



**UNIVERSITE DE BLIDA 1
FACULTE DE TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT DE MECANIQUE**

Projet de Fin d'Etudes
Pour l'obtention du Diplôme de Master II en
Génie des matériaux

**Elaboration et caractérisation microstructurale et
tribologique d'un composite AlCu par l'ajout de la phase
MAX Cr₂AlC par la méthode des sels fondus**

Réalisé par :

Zahaf Rafik

Bakalem Aymen

Encadré par :

Dr. Adel HADDAD

2022/2023

Remerciement:

Avant tout nous remercions Allah le tout puissant, qui nous a donné, la volonté, le courage et la patience et qui a guidé nos pas vers le droit chemin durant nos années d'études.

La réalisation de ce mémoire a été possible grâce au concours de plusieurs personnes à qui nous souhaiterons témoigner toute notre gratitude.

*Tout d'abord, nous adressons toute notre reconnaissance à notre promoteur, **M. Adel Haddad**, de m'avoir initié à la recherche et de m'avoir proposé ce sujet passionnant. Merci d'avoir suivi ce travail avec grande disponibilité, ainsi que pour votre patience, votre soutien et vos conseils.*

*Nous sommes très reconnaissants à **M. Abdessabour Benamor**, **Chiker Nabil** pour leurs conseils et participation et toutes personnes qui ont contribué de près ou de loin pour l'aboutissement de ce mémoire de fin d'études.*

Egalement, nous remercions les membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à notre recherche en acceptant d'examiner notre travail et de l'enrichir par leurs propositions.

Enfin nous tenons à témoigner toute notre gratitude et reconnaissance à nos familles et nos amis pour leur confiance et soutien infailible tout au long de ce processus.

RESUME

Pour optimiser les propriétés mécaniques d'un alliage aluminium-cuivre, un renforcement céramique de la phase MAX Cr_2AlC a été développé en utilisant la méthode de frittage en sel fondu.

Tout d'abord, nous avons utilisé différents pourcentages massiques de cuivre et d'aluminium, variant de 5% Cu–95% Al à 20% Cu–80% Al. Ensuite, nous avons soumis tous les échantillons à un test de dureté. Après avoir observé que la composition de 5% Cu–95% Al présentait la dureté la plus élevée, nous l'avons choisie comme matrice.

Ensuite, nous avons ajouté le renforcement en pourcentages variés, consistant en 1%, 2% et 5% du renforcement céramique Cr_2AlC à notre matrice. Enfin, nous avons effectué des tests tribologiques et des observations microstructurale à la fois sur les échantillons renforcés et sur l'échantillon de 5% Cu–95% Al.

Finalement, nous avons constaté que l'échantillon de 2% présentait les meilleurs résultats tribologiques, avec des images microstructurale montrant une bonne distribution de Cr_2AlC . Pendant ce temps, les échantillons de 1% et de 5% présentaient des résultats plus mauvais que l'échantillon de 5% Cu – 95% Al.

- Mot clés : Phase MAX, Cr_2AlC , Composite.

Summary

To optimize the mechanical properties of an aluminum-copper alloy, a ceramic reinforcement of the MAX phase Cr₂AlC was developed using the molten salt sintering method.

First, we used different mass percentages of copper and aluminum, varying from 5% Cu-95% Al to 20% Cu-80% Al. We then subjected all samples to a hardness test. After observing that the 5% Cu-95% Al composition exhibited the highest hardness, we selected it as our matrix.

We then added the reinforcement in varying percentages, consisting of 1%, 2%, and 5% of the ceramic reinforcement Cr₂AlC to our matrix. Finally, we conducted tribological tests and microstructural observations on both the reinforced samples and the 5% Cu-95% Al sample.

In the end, we observed that the 2% sample had the best tribological results, with microscopic images showing a good distribution of Cr₂AlC. Meanwhile, the 1% and 5% samples exhibited worse results than the 5%Cu-95%Al sample.

- Key words: MAX phase, Cr₂AlC, Composite.

ملخص

Cr₂AlC لتحسين الخصائص الميكانيكية لسبيكة الألومنيوم والنحاس، تم تطوير تقوية سيراميكية من المرحلة ماكس باستخدام طريقة السبك بالملح الذائب.

أولاً، استخدمنا نسب مئوية مختلفة من النحاس والألومنيوم، تتراوح بين 5% نحاس – 95% ألومنيوم و20% نحاس – 80% ألومنيوم. ثم أجرينا اختبارات صلادة على جميع العينات. بعد مراقبتنا أن تكوين 5% نحاس – 95% ألومنيوم كان يظهر أعلى صلادة، اخترناه كمصفوفتنا.

إلى مصفوفتنا. في Cr₂AlC، قمنا بإضافة التقوية بنسب مئوية متفاوتة، تتضمن 1%، 2%، و5% من التقوية السيراميكية النهائية، أجرينا اختبارات احتكامية وملاحظات مجهرية على العينات المقواة وعينة 5% نحاس – 95% ألومنيوم.

في الختام، لاحظنا أن العينة بنسبة 2% كانت تظهر أفضل النتائج احتكامية، مع صور مجهرية تظهر توزيعاً جيداً للمرحلة في الوقت نفسه، كانت العينات بنسبة 1% و5% تظهر نتائج أسوأ من عينة 5% نحاس – 95% ألومنيوم. Cr₂AlC.

- الكلمات المفتاحية : المرحلة ماكس ، Cr₂AlC , المواد المركبة .

Sommaire

Remerciement:	I
RESUME	II
LISTE DES FIGURE :	VIII
LISTE DES TABLEAU :	XI
INTRODUCTION GENERAL :	1
Chapitre 1 : Généralité	3
1.1 Aluminium :	4
1.1.1 Introduction :	4
1.1.2 Historique :	5
1.1.3 Propriétés d'aluminium :	5
1.1.3.1 Propriétés physiques :	6
1.1.3.2 Propriétés mécaniques :	6
1.1.4 Les alliages d'aluminium :	7
1.1.5 Désignation des alliages d'aluminium :	8
1.2 Cuivre :	9
1.2.1 Introduction :	9
1.2.2 Histoire :	10
1.2.3 Propriétés De cuivre :	11
1.2.3.1 Propriétés physiques de cuivre :	11
1.2.3.2 Propriétés mécaniques de cuivre :	12
1.2.4 Cuivres alliés :	12
1.2.5 Principaux alliages de cuivre :	12
1.3 Frittage :	14
1.3.1 Introduction:	14
1.3.2 Histoire de frittage :	15
1.3.3 Les stades de frittage:	15
1.3.3.1 1 ^{er} Stade :	16
1.3.3.2 2 ^{eme} Stade :	16
1.3.3.3 3 ^{eme} Stade :	16
1.3.4 Nature de Frittage :	17
1.3.4.1 Le frittage en phase solide :	17
1.3.4.2 Le frittage en phase liquide :	18

1.3.4.3	Frittage visqueux :	19
1.3.5	Les procédés de frittage :	19
2	Chapitre 2 : Les phases MAX	22
2.1	Introduction :	23
2.2	Histoire des phases MAX :	23
2.3	Structure des phases MAX :	24
2.4	Elaboration des phases MAX :	25
2.4.1	Les techniques de dépôt physique en phase vapeur :	25
2.4.2	Réaction état liquide/solide :	26
2.4.3	Procédés en fusion :	26
2.5	Les propriétés des phases MAX :	27
2.5.1	Les propriétés physiques :	27
2.5.2	Les propriétés chimiques :	29
	Résistance à l'oxydation:	29
	Résistance à la corrosion:	29
2.5.3	Les propriétés mécaniques:	30
2.5.3.1	Propriétés élastiques :	30
2.5.3.2	Propriétés tribologiques :	31
2.6	Application Potentielle des phases MAX :	32
2.6.1	Contacts électriques:	32
2.6.2	Les échangeurs de chaleur:	33
2.6.3	Énergie solaire concentrée:	33
2.6.4	Nucléaire :	34
2.6.5	Catalyse :	34
3	CHAPITRE 03 : Partie expérimentale.....	35
3.1	Introduction :	36
3.2	Préparation les pièces Al-Cu :	36
3.2.1	Pesée :	36
3.2.2	Homogénéisation :	39
3.2.3	Compactage :	39
3.2.4	Dégazage :	41
3.2.5	Frittage :	41
3.2.6	Polissage :	43
3.3	Phase MAX Cr ₂ AlC :	45

3.3.1	Poudre et pesée :.....	45
3.3.2	Homogénéisation :.....	46
3.3.3	Compactage de la poudre :.....	46
3.3.4	Encapsulation et cuisson :.....	46
3.3.5	Récupération des poudres :.....	48
3.4	Elaboration de notre composite Al-Cu/Cr ₂ AlC :.....	50
3.5	Les tests :.....	51
3.5.1	Le microscope optique :	51
3.5.2	Test tribologique (linéaire) :	52
3.5.3	Profilomètre :	54
4	Chapitre 04 : Résultat et interprétation.....	55
4.1	Introduction :.....	56
4.2	Etude micrographique de la microstructure :.....	56
4.3	Les résultats tribologiques :.....	58
4.4	Résultat profilomètre :	60
4.5	Calcul de taux d'usure :	60
4.6	L'expertise des traces d'usure :	62
	Conclusion général :.....	64
	Référence :.....	65

LISTE DES FIGURE :

Figure 1. 1 Les étapes qui s'impliquent qui mène au frittage.....	14
Figure 1. 2 La schématisation de l'évolution de la forme du pore pendant le frittage dans les trois étapes	17
Figure 1. 3 La schématisation de l'évolution du grossissement des particules dans le frittage en phase solide	17
Figure 1. 4 Schématisation des étapes classiques durant le frittage en phase liquide du mélange de poudres	18
Figure 1. 5 (a) Microstructure d'un matériau fritté en phase solide.	18
Figure 1. 6 Représentation schématique du processus de frittage par pressage isostatique à chaud	20
Figure 1. 7 Représentation schématique du processus de frittage par plasma Spark	20
Figure 2. 1 Les phases MAX contiennent des éléments de la table périodique	23
Figure 2. 2 Cellules unitaires des phases MAX : (a) phase 211, (b) phase 312 et (c) phase 413	25
Figure 2. 3 Comparaison du coefficient de dilatation thermique (CDT) des phases MAX avec certains céramiques et métaux peut être effectuée.....	28
Figure 2. 4 Comparaison des modules de compressibilité expérimentaux et théoriques et des modules d'élasticité de Young E de certaines phases MAX sélectionnées	30
Figure 3.1 poudre d'Aluminium pur.....	37
Figure 3. 2 poudre de cuivre pur	37
Figure 3. 3 Balance de type (ADAM).....	38
Figure 3. 4 Pesée d'aluminium	38
Figure 3. 5 Pesée de cuivre.....	38
Figure 3. 6 Roulment de marque (FAG).....	39
Figure 3. 7 Mélange Al-Cu	39
Figure 3. 8 dispositif de compactage.....	39

Figure 3. 9 Presse hydraulique de type (Specac)	40
Figure 3. 10 Echantillons d'Al-Cu	40
Figure 3. 11 Machine de dégazage	41
Figure 3. 12 Four (Nabertherm B180).....	42
Figure 3. 13 Place le creuset dans le four	42
Figure 3. 14 Polissage à la main	43
Figure 3. 15 Pâte diamantée	44
Figure 3. 16 Avant polissage.....	44
Figure 3. 17 Après polissage	44
Figure 3. 18 les poudres : A- Chromium (Cr) B- Aluminium (Al) C- Carbone (C).....	45
Figure 3. 19 Compactage de Cr ₂ AlC.....	46
Figure 3. 20 Dispositif d'Encapsulation	47
Figure 3. 21 Bromure de Potassium KBr	47
Figure 3. 22 échantillon encapsulé	47
Figure 3. 23 Creuset en Alumine.....	47
Figure 3. 24 Four de type (Nabetherm B180)	47
Figure 3. 25 Sel protecteur fondu	48
Figure 3. 26 Agitateur magnétique	48
Figure 3. 27 Filtration de Cr ₂ AlC.....	49
Figure 3. 28 Etuve (MEMMERTI)	49
Figure 3. 29 Poudre de Cr ₂ AlC.....	50
Figure 3. 30 Microscope optique de type Nikon Eclipse LV150N.....	52
Figure 3. 31 Tribomètre de type CSM, Suisse, Anton Paar TRB3.	53
Figure 3. 32 Le Profilomètre en service.....	54
 Figure 4. 1 Lamicrographie de A) Al5%Cu, B) Al5%Cu/1%Cr ₂ AlC, C) Al5%Cu/2%Cr ₂ AlC, D) Al5%Cu/Cr ₂ AlC. Grossissement X100	57
Figure 4. 2Lamicrographie de A) Al5%Cu, B) Al5%Cu/1%Cr ₂ AlC, C) Al5%Cu/2%Cr ₂ AlC. Grossissement X 200	57
Figure 4. 3 La micrographie de A) Al5%Cu, B) Al5%Cu/1%Cr ₂ AlC,C)Al5%Cu/2%Cr ₂ AlC. Grossissement X 500	58
Figure 4. 4 La variation du coefficient de frottement par rapport à la distance parcourus du Al5%Cu, Al5%Cu/1%Cr ₂ AlC, Al5%Cu/2%Cr ₂ AlC, Al5%Cu/Cr ₂ AlC.....	59

Figure 4. 5 trace d'usure des surfaces usées de : Al 5% Cu et les composites	60
Figure 4. 6 La différence de taux d'usure des échantillons.	61
Figure 4. 7Micrographie de la trace d'usure du l'alliage Al 5%Cu.	62
Figure 4. 8 Micrographie de la trace d'usure du composite 1%Cr₂AlC.	62
Figure 4. 9Micrographie de la trace d'usure du composite 2%Cr₂AlC.	62
Figure 4. 10Micrographie de la trace d'usure du composite 5%Cr₂AlC.	63

LISTE DES TABLEAU :

Tableau 1. 1 Propriétés physiques et chimiques d'aluminium.....	6
Tableau 1. 2 Propriétés mécaniques d'aluminium	7
Tableau 1. 3 Les Propriétés physiques de cuivre.....	11
Tableau 1. 4 Les propriétés mécaniques de cuivre.....	12
Tableau 2. 1 Les modules de cisaillement G, les modules d'élasticité de Young E, le coefficient de Poisson ν et les modules de compressibilité bulk B ont été mesurés directement dans une cellule en enclume pour certaines phases MAX sélectionnées.	31
Tableau 3. 1 Pourcentage et grammage d'Al-Cu	37
Tableau 3. 2 Frittage d'Al-Cu	42
Tableau 3. 3 Caractéristiques et poids des différentes poudres	45
Tableau 3. 4 Pourcentage des de mélange d'Al-Cu avec Cr_2AlC	50
Tableau 4. 1 Les taux d'usure	61

INTRODUCTION GENERAL :

Les composites à matrice métallique sont des matériaux avancés qui offrent une combinaison unique de propriétés mécaniques et thermiques. Ils sont largement utilisés dans diverses applications industrielles, notamment dans l'aérospatiale, l'automobile et les secteurs de l'énergie.

