

Application des courants de Foucault à la caractérisation des poudres de fer nanostructuré élaborées par mécanosynthèse

F. Lemdani¹, H. Mechri¹, N. Fade¹, A. Haddad², M. Azzaz¹, K. Taïbi¹

Laboratoire des Sciences et Génie des Matériaux¹

Faculté Génie Mécanique et Génie des Procédés

USTHB, Bab Ezzouar, Alger, Algérie

Division des Procédés Electriques et Magnétiques²

Centre de Soudage et de Contrôle, Chéraga, Alger

e-Mail: lemdani.fdj@gmail.com

Abstract— le contrôle par courant de Foucault est l'une des méthodes magnétiques utilisées dans le contrôle non destructif. Cette méthode a été appliquée sur des compacts de poudres de fer nanostructuré qui sont élaborés par mécanosynthèse et ce en faisant varier le temps de broyage. Le but est de suivre l'évolution structurale des poudres broyées et d'établir une relation entre les propriétés électriques, magnétiques et la structure (taille des grains cristallins) des matériaux.

Mots clés: fer nanostructuré, broyage, DRX, impédance, microdureté.

I. INTRODUCTION

Le procédé de la mécanosynthèse permet d'envisager d'importants gains de productivité en raison de son faible coût de mise en œuvre d'une part, et d'autre part la facilité avec laquelle on peut élaborer de grandes quantités de matériaux. Cette technique permet à la fois de mettre en alliage des poudres élémentaires mais aussi d'obtenir une nanostructure ou matériaux nanostructurés. Ces nanomatériaux ont été largement étudiés au cours de cette dernière décennie en raison de leurs applications extrêmement variées, car ils intègrent plusieurs domaines allant du magnétisme à l'optique en passant par la chimie, la mécanique, etc.

On a pu synthétiser des poudres nanostructurées de fer pur par broyage mécanique. Ainsi, pour faire l'étude des propriétés structurales de nos échantillons, plusieurs techniques ont été utilisées à savoir : la microscopie électronique à balayage, la diffraction par rayons X. D'autres tests complémentaires ont été aussi effectués tel que la micro dureté Vickers et les courant de Foucault.

II. METHODES D'ELABORATION

A. broyages des poudres

L'élaboration de tous les échantillons s'est faite dans les mêmes conditions de broyage dans un broyeur planétaire PM400. Le rapport masse des billes sur masse de poudre était de 10 : 1 et la vitesse était de 200 tours par minute.

La poudre initiale du fer pur est une poudre 98% de pureté. Plusieurs échantillons ont été synthétisés après différentes durées de broyage (variant de 0 à 54 heures).

B. Compactage des poudres

La compaction à froid est une étape intermédiaire pour l'élaboration des matériaux massifs. L'échantillon est compacté par l'application d'une pression uniaxiale ou isostatique qui provoque d'abord un réarrangement des grains, puis des déformations élastiques et plastiques dans ces grains. La morphologie des grains, ainsi que la distribution granulaire jouent un rôle essentiel dans ce réarrangement. En effet, plus les grains sont sphériques avec une large distribution plus la possibilité de mobilité est grande, et donc un meilleur réarrangement. Une fois cette mobilité réduite, les grains commencent à se déformer sous l'effet des contraintes qui deviennent très importantes, la porosité inter-granulaire et intra-granulaire diminue ce qui densifie le matériau et lui donne un aspect massif [5].

III. TECHNIQUE DE CARACTERISATION

A. Evolution de la morphologie et la taille des particules de poudres broyées

L'observation par le MEB montre que l'évolution de la morphologie et la taille des particules est liée à une succession de phénomène de fracture, soudure, compression, forgeage et ressoudage des agglomérats. Il a été constaté dans d'autres études sur la mecanosynthese du fer pur qu'il était évident de partager le processus de broyage en trois stade, chose qu'on a confirmé par nos observations [6,7].

