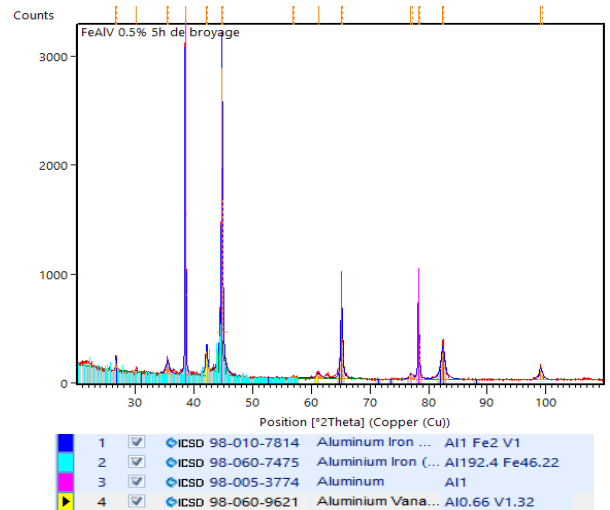


Figure 1 : diagramme de phases pour FeALV 0.5 5h

Fe Al V 0.5% 15h :

- Phase 01 : Al V cubique
- Phase 02 : Fe Al V cubique
- Débris : Al

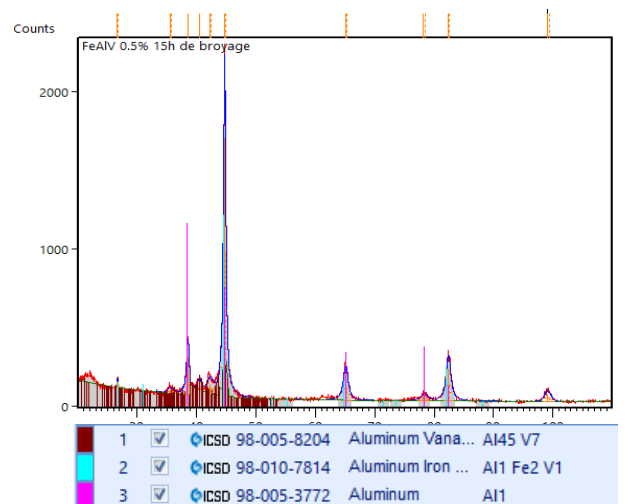


Figure 2 : diagramme de phases pour FeALV 0.5 15h

Fe Al V 0.5% 30h :

- Phase 01 : Al V monoclinique
- Phase 02 : Fe Al V cubique

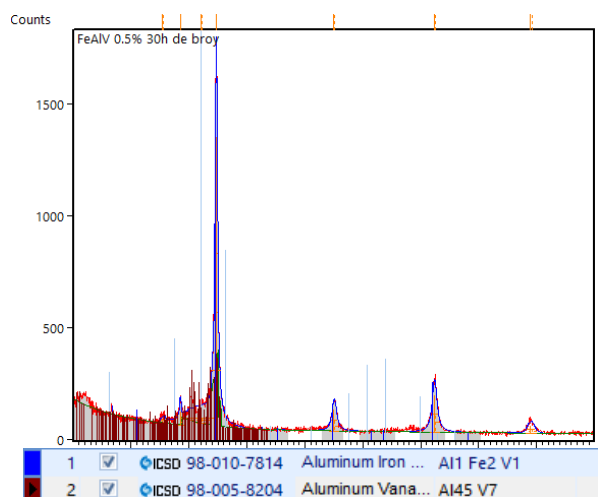


Figure 3 : diagramme de phases pour FeALV 0.5 30h

Annexe B

Exemple d'une fiche Highscore

Name and formula

Reference code: 98-010-7814
Compound name: Aluminum Iron Vanadium (1/2/1)
Common name: Aluminum Iron Vanadium (1/2/1)
Chemical formula: $\text{Al}_1\text{Fe}_2\text{V}_1$