Les alliages Al-Cu sont des alliages métalliques légers composés d'aluminium et de cuivre. Ils possèdent une combinaison favorable de propriétés, notamment la résistance, la résistance à la corrosion et la conductivité thermique. Ces alliages sont largement utilisés dans des industries telles que l'aérospatiale, l'automobile et l'ingénierie électrique en raison de leur rapport résistance-poids élevé et de leurs excellentes caractéristiques thermiques.

Les phases max sont un ensemble de composés ternaires stratifiés qui suivent la formule générale $M_{n+1}AX_n$, où n peut prendre les valeurs 1, 2 ou 3. Dans cette formule, M représente un métal de transition précoce, A représente un élément du groupe A et X représente du carbone (C) et/ou de l'azote (N).

Ils possèdent une combinaison unique de propriétés métalliques et céramiques, exhibant une conductivité similaire à celle des métaux. Ces matériaux sont également relativement souples, résistants aux dommages et capables de se déformer de manière plastique à haute température.

Dans cette mémoire on va utiliser la phase MAX Cr_2AlC comme un renfort, élaboré avec la méthode des selles fondues.

Il y a quatre chapitres forment le document :

- Le premier chapitre : Généralité

Dans ce chapitre, nous discuterons des informations générales sur l'aluminium, le cuivre et le processus de frittage, y compris leur histoire, leurs propriétés et plus encore.

- Le deuxième chapitre : Les phases MAX

On parle de l'historique des phases MAX, leurs structures, microstructures et quelques propriétés.

- Le troisième chapitre : Partie expérimentale

Nous commençons par essayer différents pourcentages de cuivre dans l'alliage pour finalement élaborer le composite (Al-Cu/Cr₂AlC).

- Le quatrième chapitre : Résultat et interprétation

Dans ce chapitre Les résultats obtenus et leur interprétation seront présentés.

Ce de travail de fin d'études est clôturé par une conclusion générale et des perspectives.

Chapitre 1 : Généralité

1.1 Aluminium :

1.1.1 Introduction :

L'aluminium représente environ 8,2 % de la croûte terrestre, ce qui en fait l'un des métaux les plus abondants. Toutefois, il ne se trouve jamais à l'état pur dans la nature. L'aluminium peut être trouvé sous forme d'alum (sulfate de potassium et d'aluminium), de feldspaths (silicates de sodium et d'aluminium), de micas et d'argiles (silicates d'aluminium) lorsqu'il est fondu avec d'autres éléments, ainsi que dans la bauxite, le minerai courant à partir duquel l'aluminium est extrait. [1]

L'aluminium est fabriqué à partir d'alumine, qui est extraite du minerai de bauxite. Le processus utilisé pour extraire l'alumine de la bauxite est connu sous le nom de procédé Bayer. Après broyage, la bauxite est chauffée et pressurisée avec une solution d'hydroxyde de sodium, ce qui permet d'obtenir une solution d'aluminate de sodium avec des particules insolubles en suspension. Cette solution est ensuite décantée, permettant aux oxydes de fer et de silicium de former une boue rouge, chimiquement inerte, qui est éliminée dans un site de décharge approprié. Ensuite, la solution restante est envoyée dans des décomposeurs pour précipiter l'alumine. Le précipité est ensuite collecté par filtration et soumis à un processus appelé calcination.

Le procédé actuel utilisé dans le monde entier pour produire de l'aluminium a été développé par Héroult et Hall en 1886. Le processus implique l'électrolyse de l'alumine qui est dissoute dans de la cryolite fondue à une température d'environ 1 000 °C, dans une cellule qui a une doublure de cathode en carbone. En conséquence de l'électrolyse, l'aluminium est formé et déposé au fond de la cellule, tandis que l'oxygène de l'alumine réagit avec le carbone de l'anode, produisant du monoxyde de carbone et du dioxyde de carbone gazeux. [2]

1.1.2 Historique :

En 1821, Pierre Berthier découvrit le minerai de bauxite et se rendit compte qu'il contenait de l'alumine. Bien que de nombreuses tentatives aient été faites pour extraire l'aluminium, le processus était complexe et nécessitait beaucoup d'énergie. Cependant, en 1827, Friedrich Wöhler reproduisit les expériences du chimiste danois Hans Christian Ørsted et découvrit que la réaction d'Ørsted produisait du potassium pur. Wöhler réalisa sa propre expérience, réussissant finalement à réduire le chlorure d'aluminium anhydre en aluminium métallique en le faisant réagir avec du potassium métallique à l'état de vapeur. Cela a conduit à la première isolation de l'aluminium métallique, pour laquelle Wöhler est crédité.

Après la révolution industrielle, le professeur de chimie français Henri Étienne Sainte-Claire Deville, basé sur les travaux de Davy, Ørsted et Wöhler, a commencé ses études sur l'aluminium dans le but de développer un processus industriel pour le réduire à partir de son état naturel.

En trois ans, en 1854, Deville a développé une technique pour obtenir de l'aluminium métallique par électrolyse du double sel $\text{AlCl}_3 \cdot \text{NaCl}$ à l'aide d'une anode en carbone et d'une cathode en platine [1]. Il est ainsi devenu le premier à fabriquer des barres d'aluminium avec l'Académie des sciences de Paris.[1] [2] Puis en 1886, Charles Martin Hall a découvert aux États-Unis une méthode pour électrolyser le métal d'aluminium en faisant passer un courant continu à travers de l'oxyde d'aluminium dissous dans la cryolithe (Na_3AlF_6), tandis qu'en même temps, Paul Héroult a développé indépendamment la même technique en France.[1]

1.1.3 Propriétés d'aluminium :

L'aluminium est extrêmement important dans la fabrication des automobiles, des emballages et des avions en raison de ses propriétés uniques, qui sont représentées par sa légèreté, sa résistance élevée et sa résistance à la corrosion. [3]

1.1.3.1 Propriétés physiques :

Tableau 1. 1 Propriétés physiques et chimiques d'aluminium. [2] [3]

Propriété	Valeur	Pureté(%)	Remarque
Numéro atomique	13	-	-
Masse atomique	26, 98	-	-
La température de fusion (°C)	660	99,996	-
La masse volumique (kg/m3)	2 699	99,95	-
Température d'ébullition (°C)	2 500	-	-
Chaleur de vaporisation (kj/kg)	10 780	-	-
Conductivité thermique (W/ (m. K))	237	-	Température ambiante
Résistivité électrique ($\Omega.m$)	2,6548.10 ⁻⁸	99,996	Température ambiante
Densité (g /cm³)	2.71	99.8	20°C

L'aluminium est connu pour sa résistance à la corrosion dans de nombreux environnements courants, tels que les atmosphères ambiantes. C'est pourquoi il est souvent utilisé pour les alliages de revêtement. La formation d'un film d'oxyde à sa surface est responsable des propriétés résistantes à la corrosion de l'aluminium. En raison de la présence de ce film d'oxyde, l'aluminium présente une bonne résistance à divers produits chimiques, tels que l'acétone, l'alun, l'acide carbonique, le soufre, l'eau et la glycérine. [3]

1.1.3.2 Propriétés mécaniques :

Les propriétés mécaniques de l'aluminium dépendent généralement de sa pureté et de la température de service. Voici un tableau qui présente ces propriétés en fonction de la pureté de l'aluminium dans la température ambiante.

Tableau 1. 2 Propriétés mécaniques d'aluminium. [2]

Propriété	Aluminium pur	Aluminium commercial
Elasticité (GPa)	66.6	69
Torsion(GPa)	25	26
Module de poisson	0.33-0.35	

1.1.4 Les alliages d'aluminium :

L'aluminium, de par sa faible résistance, n'est pas adapté aux applications nécessitant une résistance à la déformation et à la rupture. C'est pourquoi d'autres éléments sont ajoutés à l'aluminium. On peut constater que ces alliages impliquent généralement une ou plusieurs additions principales et des additions secondaires, qui sont incorporées principalement dans le but d'améliorer la résistance de l'aluminium. [2] [3]

- **Additions principales :** les principales additions jouent un rôle déterminant dans les différentes propriétés métallurgiques et technologiques. De plus, elles déterminent l'appartenance aux différents groupes d'alliages définis précédemment. En réalité, ces additions sont peu nombreuses : elles incluent le cuivre, le silicium, le magnésium, le manganèse, ainsi que les combinaisons de magnésium + silicium, de zinc + magnésium et de zinc + magnésium + cuivre.
- **Additions secondaires :** ces métaux sont ajoutés à certains alliages, généralement en quantités inférieures à 1 %, afin de conférer des propriétés spécifiques sans altérer le groupe d'appartenance. Parmi les principaux métaux utilisés, figure le fer, le chrome, le zirconium, le nickel, le strontium, le cobalt, le plomb, le bismuth, le cadmium, le titane, l'antimoine, l'étain, le béryllium et le bore.

1.1.5 Désignation des alliages d'aluminium :

Les deux principales catégories d'alliages d'aluminium sont distinguées comme suit :

- Les alliages de moulage sont fabriqués directement par le processus de fonderie.
- Les alliages corroyés sont des produits obtenus par des procédés de déformation plastique à chaud ou à froid, tels que le filage ou le laminage. [2]

1.2 Cuivre :

1.2.1 Introduction :

Le cuivre, l'or et les alliages météoriques rares font partie des rares métaux qui se trouvent naturellement à l'état métallique. Une fois extrait du minerai, le cuivre subit un processus de raffinage qui implique deux méthodes principales : le raffinage thermique et le raffinage électrolytique. [2] [6]

Affinage thermique : dans le processus de raffinage du cuivre, on exploite le fait que l'oxygène a une plus grande affinité pour les impuretés que pour le cuivre. Cela est réalisé à travers un processus de fusion oxydante dans un four réverbère, où la plupart des impuretés oxydées sont éliminées soit par volatilisation (comme le zinc, l'arsenic et l'antimoine), soit par scorification (notamment le béryllium, le fer, le nickel, le cobalt, l'étain et le plomb). Une partie du cuivre s'oxyde en Cu_2O , qui est ensuite réduit par "poling" en introduisant des troncs d'arbres verts dans le bain. Cependant, cette méthode n'est pas largement utilisée de nos jours, car le cuivre obtenu contient des porosités et des impuretés telles que le silicium, le sélénium, le tellure, l'arsenic, le plomb, le nickel et le cobalt. Ces impuretés rendent la transformation délicate et réduisent la conductivité électrique.

Affinage électrolytique : pendant le processus de raffinage électrolytique du cuivre, le "blister" obtenu à partir de minerais sulfuriques, contenant 98% à 99,5% de cuivre, est dissous électrochimiquement. Ce blister est moulé en anodes et ensuite dissous par le processus d'électrolyse. En conséquence, le cuivre raffiné est déposé sur les cathodes tandis que la plupart des impuretés, telles que le zinc, le fer, le nickel, le cobalt, l'étain et le plomb, restent dans le bain. Les impuretés insolubles telles que l'argent, l'or et le platine se rassemblent dans la boue. De plus, certaines impuretés telles que l'arsenic, l'antimoine et le bismuth se déposent avec le cuivre sur les cathodes et doivent être éliminées ultérieurement. Bien que les cathodes obtenues soient utilisables directement dans les charges de fonderie, elles ne conviennent pas aux procédés de laminage ou de tréfilage en raison de la présence de porosités.

Indépendamment du procédé de raffinage, les lingots obtenus par raffinage thermique et les cathodes obtenues par raffinage électrolytique sont refondus pour obtenir des ébauches directement utilisables dans la transformation du cuivre. L'opération de refusions, sans précautions particulières, entraîne la dissolution de faibles quantités d'oxygène dans le métal liquide, ce qui peut être souhaitable ou non selon l'application. Dans certains cas, il est nécessaire d'obtenir du cuivre sans oxygène, ce qui peut être réalisé soit par l'ajout d'un agent désoxydant lors de la refusion, soit par une protection efficace contre l'oxygène lorsque le métal est à l'état liquide.

Ainsi, trois qualités de cuivre sont distinguées en fonction de la présence ou de l'absence d'oxygène et de la méthode de son élimination : cuivre contenant de l'oxygène, cuivre désoxydé avec désoxydant résiduel et cuivre exempt d'oxygène ou désoxydé sans désoxydant résiduel. [2]

1.2.2 Histoire :

Selon les découvertes archéologiques, le cuivre, l'argent et l'or auraient été utilisés, il y a environ 7000 ans au Moyen-Orient et en Amérique en raison de leur malléabilité. L'utilisation géographique du cuivre était influencée par sa présence naturelle dans des régions telles que Chypre, le nord de l'Iran et la péninsule supérieure du Michigan, où il se trouvait sous forme de pépites pures. Cet état natif permettait une collecte et une mise en forme faciles, permettant ainsi de les façonner en ornements ou en outils rudimentaires tels que des couteaux ou des haches. Par la suite, la découverte du processus de fusion a permis de transformer le minerai de cuivre en métal en exposant les minéraux contenant du cuivre au feu, ce qui entraînait la formation de scories en tant que sous-produit. Cette avancée majeure a ensuite ouvert la voie à l'émergence du bronze, qui est considéré comme ayant son origine dans des opérations de fusion impliquant des minerais contenant à la fois du cuivre et de l'étain.

L'impact de la révolution industrielle sur le cuivre ne s'est pas produit immédiatement, mais a plutôt eu lieu vers 1850, coïncidant avec l'avènement de l'électricité. Cette période a été marquée par des étapes importantes qui ont marqué cette transition. Par exemple, en 1866, une avancée majeure a été réalisée avec la pose réussie d'un câble télégraphique en cuivre à travers l'Atlantique, révolutionnant la communication mondiale. Un autre jalon a été franchi en 1876 lorsqu'Alexander Graham Bell a révolutionné les télécommunications en transmettant la parole à travers un fil de téléphone en cuivre. Deux ans plus tard, en 1878, Thomas Alva Edison a introduit la lampe électrique à

incandescence, qui dépendait de fils de cuivre pour acheminer l'électricité, transformant ainsi le domaine de l'éclairage. Ces événements notables ont souligné le rôle essentiel du cuivre en tant que conducteur pour la transmission des signaux électriques et de l'énergie.