Au premier stade (avant 4h), les particules de poudres sont aplaties par des déformations plastiques, et tendent à se souder entre elles pour produire de larges particules et que dans le même stade on peut remarquer la fragmentation des particules, mais c'est la soudure qui prédomine (Figure 1.a). La structure des particules tend à la fin à retrouver une forme lamellaire. On suppose que la structure lamellaire est due à l'anisotropie du module élastique dans un monocristal de fer.

Durant le deuxième stade de broyage (au delà de 4h), on remarque la croissance équiaxiale de la forme (figure 1.b) et que les particules perdent l'orientation préférentielle du début de broyage qui est une structure lamellaire. Ce changement peut être expliqué par la modification des propriétés élastiques

Au stade final, on atteint l'équilibre entre les deux phénomènes de soudage et fracture d'où la poudre s'affine et atteint une taille d'équilibre

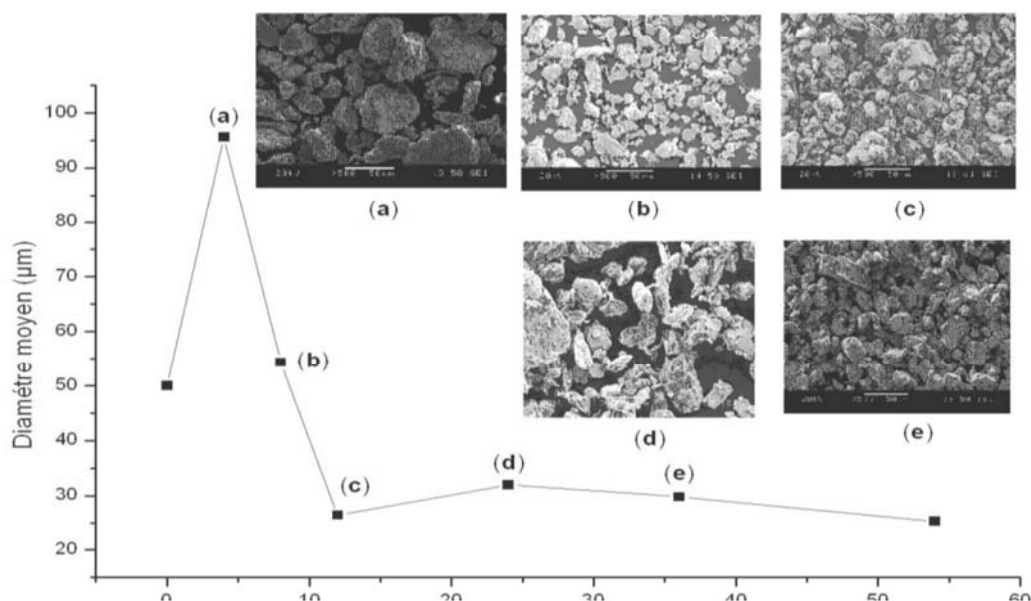


Figure 1 : Variation du diamètre moyen et morphologie des particules

B. Diffraction par rayon X

Les diffractogrammes ont été obtenus sur un diffractomètre Philips X'Pert avec une tension de 40 kV et une intensité de 30 mA fonctionnant en géométrie horizontale dans une configuration de 2 θ . Une longueur d'onde de $\lambda(\text{CuK}\alpha) = 1,54184\text{\AA}$ est utilisée pour obtenir les données dans la gamme de $35^\circ < 2\theta < 110^\circ$, avec un pas angulaire de 0,01. Les spectres des diffractions sont représentés sur la figure (2).