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic
Space group: F m -3 m
Space group number: 225
a (Å): 5,7610
b (Å): 5,7610
c (Å): 5,7610
Alpha (°): 90,0000
Beta (°): 90,0000
Gamma (°): 90,0000
Calculated density (g/cm³): 6,60
Volume of cell (10⁶ pm³): 190,61
Z: 4,00
RIR: 9,90

Subfiles and quality

Subfiles: User Inorganic
User Metallic
Quality: User From Structure (=)

Comments

Creation Date: 01/10/2006
Modification Date: 30/12/1899
Original ICSD space group: FM3-M. Al/V distribution not determined
Annealed at 1103 K, cell of Al Fe: 5.76. At least one temperature factor missing in the paper.. No R value given in the paper.. X-ray diffraction (powder)
Structure type: BiF₃/Cu₂MnAl. Standard deviation missing in cell constants
Structure type: BiF₃/Cu₂MnAl
Recording date: 10/1/2006
ANX formula: NOP2
Z: 4

Annexes

Calculated density: 6.6
Pearson code: cF16
Wyckoff code: c b a
Publication title: Onset of ferromagnetism in 3d-substituted Fe-Al alloys. I: Ti, V and Cr substitution
ICSD collection code: 107814
Structure: BiF3/Cu2MnAl
Chemical Name: Aluminum Iron Vanadium (1/2/1)
Second Chemical Formula: Al Fe2 V

References

Structure: Faunce, C.A.;Booth, J.G.;Okpalugo, D.E., *Journal of Physics F*, **15**, 681 - 692, (1985)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	3,32265	26,810	4,4
2	0	0	2	2,87750	31,055	5,0
3	0	2	2	2,03470	44,492	100,0
4	1	1	3	1,73520	52,709	1,6
5	2	2	2	1,66133	55,248	1,1
6	0	0	4	1,43875	64,741	13,8
7	1	3	3	1,32029	71,385	0,5
8	0	2	4	1,28686	73,538	1,1
9	2	2	4	1,17473	81,949	25,0
10	1	1	5	1,10755	88,134	0,3

Structure

No.	Name	Elem.	X	Y	Z	Biso	sof	Wyck.
1	FE1	Fe	0,25000	0,25000	0,25000	0,5000	1,0000	8c
2	V1	V	0,50000	0,50000	0,50000	0,5000	1,0000	4b
3	AL1	Al	0,00000	0,00000	0,00000	0,5000	1,0000	4a

Stick Pattern

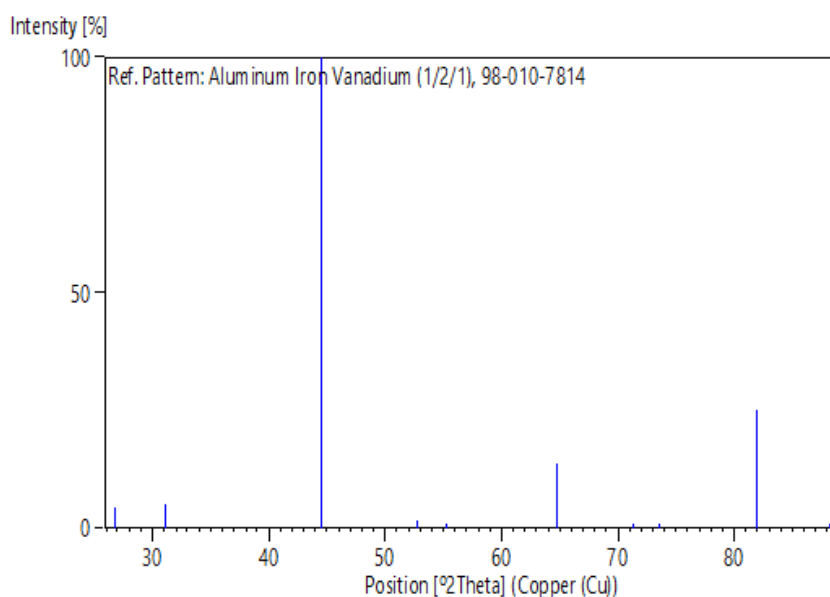


Figure 1 : liste des pics

Annexe C :