Au cours du 20^e siècle, près de la moitié de l'utilisation totale du cuivre était encore consacrée aux applications liées à l'électricité. Néanmoins, les propriétés remarquables du cuivre, telles que sa conductivité thermique élevée, sa résistance à la corrosion et sa flexibilité, en ont également fait un choix attrayant pour les applications de plomberie et de chauffage. [4]

1.2.3 Propriétés de cuivre :

1.2.3.1 Propriétés physiques de cuivre :

Le cuivre, qui occupe la vingt-neuvième position dans le tableau périodique des éléments, est un métal qui présente une teinte rouge distinctive et une structure cristalline cubique à faces centrées. [2] Voici un tableau présentant les propriétés physiques et chimiques du cuivre :

Tableau 1. 3 Les Propriétés physiques de cuivre. [2] [5]

Propriétés	Cu	Remarque
Masse atomique (g)	63,547	-
Densité (g.cm ⁻³)	8.95	-
Point de fusion (°C)	1083	-
Capacité thermique massique (J/ (kg. K))	385	20 °C
Enthalpie de fusion (J/kg)	205 000	-
Conductivité thermique (W. M ⁻¹ . K ⁻¹)	391	-

1.2.3.2 Propriétés mécaniques de cuivre :

Les constantes d'élasticité relatives au cuivre sont à 20 °C :

Tableau 1. 4 Les propriétés mécaniques de cuivre. [2]

Propriétés	Cu (recuit)
Module de Young (Mpa)	120 000
Module de torsion G (Mpa)	45 000
Limite de fatigue pour 10^8 cycles	60 à 75
Coefficient de Poisson	0.33

1.2.4 Cuivres alliés :

Ces alliages de cuivre sont composés d'éléments d'addition dont la proportion est généralement inférieure à 1% et peut atteindre jusqu'à 2 voire 2,5%. Ces alliages revêtent une grande importance, car de petites quantités de certains éléments ajoutés au cuivre permettent d'améliorer considérablement les caractéristiques mécaniques ou d'usinage du métal, sans altérer les propriétés fondamentales de conductivité électrique ou thermique. [2]

1.2.5 Principaux alliages de cuivre :

- **Laitons** : ce sont des mélanges de cuivre et de zinc qui comprennent de 5% à 45% de zinc en poids, ainsi que potentiellement d'autres éléments ajoutés en petites quantités pour améliorer certaines caractéristiques.
- **Bronzes** : il fait référence aux mélanges de cuivre et d'étain, ainsi qu'aux mélanges ternaires de cuivre, d'étain et de zinc.
- **Cupro-aluminiums** : il s'agit des mélanges de cuivre et d'aluminium qui contiennent de 4% à 14% d'aluminium, et souvent des ajouts de fer, de nickel ou de manganèse pour améliorer leurs caractéristiques.

- **Cupro-nickels** : Le cuivre peut dissoudre le nickel dans toutes les proportions. Dans la pratique, les alliages de cuivre et de nickel contiennent généralement de 5% à 44% de nickel, ainsi que d'autres éléments tels que le fer, l'aluminium, le manganèse et le silicium.
- **Maillechorts** : Les maillechorts sont des mélanges ternaires de cuivre, de nickel et de zinc, qui peuvent parfois contenir de faibles quantités de plomb afin de faciliter l'usinage.
- **Cupro-siliciums** : il s'agit d'alliages de cuivre contenant de 2% à 4% de silicium, ainsi que d'autres éléments tels que le manganèse, l'aluminium et le fer à des concentrations faibles.

[2]

1.3 Frittage :

1.3.1 Introduction:

Le frittage est un processus de traitement thermique effectué à une température élevée, inférieure au point de fusion du constituant principal, dans le but d'augmenter la taille des grains et la résistance d'un matériau à grains fins en liant ses particules ensemble. Ce processus est considéré comme l'étape la plus fondamentale pour obtenir la densification d'un compact de poudre. Cependant, avant d'atteindre le mécanisme de frittage, plusieurs étapes préliminaires doivent être entreprises. À la suite d'un processus de frittage réussi, le résultat souhaité est la production d'un corps cohérent, qui passe de son état initial fragile et vert. Ce corps cohérent présente une microstructure contrôlée, comprenant des facteurs tels que la porosité et la taille des grains. En fin de compte, le résultat de ce processus complet est la formation d'un solide dense et polycristallin. [7] [8]

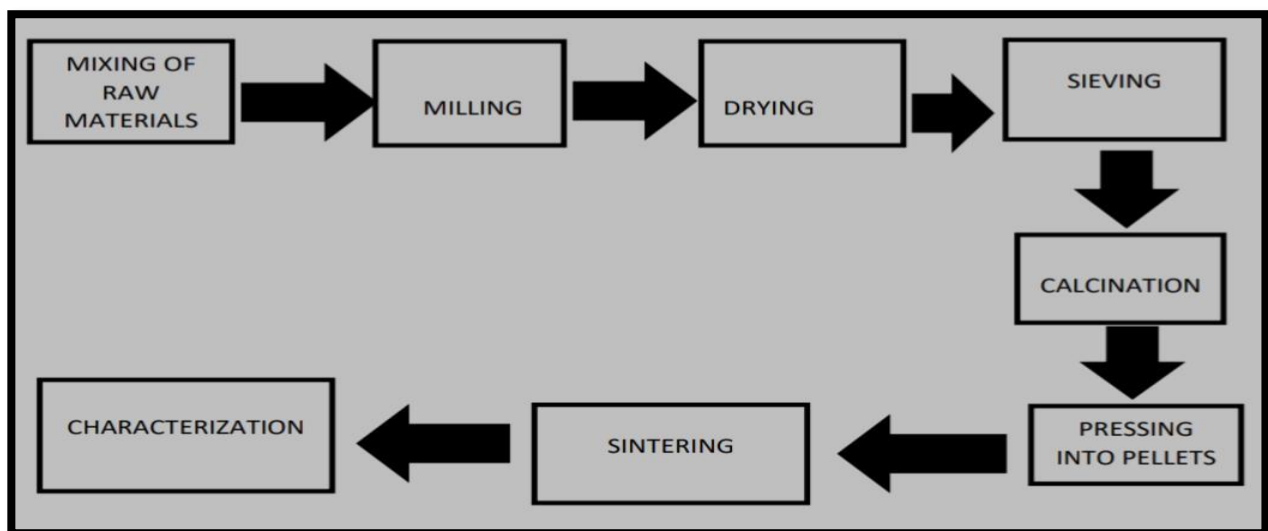


Figure 1. 1 Les étapes qui s'impliquent qui mène au frittage. [7]

1.3.2 Histoire de frittage :

La découverte précoce du frittage s'est faite par l'observation selon laquelle un corps vert acquiert de la résistance lors de la cuisson. Pendant des siècles, le frittage a été utilisé dans la production de poterie. Cependant, il y a seulement un peu plus d'un siècle que le premier article de recherche sur le frittage céramique a été publié. En 1918, Ferguson* a rédigé un article scientifique sur ce sujet, qui a été présenté dans le premier volume du Journal de l'American Ceramic Society. [8] [9]

Les objets en céramique ont été cuits dès 24 000 avant JC, mais leur porosité les rendait peu utiles. Vers 10 000 avant JC, des techniques de scellement des pores ont permis la création de récipients en argile cuite pour le stockage de l'eau. La production de porcelaine a commencé vers 1600 après JC, mais c'est à partir de 900 après JC, grâce aux fours chinois à températures élevées, que la porcelaine a pris de l'importance. Marco Polo a introduit la porcelaine en Europe. À Florence, vers 1580 après JC, une méthode inférieure de cuisson de la porcelaine a émergé, suscitant des efforts dans toute l'Europe pour la produire.

Les métaux frittés ont une longue histoire, débutant vers 3000 av. J.-C. en Egypte (or, argent, cuivre, bronze) et vers 2800 av. J.-C. pour les artefacts en fer. L'Inde a été pionnière dans la fabrication de poudre métallique et le frittage vers 400 apr. J.-C. Le frittage du platine a été introduit dans les anciennes civilisations incas (1300 av. J.-C.) et a influencé les efforts européens au XVI^e siècle. La méthode de Wollaston dans les années 1800 a permis la fabrication réussie de platine. D'autres métaux tels que le cuivre, l'argent et le plomb ont également été frittés. Osann a fritté du cuivre en 1830, et des techniques simplifiées de pressage et de frittage ont été utilisées pour divers métaux à partir de 1841. L'osmium et le tungstène ont émergé plus tard. [9]

1.3.3 Les stades de frittage :

La réduction de l'énergie interfaciale pendant le processus de frittage est associée à la croissance des cous interparticulaires, ce qui conduit à l'établissement d'un équilibre thermodynamique. Le frittage a été divisé en trois stades par Coble et Ashby. Cependant, lorsque la poudre est préalablement compactée avant le frittage, tous les stades du frittage ne se manifestent pas nécessairement. [10]

1.3.3.1 1^{er} stade :

Le premier stade du frittage implique le chauffage préalable des particules avant la température de frittage. Des contacts se forment et les cous interparticulaires commencent à croître. Cela réduit l'énergie interfaciale, mais la densification reste faible. La fin de cette étape est déterminée par le rapport du rayon de contact au rayon de la particule, généralement à environ 0,3 pour des particules de même taille. D'autres paramètres tels que le retrait, la surface libre ou la densité peuvent également influencer cette conclusion. [10]

1.3.3.2 2^{ème} stade :

Au cours du deuxième stade de frittage, le matériau compacté subit une densification, une croissance des grains et un arrondissement des pores. Des pores quasi-cylindriques interconnectés forment un réseau. Vers la fin de cette étape, les pores deviennent sphériques, principalement situés le long des limites des grains. L'élimination des petits grains favorise la fusion des pores attachés aux limites des grains, à mesure que la densification progresse. Les gros pores se développent aux dépens des plus petits, en utilisant les trajets fournis par les limites des grains. [10]

1.3.3.3 3^{ème} Stade :

Le troisième stade du frittage débute avec la fermeture des pores à environ 8% de porosité. Les pores se comblent par transport de matière à partir des joints de grains ou du cœur des grains. Ce stade est plus lent que les précédents. Le grossissement des grains se fait par migration des joints de grains, et une séparation entre les pores et les joints de grains peuvent se produire. [10]

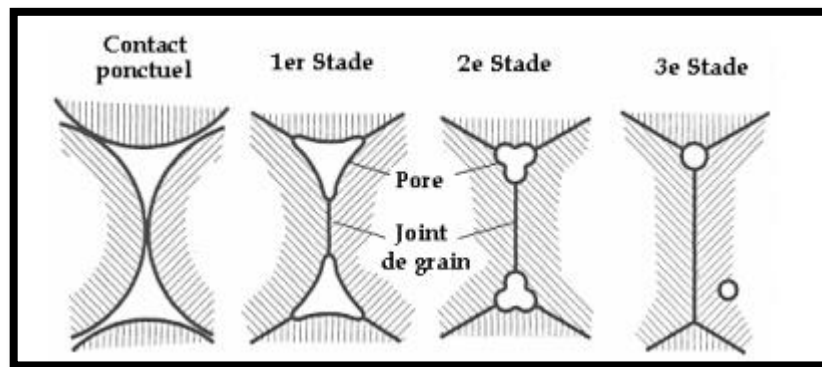


Figure 1. 2 La schématisation de l'évolution de la forme du pore pendant le frittage dans les trois étapes. [10]

1.3.4 Nature de Frittage :

Le frittage peut être classé en trois types distincts : le frittage en phase solide, le frittage en phase liquide et le frittage visqueux. Ces catégories sont basées sur la composition du matériau en cours de traitement. Cependant, quelle que soit la méthode de frittage utilisée, le résultat final reste le même, à savoir la liaison des particules et la densification des compacts de poudre. [7] [8] [10]

1.3.4.1 Le frittage en phase solide :

La poudre est chauffée à haute température, mais aucun des constituants ne fond. Le corps vert synthétisé est chauffé, généralement à une température comprise entre 0,5 et 0,9 du point de fusion du matériau. Aucun liquide n'est présent dans ce processus. Les liaisons entre les particules se forment principalement par diffusion de matière à l'état solide, où des atomes se déplacent pour créer des liens entre les particules. Cela permet la création de particules liées et la réduction de la porosité. La densification se produit par un changement de forme des grains, tandis que le transport de matière se fait par diffusion à la fois à travers le volume du matériau et le long des limites des grains. [7] [10]

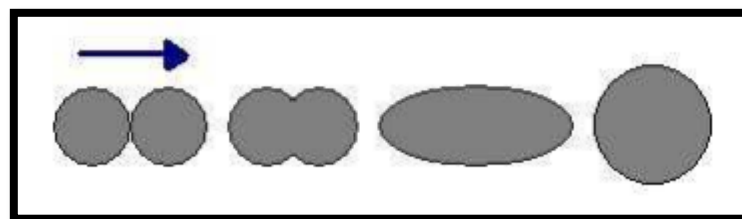


Figure 1. 3 La schématisation de l'évolution du grossissement des particules dans le frittage en phase solide. [10]

1.3.4.2 Le frittage en phase liquide :

Dans ce procédé de frittage, l'un des constituants du mélange de poudres entre en phase liquide. La densification durant le frittage en phase liquide se déroule en trois étapes : réarrangement, dissolution-reprécipitation et grossissement des grains. Il est couramment utilisé pour le traitement d'une large gamme de céramiques, y compris les porcelaines, les carbures cémentés et les céramiques covalentes, etc. [8] [10]

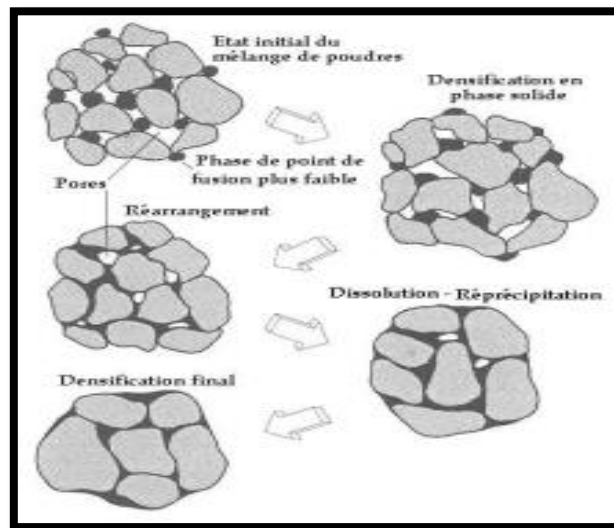


Figure 1. 4 Schématisation des étapes classiques durant le frittage en phase liquide du mélange de poudres. [10]

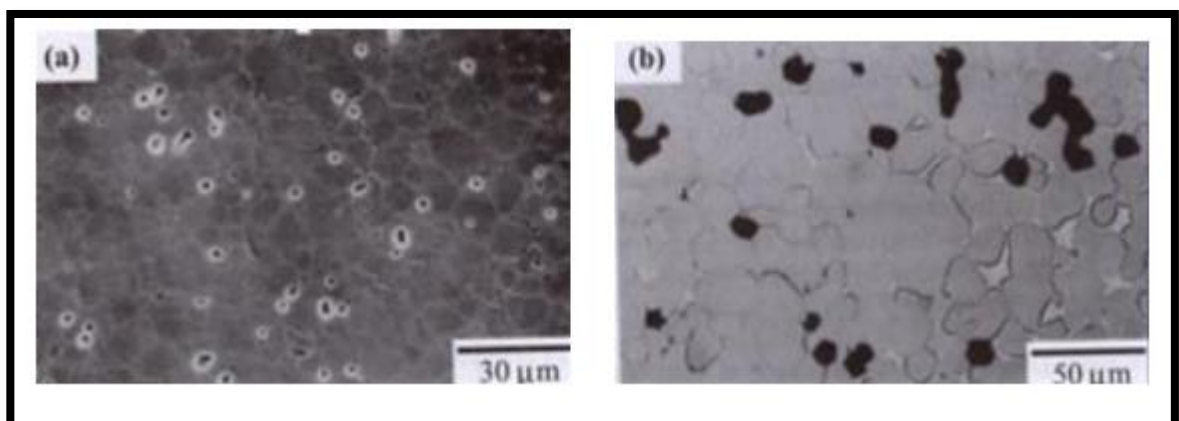


Figure 1. 5 (a) Microstructure d'un matériau fritté en phase solide. [7]