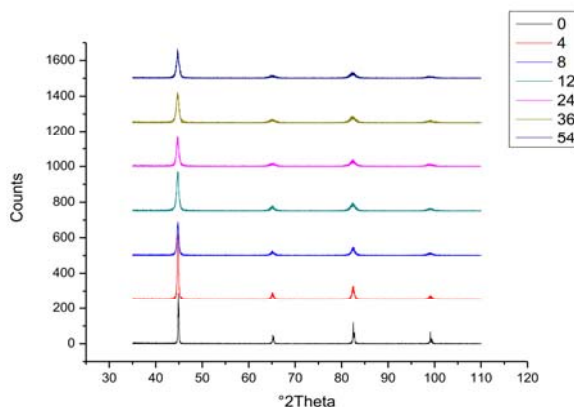


Figure 2 : Diffractogrammes des poudres pour différents temps de broyage

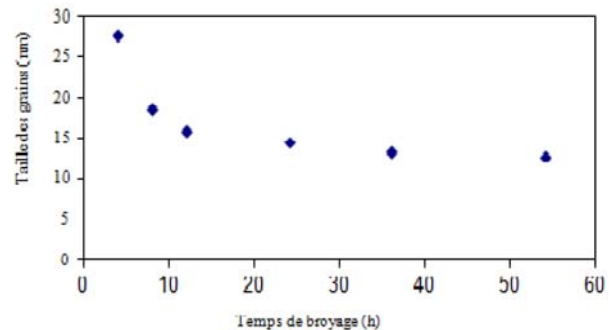


Figure 3: Taille des grains après broyage mécanique

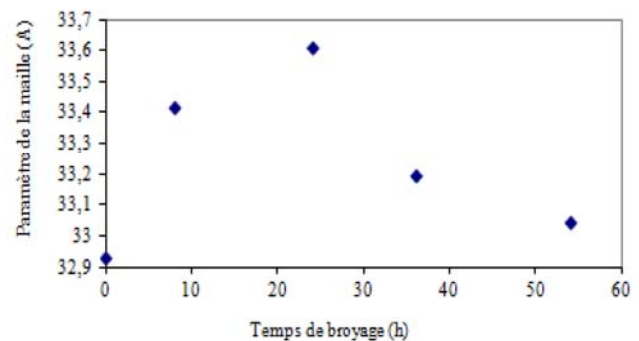


Figure 4: Paramètre de maille

Il existe différentes méthodes pour déterminer la taille des grains en tenant compte ou non des effets de contraintes [8]. Les méthodes les plus utilisées sont la méthode de Scherrer qui néglige les effets de contraintes 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 diffractant [9]. Cette méthode nous a permis d'estimer la taille des cristallites des poudres broyées.

• Taille des grains et paramètre de maille

Sur la figure 3 nous représentons l'évolution de la taille des grains en fonction du temps de broyage. On observe deux grandes parties sur ces deux courbes. Au début du broyage, la taille des grains décroît rapidement. A partir de 12h de broyage, on observe une faible évolution (plateau) des deux courbes. En général lors d'un broyage la taille des grains tend vers une taille limite. A 54h de broyage, la taille des grains est d'environ 13 nm.

Le paramètre de maille représenté sur la figure 4 augmente dès les premières heures de broyage pour atteindre une valeur maximale de 24 heures. Au delà de ce temps, le paramètre de maille diminue pour revenir à la valeur initiale.

C. Les mesures par courant de Foucault

Le contrôle par courants de Foucault est une méthode de contrôle non destructif qui utilise les phénomènes de propagation d'ondes électromagnétiques. Les courants de Foucault sont des courants induits dans un matériau conducteur en présence d'un champ magnétique variable. Ils dépendent des caractéristiques électriques, magnétiques et structurales du matériau (dimension, conductivité électrique, perméabilité magnétique) [10,11,12].

Pour les mesures des courants de Foucault, on a utilisé le montage présenté dans la figure (5) au niveau du laboratoire de C.S.C. Les échantillons (sous forme de pastilles) sont déposés sur la sonde et nous avons mesuré résistivité (r), inductance (L), et L 'impédance (Z).