Quelques images des étapes suivies sur High score

No.	Pos. [°2Th.]	d-spacing	Height [c]	FWHM Left ...	FWHM F
1	26,65(1)	3,34265	41(8)	0,17(4)	
2	26,71(1)	3,34265	21(8)	0,17(4)	
3	35,58(5)	2,52132	22(2)	1,1(1)	
4	35,67(5)	2,52132	11(2)	1,1(1)	
5	38,516(6)	2,33552	247(7)	0,55(3)	
6	38,615(6)	2,33551	124(7)	0,55(3)	
7	40,44(3)	2,22890	37(11)	0,62(9)	
8	40,54(3)	2,22890	19(11)	0,62(9)	
9	42,28(3)	2,13578	62(14)	1,3(2)	
10	42,39(3)	2,13578	31(14)	1,3(2)	
11	44,691(2)	2,02610	1525(74)	0,45(2)	
12	44,808(2)	2,02610	762(74)	0,45(2)	
13	65,045(8)	1,43276	157(4)	0,89(4)	
14	65,227(8)	1,43276	79(4)	0,89(4)	

Figure 1 : la liste des pics

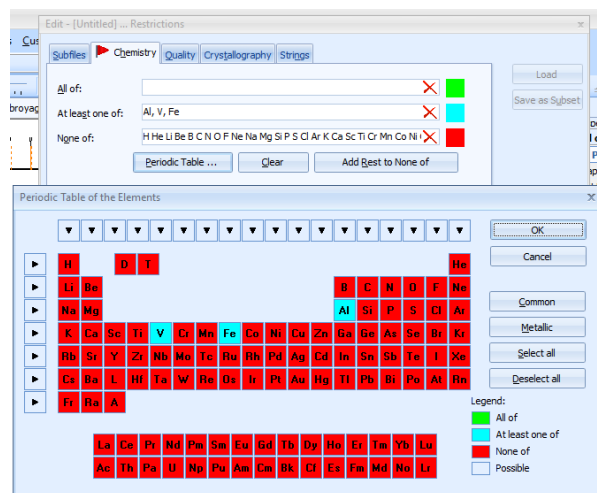


Figure 2 : identification des composants de l'alliage

Property	Value
Shape Funct...	Pseudo Voigt
Split Peak	<input type="checkbox"/>
Refine Position	<input checked="" type="checkbox"/>
Refine Height	<input checked="" type="checkbox"/>
Refine FWHM	<input checked="" type="checkbox"/>
Refine Shape	<input checked="" type="checkbox"/>
Position [°2T...	44,81668
Height [cts]	747,3276
FWHM Left [...]	0,35014
FWHM Right...	0
Shape Left	1
Shape Right	0
Integral Bre...	0,54999
Area [cts*°2...	411,02
d-spacing	2,02572
Sine^2 Theta	0,14532
Relative Int...	50
Background ...	249,9904
FWHM Asym...	0
FWHM Asym...	0
Shape Asym...	0
Shape Asym...	0
Significance	22,16741
Tip Width	0,42016

Figure 3 : Propriétés du pic

No.	Ref. Code	S	Compound Na	Chemical Formula
1	ICSD 98-060-6001	61	Aluminium	Al1
2	ICSD 98-004-4321	61	Aluminium	Al1
3	ICSD 98-060-6000	61	Aluminium	Al1
4	ICSD 98-004-3423	61	Aluminium	Al1
5	ICSD 98-005-3772	61	Aluminium	Al1
6	ICSD 98-004-4713	61	Aluminium	Al1
7	ICSD 98-060-6007	61	Aluminium	Al1
8	ICSD 98-005-3773	61	Aluminium	Al1

Figure 3 : La liste des éléments probables dans notre échantillon.