1.3.4.3 Frittage visqueux :

Le processus de densification des céramiques contenant de la silice, telles que le verre et la porcelaine, dans le frittage visqueux impliquent l'écoulement et la compaction de la substance sous l'influence de la tension de surface. Généralement, les particules consolidées sont chauffées à une température proche ou supérieure à leur point de ramollissement pour faciliter ce processus. [7]

1.3.5 Les procédés de frittage :

A. Frittage sans pression :

Frittage réactif : le frittage de ce type est réalisé en induisant une réaction chimique entre les diverses poudres d'un mélange à des températures élevées. Alternativement, pour que le frittage soit réactif, il faut une miscibilité entre les poudres, que ce soit en les faisant réagir avec un liquide ou un gaz. [10]

B. Frittage sous pression :

Pressage à chaud : pendant le frittage de pressage à chaud (Hot Pressing), la poudre est placée entre des poinçons et soumise à une température de frittage élevée. Ce processus entraîne une croissance des grains lente. Le pressage à chaud est couramment utilisé pour la production de formes simples, et l'obtention des tolérances souhaitées est souvent réalisée par meulage au diamant. [12]

Pressage isostatique à chaud : le pressage isostatique à chaud (Hot Isostatic Pressing), est une technique utilisée pour améliorer les caractéristiques des pièces moulées, augmenter la densité des composants pré-frittés, consolider les poudres et favoriser une liaison interfaciale solide. Ce processus implique l'application simultanée d'une haute pression et d'une température élevée à l'intérieur d'un récipient spécialement conçu. La pression est généralement exercée à l'aide d'un gaz inerte. Dans ces conditions, les pores internes ou les défauts présents à l'intérieur d'un matériau solide sont réduits et les liaisons entre les particules sont renforcées grâce à un processus de diffusion. [13]

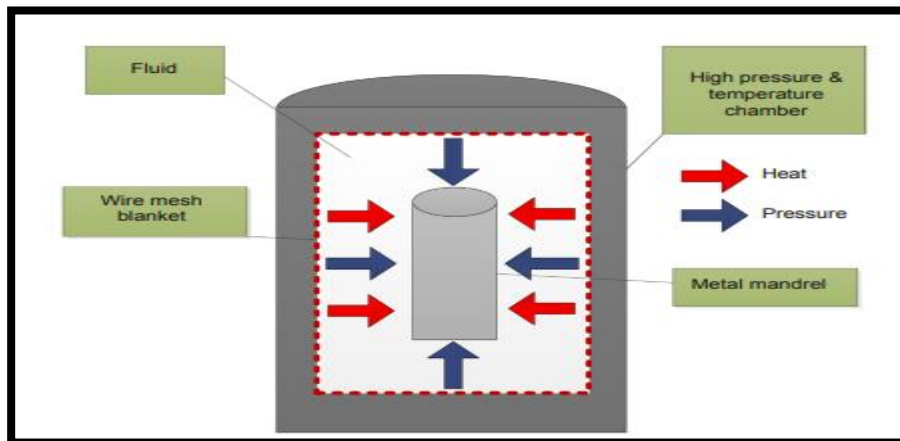


Figure 1. 6 Représentation schématique du processus de frittage par pressage isostatique à chaud. [14]

Frittage par plasma Spark: le frittage par plasma Spark (Spark plasma sintering), également appelé frittage assisté par champ, a été initialement développé dans le but de traiter des matériaux difficiles à densifier et de contrôler leur microstructure. La configuration comprend généralement un axe vertical pour appliquer une pression. La pression est transmise au piston du cylindre, qui fait également office d'électrodes. Tout le système est placé à l'intérieur d'une chambre à vide. Une source d'alimentation en courant continu (CC) est connectée à l'appareil. Le courant électrique peut être continu ou pulsé. Cette technique réduit considérablement la durée de traitement des matériaux en poudre, améliore l'efficacité de consolidation de la poudre et permet des températures de frittage plus basses et des temps de maintien plus courts. [8] [12]

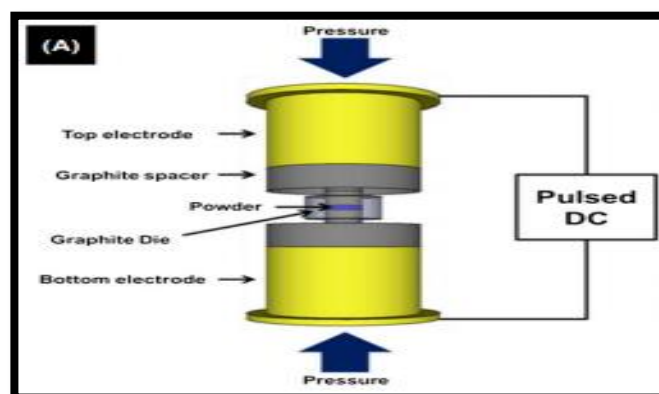


Figure 1. 7 Représentation schématique du processus de frittage par plasma Spark. [8]

Frittage conventionnel : sous l'effet de la pression mécanique et hydrostatique, le moule rempli de poudre prend la forme désirée et lie les particules en un corps vert. Cela facilite sa manipulation lors du frittage ultérieur à haute température. Le corps vert a une densité de 95%. Les matériaux non-conducteurs nécessitent des températures élevées. Le chauffage par résistance indirecte est lent, mais en chauffant uniquement la poudre, les taux de chauffage sont plus rapides. Ce processus est adapté pour produire des formes simples. [12]

C. Frittage sous champ électromagnétique

Le frittage par micro-ondes : le frittage par micro-ondes est utilisé depuis plus de 50 ans, et d'importantes activités de recherche ont commencé dans les années 1980. Il implique généralement un générateur qui produit des micro-ondes, qui sont une forme d'énergie électromagnétique dans la plage de fréquences de 300 MHz à 300 GHz. Le chauffage par micro-ondes est un processus au cours duquel les matériaux absorbent de manière volumétrique l'énergie électromagnétique. Les recherches ont montré que le frittage par micro-ondes offre plusieurs avantages pratiques, tels qu'une exigence beaucoup plus faible en termes d'énergie d'activation, une réduction de la consommation d'énergie et des coûts inférieurs. [8] [11]

Chapitre 2 : Les phases MAX

2.1 Introduction :

Les phases MAX regroupent un ensemble de composés ternaires stratifiés qui suivent la formule générale $M_{n+1}AX_n$, où n peut prendre les valeurs 1, 2 ou 3. Dans cette formule, M représente un métal de transition précoce, A représente un élément du groupe A et X représente du carbone (C) et/ou de l'azote (N). Selon la valeur spécifique de n , les phases MAX peuvent être classées comme des "211s" pour M_2AX ($n = 1$), des "312s" pour M_3AX_2 ($n = 2$), des "413s" pour M_4AX_3 ($n = 3$), et ainsi de suite. Ces composés présentent une combinaison unique de propriétés métalliques et céramiques. [15] [16]

The diagram shows a periodic table with the following elements highlighted:

- M (Transition metal, green):** Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, As, Se, Br, Kr, Y, Zr, Nb, Mo, Tc, Ru, Rh, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Te, I, Xe, Lu, Hf, Ta, W, Re, Os, Ir, Pt, Au, Hg, Tl, Pb, Bi, Po, At, Rn.
- A (Group A element, orange):** Li, Be, Na, Mg, K, Ca, Rb, Sr, Cs, Ba.
- X (C or N, blue):** B, C, N, O, F, Ne, Al, Si, P, S, Cl, Ar.

A box in the center contains the formula $M_{n+1}AX_n$ with $n = 1, 2 \text{ or } 3$.

Figure 2. 1 Les phases MAX contiennent des éléments de la table périodique. [17]

2.2 Histoire des phases MAX :

Pendant les années 1960, le groupe de Nowotny à Vienne, en Autriche, a réalisé d'importantes découvertes dans le domaine des phases MAX. Ils ont identifié et nommé plus de 100 nouveaux carbures et nitrures en tant que "phases H" en raison de leur structure cristalline hexagonale. Ces nouveaux composés englobaient différentes compositions, notamment les systèmes Ti-Al-C, V-Al-C, Nb-Al-C, Cr-Al-C, Ti-Sn-C et V-Ga-C. Dans les années 1980, Ti_3AlC_2 a été découvert par l'un des étudiants de Nowotny. Cependant, ce n'est qu'en 1996 et 1997, lorsque Barsoum et El-Raghy ont publié des articles influents, que la remarquable combinaison de propriétés métalliques et céramiques exhibées par les phases MAX a été reconnue dans la littérature. En 1999, l'identification de Ti_4AlN_3 , le premier prototype d'une phase $n = 3$ (ou 413), a conduit à l'adoption du terme " $M_{n+1}AX_n$ " ou MAX pour classer ces composés. [15] [17]

Des phases hybrides de MAX, telles que $\text{Ti}_5\text{Si}_2\text{C}_3$ et $\text{Ti}_7\text{Si}_2\text{C}_5$, ont été découvertes en 2004 en combinant des demi-cellules unitaires de phases MAX conventionnelles. Ces phases hybrides de MAX étaient initialement considérées comme métastables jusqu'à la percée de 2012, qui a permis la synthèse d'échantillons en vrac de la phase 523. L'identification des MXènes en 2011-2012 a introduit une nouvelle catégorie de carbures et de nitrures métalliques de transition en 2D obtenus par l'attaque sélective des éléments A des phases MAX. Cette percée a ouvert la voie à la synthèse et à la caractérisation supplémentaires de compositions MAX en solutions solides. De plus, des phases MAX quaternaires chimiquement ordonnées et différents types d'ordonnement (o-MAX et i-MAX) ont été découverts, élargissant nos connaissances et explorant de nouvelles possibilités au sein de la famille des phases MAX. [15]

2.3 Structure des phases MAX :

Les phases ternaires MAX présentent une structure cristalline hexagonale avec une symétrie $P6_3/mmc$ et contiennent deux unités de formule par maille unitaire. Elles sont composées de couches entrelacées d'éléments A et d'octaèdres de type ' M_6X ' en partage d'arêtes, similaires à ceux que l'on trouve dans les carbures binaires de type sel gemme et les nitrures. La distinction entre les différentes phases (211, 312 et 413) réside dans le nombre de couches M qui séparent les couches A. Plus précisément, lorsque n est égal à 2, les couches A sont séparées par deux couches M, tandis que lorsque n est égal à 3, il y a quatre couches M entre les couches A. [15] [18]

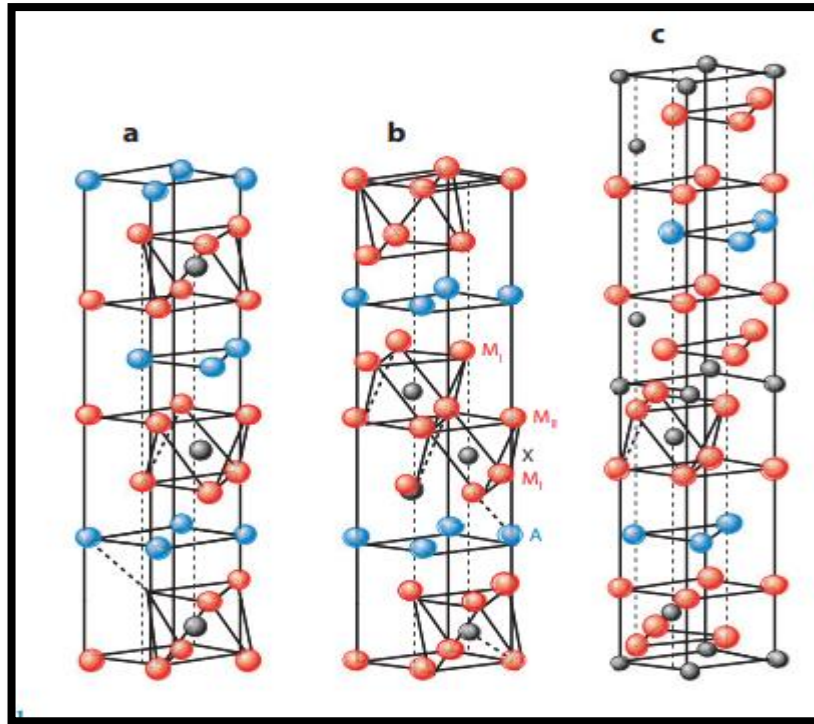


Figure 2. 2 Cellules unitaires des phases MAX : (a) phase 211, (b) phase 312 et (c) phase 413. [18]

2.4 Elaboration des phases MAX :

La synthèse des phases MAX peut être classée en trois catégories principales : les techniques de dépôt physique en phase vapeur, les réactions à l'état solide, et les processus en fusion. En général, la synthèse des phases MAX se caractérise par sa simplicité.

2.4.1 Les techniques de dépôt physique en phase vapeur :

En général, trois principales approches ont été explorées pour la synthèse de films minces avec une grande pureté et densité : la pulvérisation magnétron, le dépôt par arc cathodique et le dépôt par laser pulsé. Parmi celles-ci, la pulvérisation magnétron est la technique de dépôt physique en phase vapeur (PVD) la plus largement utilisée en raison de sa facilité de traitement, de sa grande flexibilité et de son contrôle efficace de la pureté et de la composition des phases. En revanche, le dépôt par arc cathodique a reçu relativement moins d'attention par rapport aux techniques de pulvérisation, principalement en raison de la complexité accrue du processus et de l'équipement requis. Le dépôt par laser pulsé, malgré son potentiel pour déposer des phases MAX à des températures inférieures à 300°C, a été moins étudié que d'autres méthodes.

2.4.2 Réaction état liquide/solide :

La méthode la plus couramment utilisée pour la synthèse des phases MAX est la réaction liquide/solide. Cette méthode implique des réactions à haute température entre des poudres élémentaires de départ, généralement comprises entre 1100°C et 1700°C. Pour éviter l'oxydation, la synthèse est réalisée sous une atmosphère protectrice. Diverses méthodes de synthèse sont utilisées, notamment la synthèse sans pression, la synthèse auto propagée à haute température, le pressage à chaud, le pressage isostatique à chaud, le frittage par plasma à étincelles et la synthèse assistée par micro-ondes.

2.4.3 Procédés en fusion :

Les processus d'infiltration réactive par fusion et les processus de sels fondus sont considérés comme des processus en fusion en raison de la présence d'une phase liquide. Bien qu'ils ne soient peut-être pas les méthodes les plus privilégiées pour la synthèse de certaines céramiques de phase MAX dans le cadre d'études fondamentales, ils peuvent contribuer de manière significative au traitement de composants complexes et à la synthèse de poudres de phase MAX.

L'infiltration réactive par fusion : la méthode d'infiltration réactive par fusion repose sur l'infiltration d'un métal fondu dans une préforme poreuse, suivie de leur réaction pour synthétiser le matériau souhaité. Cette méthode est largement utilisée pour le traitement des composites SiC/SiC et C/SiC.