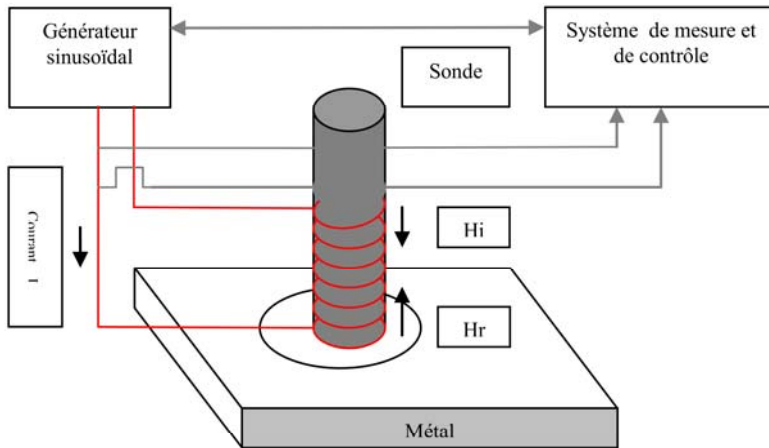


Figure 5 : Schéma du système de contrôle par courants de Foucault

Le résultat le plus significatif dans le cas des matériaux ferromagnétiques est la relation entre le paramètre électrique et magnétique contenu dans la mesure de l'impédance, la dureté et la taille des grains. Car la mesure de l'impédance est en liaison avec la perméabilité et la conductivité du matériau à travers la circulation des courants de Foucault et de l'induction électromagnétique induite [10]. Ces deux paramètres sont en relation directe avec la taille des grains et l'état structural du matériau.

Dans notre cas, la sonde nous permet d'avoir l'impédance Z , l'inductance L , la résistivité r et le déphasage ϕ .

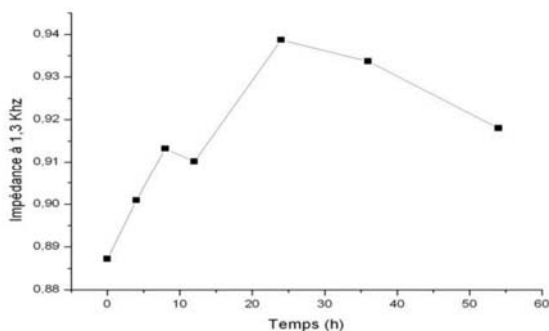
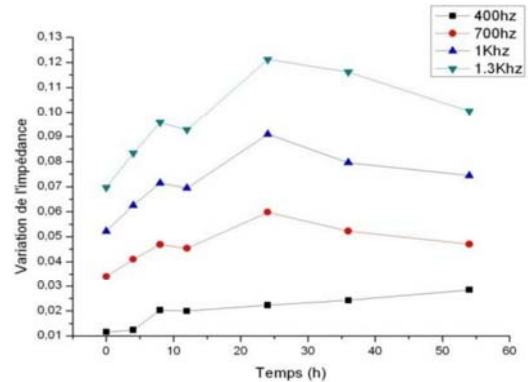


Figure 6: Variation de l'impédance en fonction du temps de broyage à 1,3 K

Figure 7 : Variation de ΔZ en fonction du temps de broyage, à 400Hz, à 700Hz, à 1KHz et à 1,3 KHz.

Les figures 6 et 7 représentent l'évolution de l'impédance (variation d'impédance ΔZ de nos échantillons) en fonction du temps de broyage. D'après cette figure, nous remarquons que ΔZ augmente jusqu'à une valeur maximale (24h de broyage). Cette augmentation peut être expliquée par la création de CF à la surface des pastilles, donc variation des propriétés du matériau (soit la conductivité ou la perméabilité). Après 24h de broyage, on constate une diminution de ΔZ qui peut être attribuée à la présence d'impuretés.

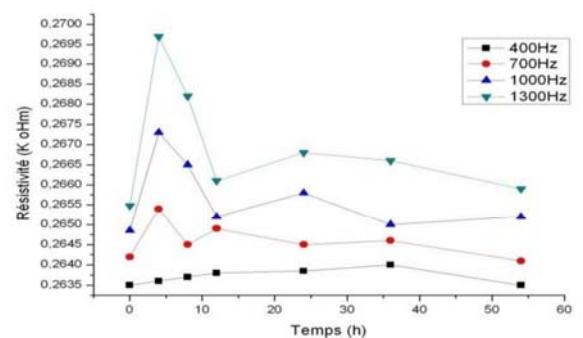


Figure 8 : Variation de la résistivité en fonction du temps de broyage, à 400Hz, à 700Hz, à 1KHz, et à 1,3 KHz.