Sel fondu : les sels fondus sont une méthode de synthèse à haute température où les réactions et la diffusion des ions et des cations sont facilitées par une phase liquide, précisément un sel fondu, le traitement est relativement simple et implique de mélanger les précurseurs avec du sel, suivi d'une compression à froid pour former des pastilles. [17]

2.5 Les propriétés des phases MAX :

Les phases MAX possèdent une combinaison unique de propriétés métalliques et céramiques, exhibant une conductivité similaire à celle des métaux. Dans certains cas, leur conductivité dépasse même celle de leurs éléments M purs. Ces matériaux sont également relativement souples, résistants aux dommages et aux capables de se déformer de manière plastique à haute température. De plus, les phases MAX présentent une résistance aux chocs thermiques et, dans certains cas spécifiques, elles manifestent un comportement inhabituel lorsqu'elles sont soumises à des changements soudains de température. [15]

2.5.1 Les propriétés physiques :

Légèreté : la densité des phases MAX se situe généralement dans la plage de 4 à 6 g/cm³. Cependant, certaines compositions comme Ta₂GaC et Hf₂TiC présentent des valeurs plus élevées, respectivement 13,05 g/cm³ et 13,65 g/cm³. En revanche, Ti₃SiC₂, Ti₂AlC, Ti₃AlC₂ et Cr₂AlC ont des densités relativement plus faibles, soit respectivement 4,52 g/cm³, 4,11 g/cm³, 4,51 g/cm³ et 5,23 g/cm³.

Point de fusion : les phases MAX présentent une fusion incongruente, donnant lieu à la formation de spécimens M-X et de liquides riches en éléments A à des températures élevées. La température de fusion est fortement influencée par la pureté et l'environnement. Par exemple, Ti₃SiC₂ est réfractaire sous vide, avec une décomposition au-dessus de 2300 °C, mais sa température de fusion est d'environ 1000 °C dans des environnements oxydants.

Coefficient de dilatation thermique : la structure cristalline des phases MAX est hexagonale, ce qui entraîne un coefficient de dilatation thermique anisotrope entre les plans a et c. En général, le coefficient de dilatation thermique (E) se situe dans la plage de $8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ à $10 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Cependant, des variations dans la composition peuvent entraîner des valeurs plus basses ou plus élevées.

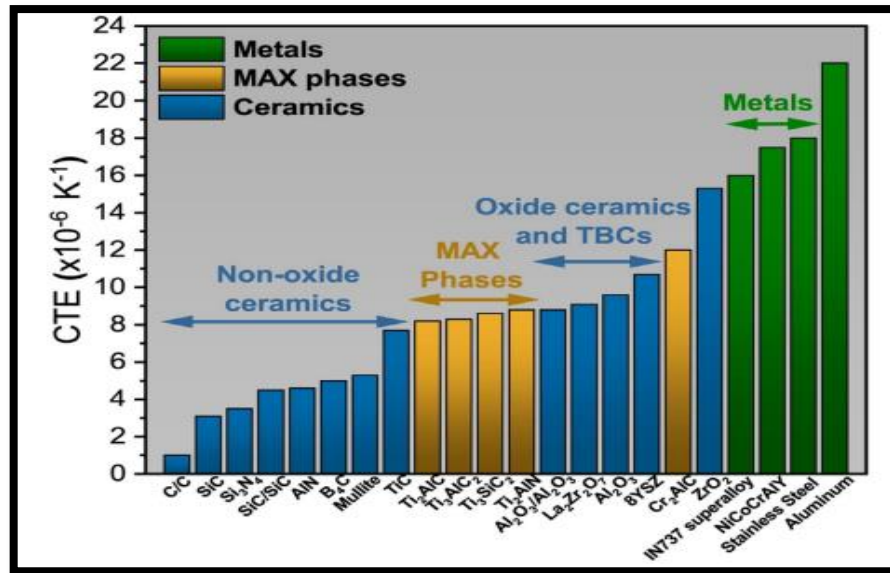


Figure 2. 3 Comparaison du coefficient de dilatation thermique (CDT) des phases MAX avec certains céramiques et métaux peut être effectuée. [17]

Propriétés thermiques : les phases MAX sont réputées pour leur bonne conductivité thermique, avec des valeurs de conductivité allant de 12 à 60 $\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$. Certaines phases MAX présentent même des conductivités thermiques supérieures à celles de leurs métaux de transition correspondants. En général, les phases MAX se distinguent par leur capacité à bien conduire les phonons grâce aux liaisons M-X, en particulier les compositions contenant de l'aluminium qui bénéficie d'une diffusion plus faible grâce à sa légèreté et à sa mobilité.

Propriétés électriques : les phases MAX sont caractérisées par leur conductivité électrique métallique, avec une résistivité qui augmente de manière linéaire avec la température. En général, la résistivité électrique à température ambiante se situe entre 0,02 et 2,00 $\mu\Omega \text{ m}$. Il est intéressant de noter que certaines phases MAX présentent une résistivité électrique plus faible que celle de leur équivalent métallique, comme Ti_2AlC et Ti_3AlC_2 (0,20-0,35 $\mu\Omega \text{ m}$) et Ti ($\sim 0,4 \mu\Omega \text{ m}$). La conductivité électrique est influencée par la taille des particules, la présence de phases ou d'impuretés secondaires, ainsi que par les solutions solides qui entraînent une diffusion des porteurs de charges. [17]

2.5.2 Les propriétés chimiques :

Résistance à l'oxydation :

De manière générale, les phases MAX sont sujettes à une oxydation à des températures relativement faibles, d'environ 600°C, conformément à la réaction suivante :



Par conséquent, la majorité des phases MAX ne conviennent pas aux applications à haute température en présence d'atmosphères oxydantes. Cependant, certaines compositions qui intègrent de l'aluminium (Al) en tant qu'élément "A" ont la capacité de former une couche externe durable et adhérente d' α -Al₂O₃. Cette couche protectrice agit comme une barrière, empêchant une diffusion supplémentaire de l'oxygène dans le matériau à des températures atteignant 1400°C. Malheureusement, toutes les phases MAX à base d'aluminium ne parviennent pas à développer cette couche protectrice d'alumine à l'extérieur en raison de réactions concurrentes d'oxydation impliquant à la fois les éléments "M" et "A".

Résistance à la corrosion :

Des évaluations approfondies ont été réalisées sur les phases MAX dans différents environnements corrosifs, démontrant de manière cohérente leur remarquable résistance à la corrosion. Par exemple, le Ti₃AlC₂ et le Ti₂AlC ont été soumis à du sel fondu Na₂SO₄ à des températures de 900°C et 1000°C pendant une durée de 20 heures. Les gains de poids observés pour le Ti₃AlC₂ et le Ti₂AlC étaient respectivement de 0,15 kg•m⁻² et 0,45 kg•m⁻². En comparaison, le Cr₂AlC présentait des gains de poids nettement inférieurs, seulement de 8 • 10⁻⁴ kg•m⁻² et 1,5 • 10⁻³ kg•m⁻² dans les mêmes conditions. De même, K. Van Loo et al. ont rapporté une résistance à la corrosion supérieure pour le Cr₂AlC dans un autre milieu corrosif. Ces résultats confirment les propriétés exceptionnelles de résistance à la corrosion exhibées par les phases MAX. [17]

2.5.3 Les propriétés mécaniques :

Les phases MAX présentent une combinaison distinctive et souhaitable de propriétés mécaniques, qui a fait l'objet d'une exploration approfondie. Ces propriétés comprennent :

2.5.3.1 Propriétés élastiques :

Les phases MAX sont généralement connues pour leur grande rigidité élastique, mais il existe certaines variations à prendre en compte. Lorsque l'on compare différentes phases MAX, celles contenant des éléments tels que l'Indium (In), le Plomb (Pb) et l'Étain (Sn) ont tendance à présenter une rigidité inférieure à celles composées d'éléments plus légers du groupe A. Par exemple, les modules de Young (E) de Zr_2SnC , Nb_2SnC et Hf_2SnC sont respectivement de 178 GPa, 216 GPa et 237 GPa, ce qui est inférieur aux modules de Young de tous les ternaires contenant de l'Aluminium (Al), qui est de 127 GPa. De plus, il convient de noter que certaines phases MAX ont une densité relativement faible, ce qui contribue également à leurs caractéristiques uniques. [18]

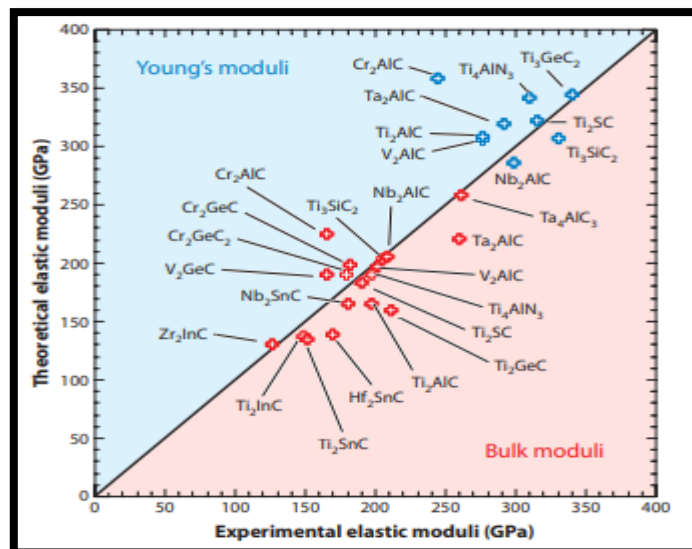


Figure 2. 4 Comparaison des modules de compressibilité expérimentaux et théoriques et des modules d'élasticité de Young E de certaines phases MAX sélectionnées. [18]

Tableau 2. 1 Les modules de cisaillement G , les modules d'élasticité de Young E , le coefficient de Poisson ν et les modules de compressibilité bulk B ont été mesurés directement dans une cellule en enclume pour certaines phases MAX sélectionnées. [18]

MAX Phase	G (GPa)	E (GPa)	ν (coefficient de Poisson)	B (GPa)
Ti ₂ AlC	118	277	0.19	144
V ₂ AlC	116	235	0.20	152
Cr ₂ AlC	102	245	0.20	138
Nb ₂ AlC	117	286	0.21	165
Cr ₂ GeC	80	245	0.29	165
Ti ₂ SC	125	290	0.16	145
Ti ₃ SiC ₂	139	343–339	0.20	190
Ti ₄ AlN ₃	127	310	0.22	185

2.5.3.2 Propriétés tribologiques :

La première étude réalisée en 1996 a démontré que les plans basaux de Ti₃SiC₂ présentaient une sensation de lubrification et un coefficient de frottement exceptionnellement bas (μ). Cependant, les études ultérieures sur des échantillons polycristallins ont donné des résultats moins encourageants, révélant des taux d'usure plus élevés et une augmentation du coefficient de frottement (μ) au fil du temps. La réponse tribologique des phases MAX polycristallines est influencée par différents facteurs, tels que la microstructure, les propriétés du contre-corps et les conditions de test. Des réactions tribochimiques complexes jouent également un rôle important dans le comportement tribologique. Lorsqu'ils sont exposés à des températures élevées, la réponse tribologique tend à s'améliorer, comme en témoignent des valeurs initiales de μ plus élevées qui diminuent progressivement pour atteindre des valeurs stables. De plus, à des températures élevées, les taux d'usure sont généralement plus faibles. [17]

2.6 Application Potentielle des phases MAX :

Il y a un manque d'utilisation commerciale des phases MAX malgré leurs propriétés favorables, et les principaux facteurs contributifs peuvent être identifiés comme suit : i) L'absence de poudres commercialement disponibles avec une pureté élevée à des prix abordables, ii) La complexité associée à cette vaste famille de matériaux, comprenant plus de 150 compositions différentes de phases MAX, et iii) La période de temps substantielle, généralement de 20 à 30 ans, nécessaire pour qualifier les produits pour des applications stratégiques dans les industries nucléaires ou aérospatiales. [17]

Cependant, malgré ces défis, il existe plusieurs applications potentielles où les phases MAX peuvent être utilisées de manière efficace. Voici quelques exemples notables :

2.6.1 Contacts électriques :

Le Ti_3SiC_2 a été proposé comme matériau adapté pour les contacts ohmiques sur le 4H-SiC en raison de sa capacité à présenter une relation linéaire entre le courant et la tension. De plus, la pulvérisation cathodique du Ti sur les substrats SiC permet un processus simple et pratique pour fabriquer des contacts en Ti_3SiC_2 . Cette approche offre la possibilité de créer directement des couches de protection contre l'oxygène immédiatement après le dépôt du contact principal, sans exposer le dispositif à l'air. Par conséquent, cette méthode évite les problèmes tels que l'oxydation, la contamination ou la nécessité d'étapes de nettoyage supplémentaires, ce qui améliore la stabilité à long terme du dispositif. De plus, le Ti_2AlN a également été étudié comme matériau de contact ohmique pour les dispositifs à base de GaN, démontrant un comportement ohmique avec une résistivité de contact comprise entre environ $10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}^2$. [17]

2.6.2 Les échangeurs de chaleur :

Une autre application potentielle à l'étude est l'utilisation des phases MAX en tant qu'échangeurs de chaleur pour des températures élevées (~850°C) dépassant les capacités des systèmes métalliques traditionnels, laissant ainsi les céramiques comme seule alternative viable. Cependant, leur utilisation généralisée a été entravée par des inconvénients tels que des propriétés mécaniques inférieures, une usinabilité difficile, une faible conductivité thermique et un coefficient de dilatation thermique. Les phases MAX, en revanche, présentent une meilleure résistance aux chocs thermiques, des propriétés mécaniques améliorées, une stabilité chimique et une usinabilité supérieures par rapport à des matériaux tels que le SiC et d'autres céramiques avancées. Malgré ces avantages, leur conductivité thermique intermédiaire (variant entre 12 et 60 W m⁻¹K⁻¹) reste une limitation majeure, qui bien qu'acceptable, est inférieure à celle des composés de SiC. [17]

2.6.3 Énergie solaire concentrée :

Les systèmes d'énergie solaire concentrée permettent de convertir l'énergie solaire en électricité sans émissions de gaz à effet de serre et offrent la possibilité de stocker l'énergie thermique. Leur conception implique la concentration du rayonnement solaire sur un récepteur à l'aide de miroirs, tandis que la chaleur est transportée par un fluide caloporteur vers une turbine à vapeur pour produire de l'électricité. Les phases MAX présentent un potentiel dans deux composants différents des systèmes d'énergie solaire concentrée : le récepteur solaire et le réservoir de stockage. Le récepteur solaire doit présenter une excellente résistance à l'oxydation, ainsi que des caractéristiques telles qu'une forte absorption dans la plage ultraviolet-visible-infrarouge proche et une faible émission thermique dans la région infrarouge. [17]

2.6.4 Nucléaire :

Les phases telles que Ti_3SiC_2 , Ti_2AlC , Ti_3AlC_2 , Cr_2AlC , V_2AlC , Zr_2AlC , Zr_3AlC_2 et Nb_4AlC_3 ont attiré une attention considérable en tant que matériaux de gainage potentiels pour les combustibles à tolérance accrue aux accidents dans les réacteurs à eau légère de troisième génération et les futures installations de fission de quatrième génération. Ces phases possèdent des propriétés souhaitables telles qu'une excellente tolérance aux radiations, une résistance à l'oxydation et à la corrosion, une résistance mécanique et une stabilité chimique. Alors que les alliages de zirconium sont traditionnellement utilisés comme matériaux de gainage dans les centrales nucléaires, ils présentent une mauvaise performance lors des accidents de perte de réfrigérant, comme cela s'est produit à Tchernobyl (1986) et à Fukushima (2011). Pour remédier à ce problème, les phases MAX peuvent remplacer ou revêtir les alliages de zirconium en raison de leur résistance supérieure à l'oxydation et à la corrosion. Cependant, il est crucial de traiter les revêtements à base de phases MAX en conditions de basse température pour éviter tout dommage ou altération des substrats en zircaloy sous-jacents. [17]

2.6.5 Catalyse :

La performance des catalyseurs dans les phases MAX a été relativement peu explorée, mais présente un potentiel élevé en raison de la large gamme de compositions et de solutions solides disponibles dans les sites "M", "A" et "X". Les phases MAX peuvent servir à la fois de catalyseurs et de supports. Par exemple, des poudres de Cr_2AlC ont été étudiées en tant que catalyseurs solides dans des processus d'oxydation catalytique humide par peroxyde pour réduire la formation de monoxyde de carbone. Dans le processus de Fenton, la concentration de CO peut atteindre un maximum de 6651 mg/Nm^3 , mais en présence de Cr_2AlC , elle est considérablement réduite à 187 mg/Nm^3 . Cette réduction est particulièrement remarquable lorsqu'elle est comparée aux valeurs de CO (2454 mg/Nm^3) obtenues avec des catalyseurs classiques à base de charbon actif et de fer. [17]

CHAPITRE 03 : Partie expérimentale

3.1 Introduction :

Le premier objectif de cette étude est de développer des alliages aluminium-cuivre (Al-Cu) en utilisant différentes étapes telles que : homogénéisation, Compactage, Encapsulation, Frittage, polissage.

Le deuxième objectif est de fabriquer un matériau composite (Al-Cu) / Cr_2AlC par la méthode des sels fondus au laboratoire de l'université LERTI de Blida 1. Nous avons aussi vu les microstructures et l'étude tribologique.

3.2 Préparation les pièces Al-Cu :

Afin de faire une bonne pièce en aluminium-cuivre, nous devons essayer plusieurs tests. C'est pour ça nous avons décidé d'essayer 4 échantillons.

3.2.1 Pesée :

Nous pesons 3 g pour les 4 pastilles en utilisant les poudres d'aluminium et de cuivre, avec les pourcentages indiqués dans le tableau suivant, à l'aide d'une balance de précision de type (ADAM) au Laboratoire d'Études et de Recherche en Technologie Industrielle (LERTI).

Tableau 3. 1 Pourcentage et grammage d'Al-Cu

Al-Cu	Pourcentage massique (%)	Grammage (3g)
Echantillons 1	Al (95%)	Al (2.85g)
	Cu (5%)	Cu (0.15g)
Echantillons 2	Al (90%)	Al (2.7g)
	Cu (10%)	Cu (0.3g)
Echantillons 3	Al (85%)	Al (2.55g)
	Cu (15%)	Cu (0.45g)
Echantillons 4	Al (80%)	Al (2.4g)
	Cu (20%)	Cu (0.6g)



Figure 3. 1 Poudre d'Aluminium pur



Figure 3. 2 Poudre de cuivre pur



Figure 3. 3 Balance de type (ADAM)



Figure 3. 4 Pesée d'aluminium

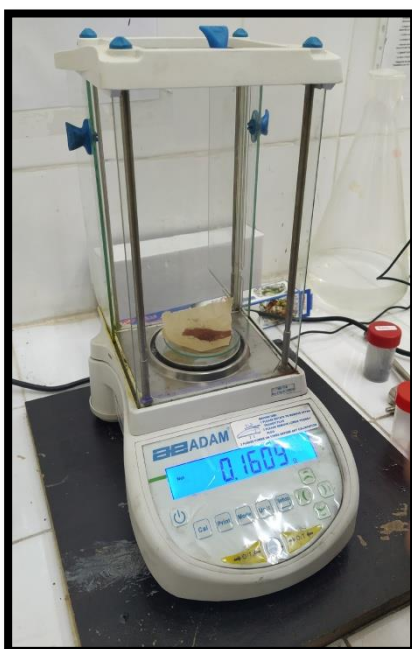


Figure 3. 5 Pesée de cuivre

3.2.2 Homogénéisation :

Après pesée, nous mettons deux boules d'un roulement marque (FAG) à l'intérieur de la boîte et mélangeons l'aluminium et cuivre à la main pendant 24 heures.



Figure 3. 6 Roulement de marque (FAG)



Figure3. 7 Mélange Al-Cu

3.2.3 Compactage :

Après le mélange, Nous mettons la poudre Al-Cu dans un dispositif de compactage. Utilisant une presse hydraulique de type (Specac 30 tonne). En appliquant une pression de 5 Tonne pendant 30 secondes.

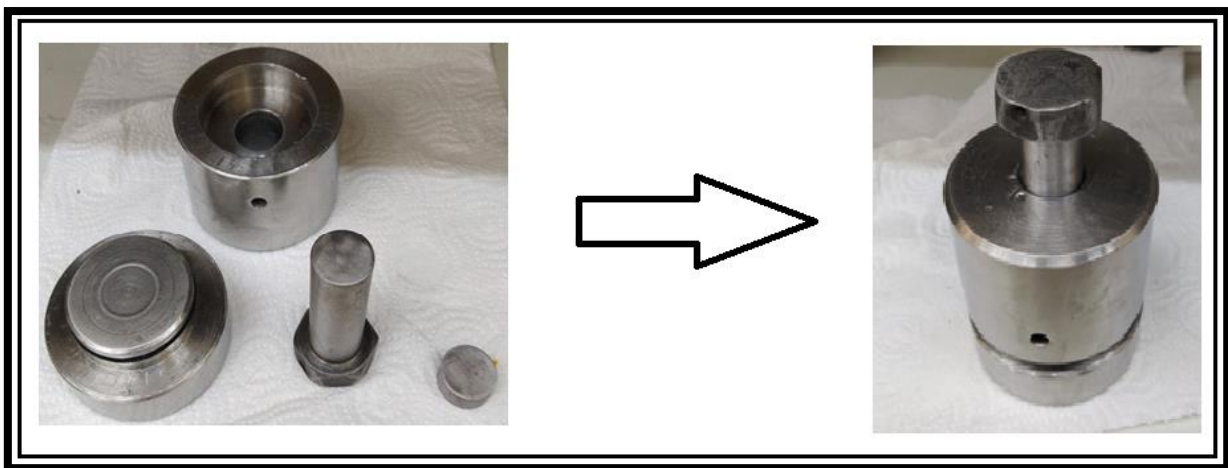


Figure 3. 8 Dispositif de compactage



Figure 3. 9 Presse hydraulique de type (Specac)

Après compactage on aura des pastilles comme les montre la figure suivante :

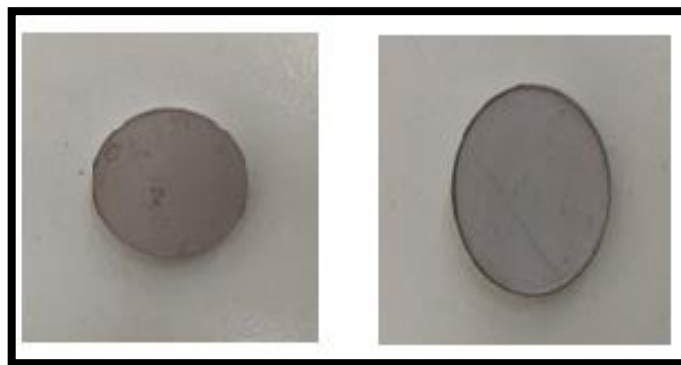


Figure 3. 10 Echantillons d'Al-Cu

3.2.4 Dégazage :

Dans un cylindre à vide horizontal, l'air est retiré de notre échantillon par une pompe à vide secondaire 10^{-2} bar, pour éviter l'oxydation de nos échantillons pendant le processus de frittage.



Figure 3. 11 Machine de dégazage

3.2.5 Frittage :

Nous avons utilisé le four (Nabetherm B180) au laboratoire (LRTTI) de l'Université de Blida 1 pour effectuer le processus de frittage de tous nos échantillons.

L'échantillon est placé dans un creuset, après quoi nous le mettons à l'intérieur du four et le programmons en fonction de la vitesse de chauffage, de la température et du temps. Ceci afin d'obtenir le meilleur processus de frittage pour nos échantillons. Comme indiqué dans le tableau suivant :

Tableau 3. 2 Frittage d'Al-Cu

Echantillons	Al-Cu (%)	La vitesse de chauffe	Températures	Temps
Echantillons 1	Al (95%) Cu (5%)	5°C / min	600°C	4h
Echantillons 2	Al (90%) Cu (10%)	5°C / min.	600°C	4h
Echantillons 3	Al (85%) Cu (15%)	5°C / min.	600°C	4h
Echantillons 4	Al (80%) Cu (20%)	5°C / min.	600°C	4h



Figure 3. 12 Four (Nabertherm B180)



Figure 3. 13 Place le creuset dans le four

3.2.6 Polissage :

Après le frittage, Nous effectuons le polissage de nos échantillons au laboratoire d'enseignement des sciences des matériaux SDM (Université de Blida 1) pour obtenir un très bon état de surface, en utilisant différents papiers abrasifs à granulométrie croissante (de 400 à 4000). Nous frottons l'échantillon sur le papier abrasif à la main jusqu'à ce qu'il devienne une surface sans les stries et les porosités.

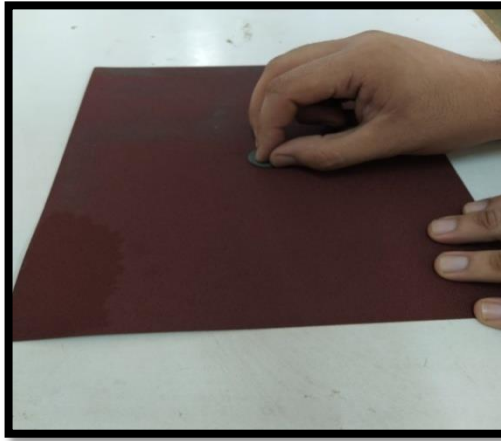


Figure 3. 14 Polissage à la main

Ensuite, nous effectuons un polissage final avec une solution de diamant de 3 μm , 1 μm et 0,25 μm sur la peau de chamois pour obtenir une surface lisse. Ce processus s'est déroulé au niveau du Laboratoire d'Etudes et de Recherche en Technologie Industrielle (Université de Blida 1).

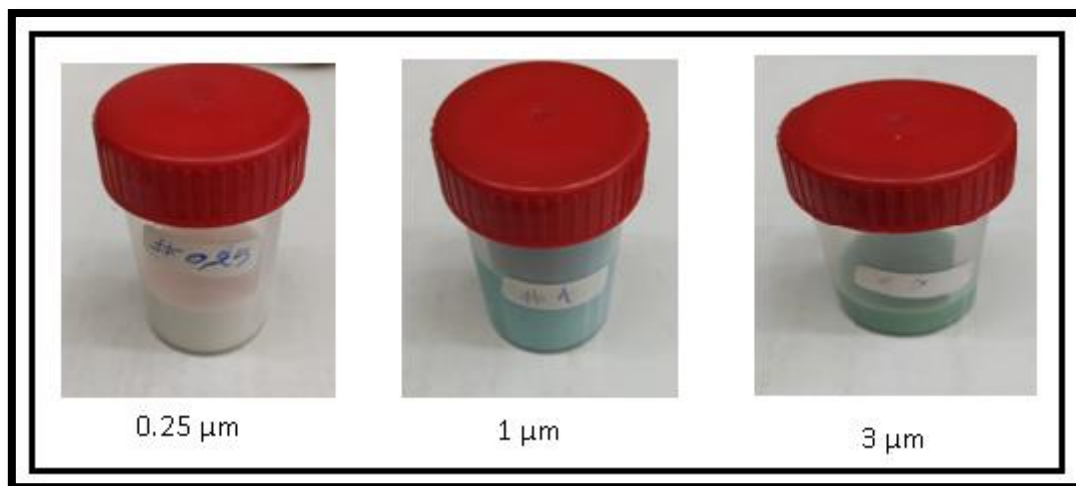


Figure 3. 15 Pâte diamantée



Figure 3. 16 Avant polissage



Figure 3. 17 Après polissage

3.3 Phase MAX Cr_2AlC :

Au laboratoire LERTI de l'Université Saad Dahleb 1, nous essayons de synthétiser le Cr_2AlC afin de l'ajouter à notre échantillon et voir s'il y a un changement. Nous suivons donc les étapes suivantes :

3.3.1 Poudre et pesée :

Pour la synthèse de Cr_2AlC , nous avons utilisé 20 grammes de poudre de chromium (Cr), d'aluminium (Al) et de carbone (C), au laboratoire LERTI de l'Université Saad Dahleb 1.



Figure 3. 18 Les poudres : A- Chromium (Cr) B- Aluminium (Al) C- Carbone (C)

Dans le tableau suivant, le poids des poudres utilisées est indiqué :

Tableau 3. 3 Caractéristiques et poids des différentes poudres

Élément	Marque	Masse molaire (g/mol)	Pesés (g)
Chrome (Cr)	BIOCHEM	52	14.01
Aluminium (Al)	BIOCHEM	26,981539	4.363
Carbone (C)	GRAPHITE	12	1.61757

3.3.2 Homogénéisation :

Pour homogénéiser nos poudres, nous devons les mettre dans une boîte avec 3 billes d'acier de type (FAG) puis mélanger pendant 24 heures manuellement afin d'obtenir une meilleure homogénéité.

3.3.3 Compactage de la poudre :

Après homogénéisation de nos poudres, nous réalisons un processus de compactage à l'aide d'une presse hydraulique (Specac 30 tonne) avec pression appliquée e 10 Tonnes pendant 30 secondes au laboratoire LERTI de l'Université Saad Dahleb 1.

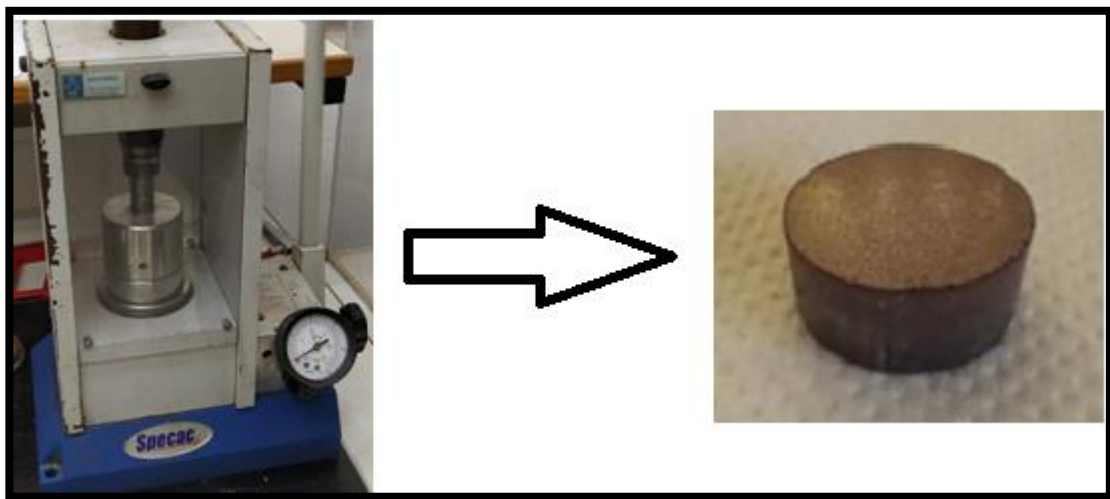


Figure 3. 19 Compactage de Cr_2AlC

3.3.4 Encapsulation et cuisson :

Après cela, nous mettons l'échantillon à l'intérieur du dispositif de compactage et l'immergeons dans du sel KBr, puis nous le comprimons avec une force de 3 tonnes pendant 30 secondes.