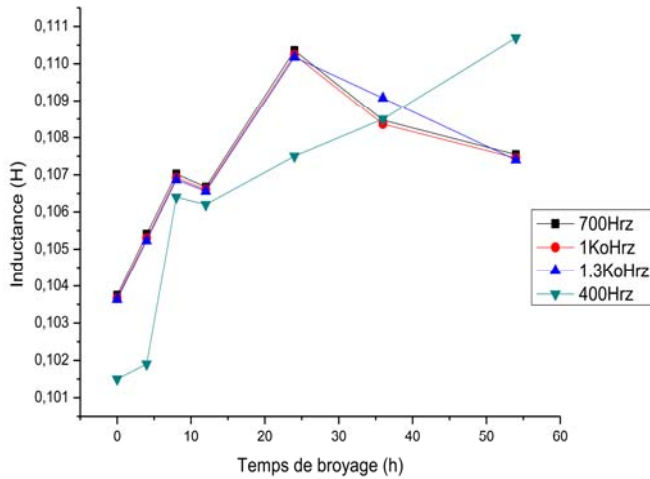


Figure 9 : Variation de l'inductance en fonction du temps de broyage, (a) à 500Hz, (b) à 700Hz, (c) à 1KHz, (d) à 5 KHz.

Sur les graphes, on remarque bien que l'augmentation de la fréquence provoquant l'apparition des courants de Foucault, se traduit par une augmentation de la partie réelle et une diminution de la partie imaginaire de l'impédance de la bobine. Au vu des résultats de CF, nous remarquons après 12h de broyage, un changement des allures des deux paramètres (r , L). Ce changement peut être attribué au changement des propriétés magnétiques et électriques de nos échantillons.

A la fin, nous voulons vérifier que l'impédance et la dureté ont une même évolution avec le temps de broyage après avoir réaliser le test de microdureté.

D. Les mesures par microdureté Vickers

Les propriétés mécaniques des matériaux nanophasés décrites dans la littérature sont, pour l'essentiel, des propriétés quasi-statiques étudiées couramment par des mesures de dureté, plus rarement par des essais de compression et, exceptionnellement, par des essais de traction.

Dans notre cas on a pu mesurer la dureté de nos pastilles de fer, plus exactement, la microdureté de Vickers. Nos mesures sont illustrées par la figure (10), dont on représente la microdureté en fonction des temps de broyage. Le but de ces mesures est d'établir la relation microdureté-taille des grains dans le fer nanocristallin élaboré par broyage mécanique[13].

On remarque que la microdureté augmente au fur et à mesure que le temps de broyage. Sous broyage, le taux de déformation plastique augmente énormément et une concentration des dislocations est engendrée au niveau des joints des grains, ce qui entraîne, d'une part, une augmentation considérable de la dureté du matériau avec le temps de broyage 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.

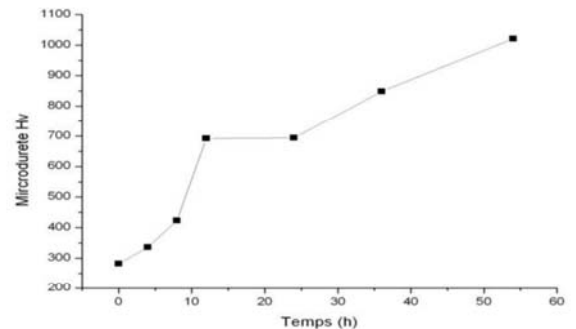


Figure 10 : Microdureté Vickers en fonction de temps de broyage.

IV. CONCLUSION

Dans le présent travail, nous avons mené une étude de l'effet du broyage planétaire à haute énergie mécanique effectué sous argon, sur les propriétés microstructurales des poudres de fer pur.