Figure 3. 20 Dispositif d'Encapsulation



Figure 3. 22 Echantillon encapsulé



Figure 3. 21 Bromure de Potassium KBr

Nous mettons les granulés dans des creusets en alumine et les immergeons dans des sels de KBr, puis les mettons dans un four de type (Nabetherm B180) à moufle à 1000°C, temps de maintien de 1 heure et vitesse de chauffage de 5°C/min.



Figure 3. 23 Creuset en Alumine



Figure 3. 24 Four (Nabetherm B180)

3.3.5 Récupération des poudres :

Nous récupérons l'échantillon du four après refroidissement et immersion dans l'eau afin de dissoudre le sel.



Figure 3. 25 Sel protecteur fondu

Une fois le sel dissous, nous prélevons l'échantillon et le mettons dans un Bécher d'eau. Ensuite, nous prenons Bécher et le posons sur un agitateur magnétique à une vitesse de 70°C afin de devenir une poudre.



Figure 3. 26 Agitateur magnétique

Ensuite, nous filtrons notre poudre de l'eau.



Figure 3. 27 Filtration de Cr_2AlC

Lorsque nous terminons le processus de filtrage, nous séchons notre poudre à l'aide d'un Etuve de type (MEMMERTI) à une température de 80°C pendant 24 heures.

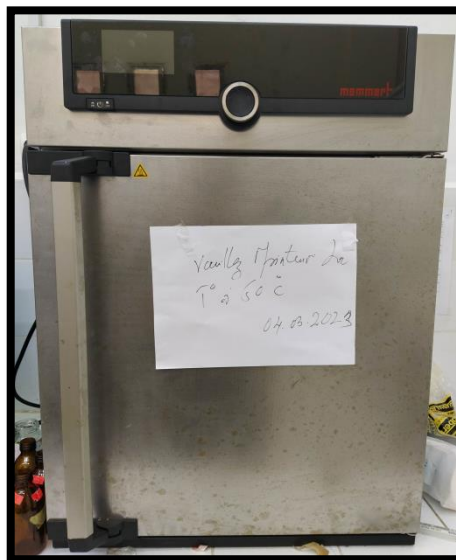


Figure 3. 28 Etuve (MEMMERTI)

Après séchage, nous récupérons notre poudre et la mettons dans une boîte pour l'utiliser dans nos études.

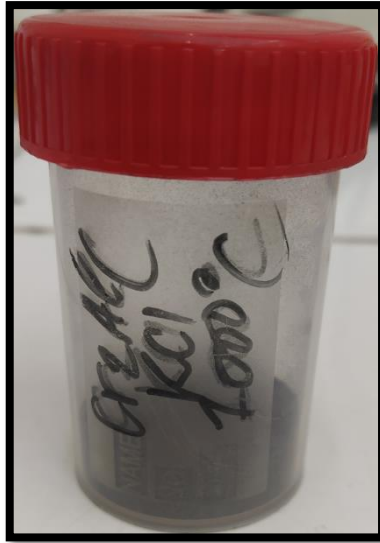


Figure 3. 29 Poudre de Cr_2AlC

3.4 Elaboration de notre composite Al-Cu/ Cr_2AlC :

Nous avons constaté que l'échantillon n° 1, qui a un rapport de 95% aluminium et 5% cuivre, est le meilleur pour y ajouter la phase Cr_2AlC max. Nous avons donc mélangé le pourcentage d'aluminium et de cuivre avec les pourcentages de la phase max Cr_2AlC comme indiqué dans le tableau suivant :

Tableau 3. 4 Pourcentage des de mélange d'Al-Cu avec Cr_2AlC

% Massique de Cr_2AlC	Masse d'Al-Cu (g)		Masse de Cr_2AlC (g)
1%	2.85	0.15	0.03
2%	2.85	0.15	0.06
5%	2.85	0.15	0.15

Nous faisons les mêmes étapes précédentes :

- Pesée de la poudre
- Homogénéisation : Mettez les poudres avec 3 boules à l'intérieur de la boîte et remuez pendant 24 heures
- Compactage a 5 tonnes pendant 30 secondes
- Opération de dégazage
- Frittage à 600 C° de température et 5 C°/min de vitesse de chauffe et 4h du temps de maintiens
- Récupération de notre creuset après avoir laissé refroidir dans le four
- Récupération de l'échantillon
- Polissage de l'échantillon

3.5 Les tests :

3.5.1 Le microscope optique :

La microscopie optique permet de visualiser des objets ou des détails invisibles pour nos yeux, dont la résolution est trop faible.

Nous avons utilisé un microscope optique Nikon Eclipse LV150N connecté à un ordinateur permettant d'enregistrer l'image microscopique observée.

Le processus s'est déroulé au laboratoire d'études et de recherche dans le domaine de la technologie industrielle (Université de Blida 1).

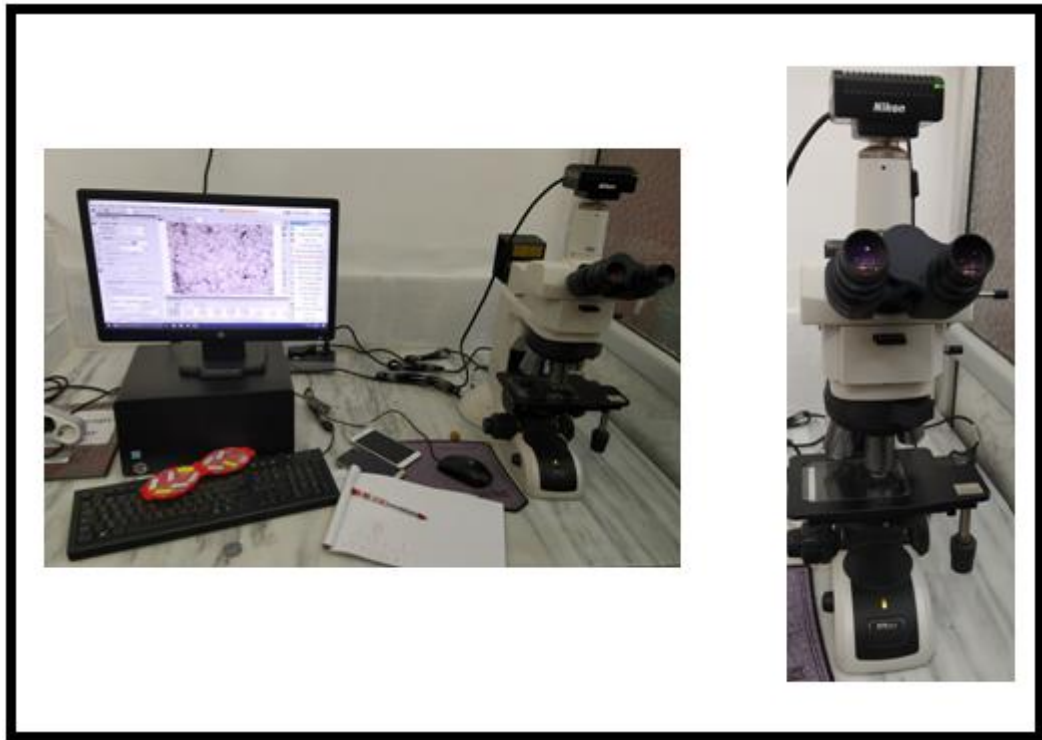


Figure 3. 30 Microscope optique de type Nikon Eclipse LV150N.

3.5.2 Test tribologique (linéaire) :

L'essai d'usure a été réalisé à l'aide d'un tribomètre linéaire au laboratoire d'Etudes et de Recherches en technologie industrielle (LERTI) (Université de Blida 1) à l'aide d'un tribomètre de type CSM, Suisse, Anton Paar TRB3 relié à un ordinateur afin de nous donner les résultats de le test de frottement.



Figure 3. 31 Tribomètre de type CSM, Suisse, Anton Paar TRB3.

Un échantillon subit un mouvement linéaire lorsqu'il est en contact avec une broche fixe avec une bille en acier 100Cr6 à l'intérieur et une charge de pression lui est appliquée. Un cylindre en acier est placé sur la broche et un moteur électrique linéaire est ensuite entraîné. La force normale et la force de frottement sont mesurées à l'aide de capteurs.

Les paramètres suivants ont été choisis :

- Vitesse : 13 cm/s
- Stroke : 6 mm
- Charge appliquée de 2 N
- Distance : 300 mm
- Time : 1h

3.5.3 Profilomètre :

Afin de calculer le volume d'usure des échantillons, des mesures supplémentaires doivent être effectuées à l'aide d'un profilomètre 2D (Figure 3.32). Cet instrument permet une analyse en deux dimensions grâce à un logiciel dédié à l'analyse.

Le taux d'usure dans le système de contact étudié concerne les surfaces d'usure de l'alliage Al-5%Cu et des échantillons de composite Al-5%Cu/Cr₂AlC. Ce taux d'usure est exprimé en fonction du volume de matière usée par rapport à la distance totale de glissement et à la charge appliquée sur le contact.

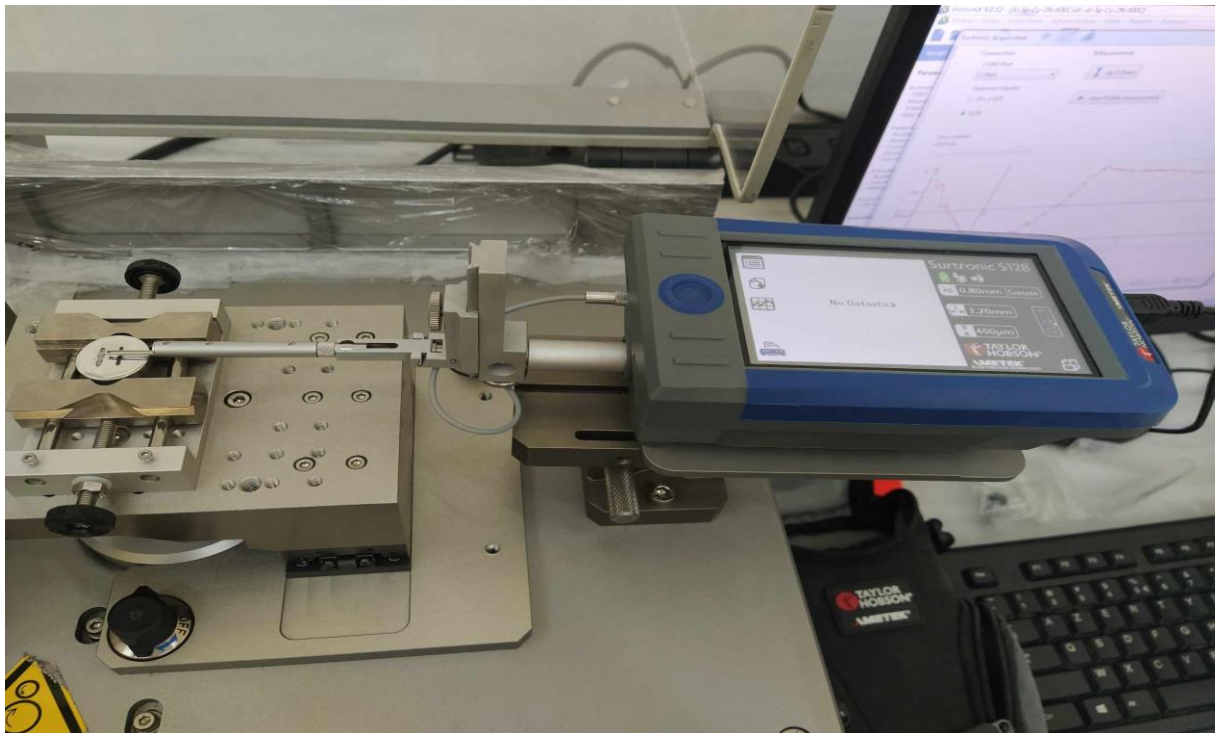


Figure 3. 32 Le Profilomètre en service.

Chapitre 04 : Résultat et interprétation

4.1 Introduction :

Dans ce chapitre, nous discuterons des résultats obtenus lors des différents tests utilisés dans l'étude, tels que l'observation microscopique, comportement tribologique et la détermination du mécanisme d'usure afin de fournir des interprétations pertinentes.

Vis-à-vis la microdureté, nous avons remarqué que la microdureté d'Al - 10%Cu a diminué par rapport à Al - 5%Cu. À partir de cette observation, nous avons supposé que le taux de porosité augmente avec l'augmentation des pourcentages de Cu dans l'alliage.

L'alliage Al - 20%Cu n'a pas survécu au processus de frittage, probablement en raison d'un taux élevé de porosité.

4.2 Etude micrographique de la microstructure :

Les figures (4.1, 4.2, 4.3) représentent les micrographies résultantes par un microscope optique des échantillons frittés à 600°C pendant 4 heures, à des grossissements différents allant X25 à X500.

Ces figures montrent la bonne dispersion de la phase MAX Cr_2AlC dans la matrice Al5Cu avec différents pourcentages de renfort de 1%, 2% et 5%. De plus, on remarque l'apparition des zones avec un contraste gris qu'on suppose que c'est la phase MAX Cr_2AlC car on remarque l'absence de cette phase grise dans l'échantillon témoin, la dispersion de cette phase augmente avec l'augmentation du pourcentage de Cr_2AlC ce qui est en concordance avec les expériences réalisées aussi on remarque quelques particules de la phase MAX Cr_2AlC sont agglomérées probablement due à l'humidité ou une mauvaise homogénéisation de la poudre avant le frittage, à noter la présence des contrastes noirs qui sont certainement des porosités à cause du type de frittage réalisé (frittage sans pression).