Les observations par le microscope électronique à balayage, l'analyse par granulométrie laser et la diffraction par rayons x nous ont permis une description structurales et microstructurales des poudres nanostructurées de fer. Il a été par conséquent évident de conclure:

- Un affinement de la poudre avec une diminution du diamètre moyen des particules de 40 μ m jusqu'à 25,35 μ m. Cela est dû à l'effet du durcissement par les déformations plastiques.
- Le processus de broyage peut être divisé en trois stades, le premier stade est celui de la déformation plastique (multiplications de nombre de dislocations) accompagné d'une diminution rapide de la taille des grains. Le deuxième stade dominait par la soudure entre particules pour produire des particules plus larges dont la taille des grains continue de diminuer lentement et tendent à l'équilibre. Le troisième stade ou l'équilibre entre fracture et soudure se réalise et la taille des grains se stabilise à 12,69 nm. La poursuite du broyage mécanique paraît peu efficace en ce qui concerne l'évolution de la taille du grain mais agit plutôt sur les joints de ces derniers.
- Un paramètre de maille spécifique du fer cubique centré varie au cours du broyage et illustre un élargissement de la maille autour de 12 heures de broyage avec un maximum d'élargissement à 24 heures. Cette expansion du réseau explique l'insertion ou la substitution des éléments en cas de mélange élémentaires et la formation des alliages par mécanosynthèse.
- La variation de l'impédance évolue de la même façon que le paramètre de maille donc elle dépend de l'ordre structurale du réseau cristallin.



- La microdureté semble augmenter avec la diminution de la taille des grains et évolue de la même façon que l'impédance.

V. REFERENCES

- [1] NANOMATERIAUX, O.F.T.A. Paris Octobre 2001J. Clerk Maxwell, A Treatise on Electricity and Magnetism, 3rd ed., vol. 2. Oxford: Clarendon, 1892, pp.68-73.
- [2] Eric Gaffet, Michel Froment-Vedrine Directrice de AFSEET, les nanomatériaux effet sur la santé de l'homme et l'environnement, juillet 2006.
- [3] C. Suryanarayana, Mechanical alloying and milling, Progress in Material Science 46(2001)1 148.
- [4] Gaffet et le Caer, 2004. Mechanical processing for nanomaterials. Encyclopedia of nanoscience and nanotechnology, American Scientific Publishers, 5 91,129.
- [5] Didier Bouvard, Métallurgie des poudres, Mécanique et Ingénierie des matériaux, édition Hermes Science, 2002.
- [6] D.R. Amador, J.M. Torralba, Morphological and microstructural characterization of low-alloying Fe powder obtained by mechanical attrition, Journal of Materials Processing Technology 143-144 (2003) 776-780.
- [7] D.M. Goodrich and M. Atzmon, Materials Science Forum vols. 225-227 (1996) pp (223-228) Switzerland
- [8] X-RAY LINE BROADENING FROM FILED ALUMINIUM AND WOLFRAM* G. K. WILLIAMSON and W. H. HALL ACTA METALLURGICA, VOL. 1, 1953
- [9] Laurent Gremillard, Diffraction des rayons X, Séminaire groupe ceramic, la pesse 09-2005
- [10] Zergoug Mourad, Thèse de doctorat, CARACTÉRISATION DES MATERIAUX PAR PROCÉDES MAGNETIQUES, année 2004.
- [11] Nondestructive Testing handbook, second Edition (volume 4 Electromagnetic testing), Eddy current, flux leakage and microwave nondestructive testing, American society for nondestructive testing.
- [12] Ahmed HADDAD, Mourad ZERGOUG, Amirouche HAMMOUDA
(Applying pulse eddy current in detection and carcterisation of defect) 4ème international conference on electromagnetic prodessing of materials EPM (october 2003).
- [13] Relation between mechanical microhardness and impédance variation in eddy curent testing, NDT & E International, Ed Elsevier, vol 37, 2004 PP 65-72.