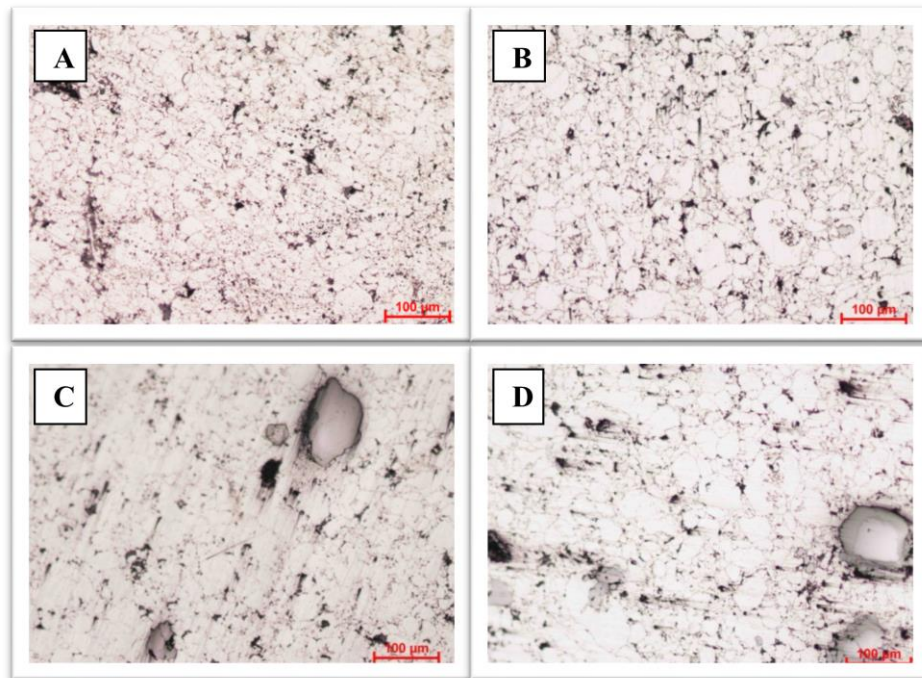


Figure 4. 1 La micrographie de A) Al5%Cu, B) Al5%Cu/1%Cr₂AlC, C) Al5%Cu/2%Cr₂AlC, D) Al5%Cu/Cr₂AlC. Grossissement X100

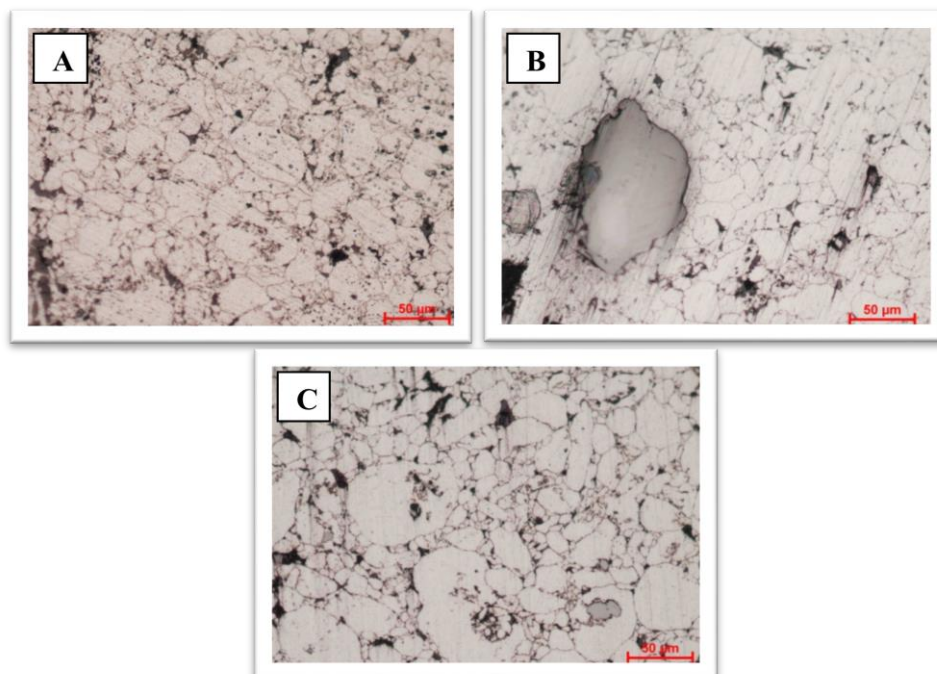


Figure 4. 2 La micrographie de A) Al5%Cu, B) Al5%Cu/1%Cr₂AlC, C) Al5%Cu/2%Cr₂AlC. Grossissement X 200

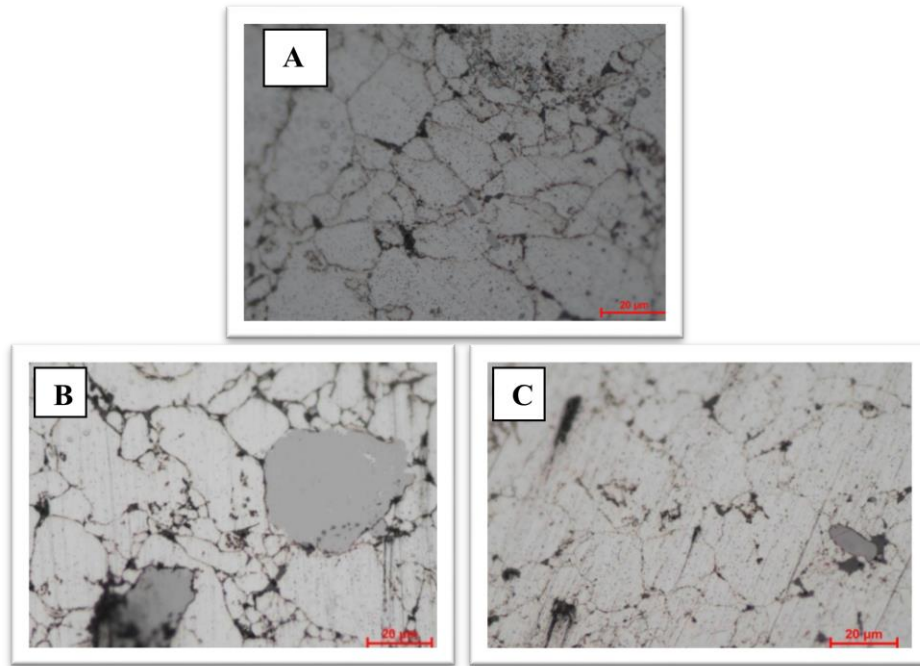


Figure 4. 3 La micrographie de A) Al5%Cu, B) Al5%Cu/1%Cr2AlC, C) Al5%Cu/2%Cr2AlC. Grossissement X 500

4.3 Les résultats tribologiques :

Le test bille sur disque à été réalisé pour voir le comportement tribologique de ce composite Al - 5%Cu/Cr2AlC et l'échantillon témoins Al-5%Cu

La figure 4.4 Représente les courbes de coefficient de friction μ par rapport à la distance parcourus en mètre pour chaque échantillon subis à une charge de 2 N, une distance de 300 mètre et une bille en acier 100Cr6 dans une température ambiante.

La courbe de coefficient de frottement en fonction de la distance parcourue montre que le COF de l'échantillon a% de Cr2AlC a présenté le COF le plus bas par rapport a l'échantillon de% de Cr2AlC ou Témoins qui ont présenté une valeur de COF de

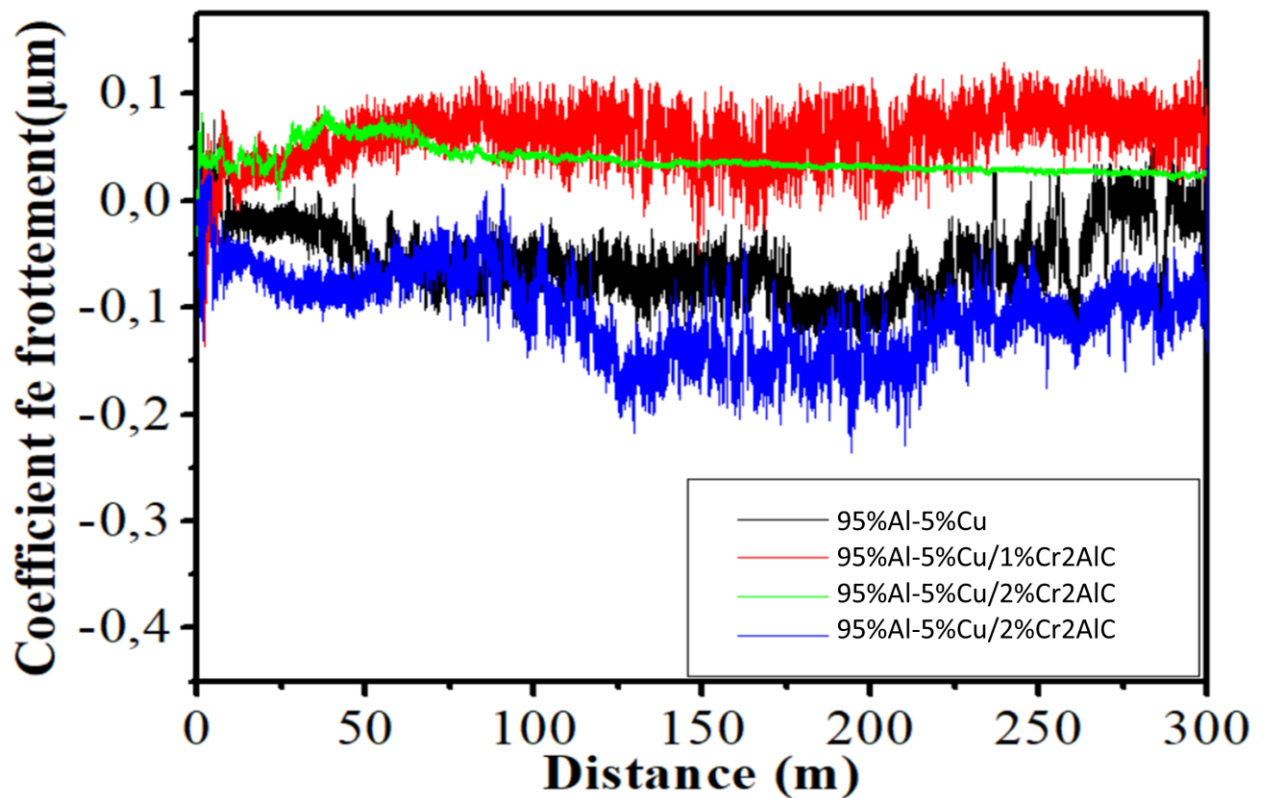


Figure 4. 4 La variation du coefficient de frottement par rapport à la distance parcourus du 95%Al-5%Cu, 95%Al-5%Cu/1%Cr₂AlC, 95%Al-5%Cu/2%Cr₂AlC, 95%Al-5%Cu/5%Cr₂AlC.

Nous pouvons voir que tous les échantillons ont terminé la condition d'arrêt de test limité à 300m, comme illustrés dans la figure (4.4).

Après l'ajout de la phase MAX Cr₂AlC, les échantillons avec 1% et 5% ont montré des propriétés tribologiques plus mauvaises. Cela pourrait être dû à plusieurs facteurs :

- 1% Cr₂AlC : L'ajout de 1% pourrait avoir été insuffisant pour fournir un renforcement significatif à la matrice de l'alliage.
- 5% Cr₂AlC : L'ajout de 5% pourrait avoir entraîné une concentration excessive du renfort dans la matrice de l'alliage.
- 2% Cr₂AlC : L'ajout de 2% a montré une amélioration remarquable, ce qui suggère que l'ajout de 2% pourrait être le pourcentage optimal de la phase MAX Cr₂AlC pour servir comme un lubrifiant solide.

4.4 Résultat profilomètre :

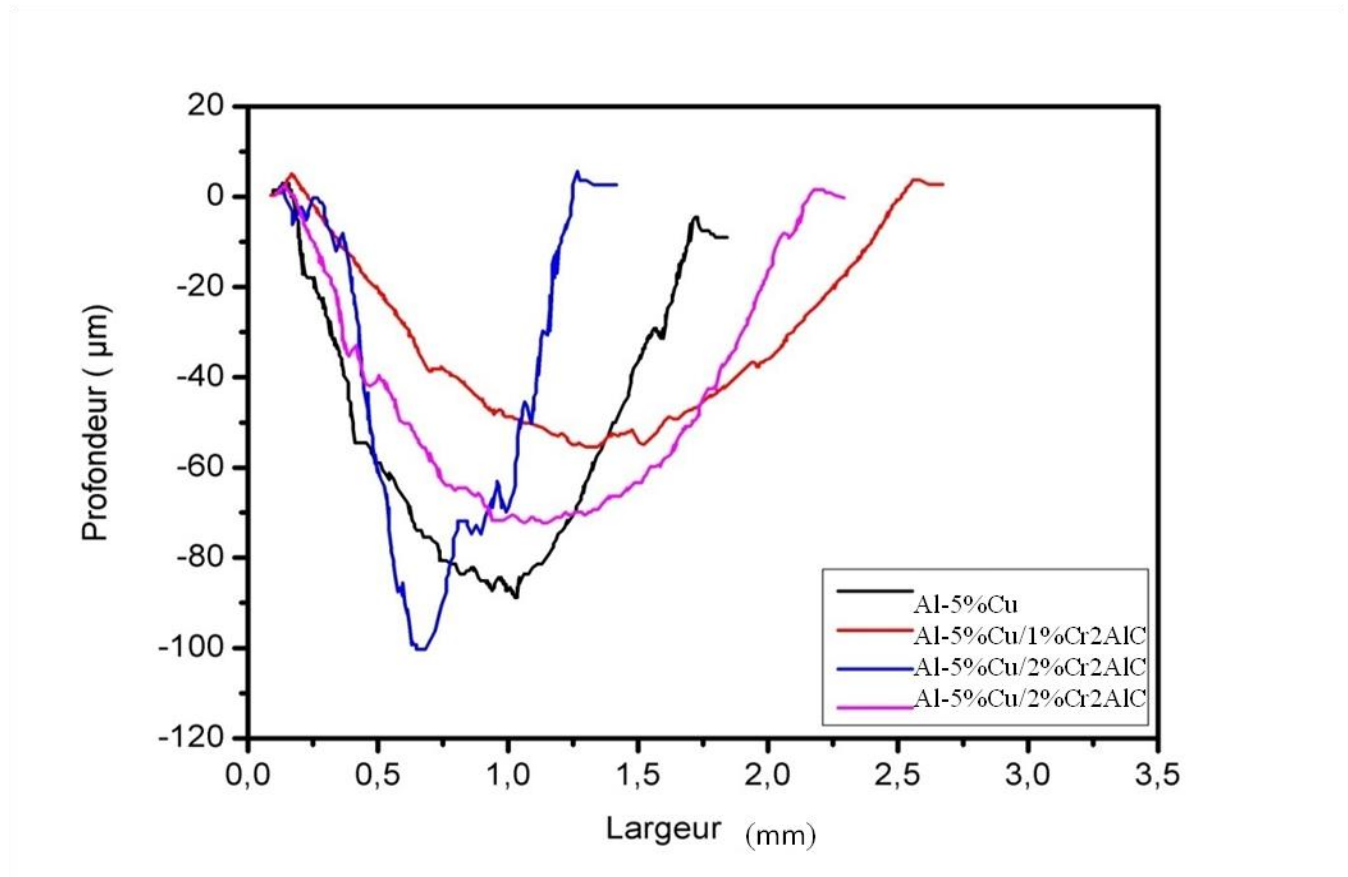


Figure 4. 5 Trace d'usure des surfaces usées de : Al-5%Cu et les composites Al-5% Cu/Cr₂AlC.

4.5 Calcule de taux d'usure :

Le taux d'usure est calculé avec la relation suivante :

$$Wr = \frac{S \times L}{F \times D}$$

S : Surface de la zone usée.

L : Longueur de la zone usée.

F : la charge appliquée.

D : la distance de parcourir.

Tableau 4. 1 Les taux d'usure

	Al-5%Cu	1%Cr ₂ AlC	2%Cr ₂ AlC	5%Cr ₂ AlC
Surface (mm²)	0.085324686	0.360757032	0.059563773	0.199028438
Longueur (mm)	6	6	6	6
Charge appliquée (N)	2	2	2	2
Distance (m)	300	300	300	300
Taux d'usure (mm³/N.m) ×10⁻³	0.85324686	3.60757	0.59563	1.99028

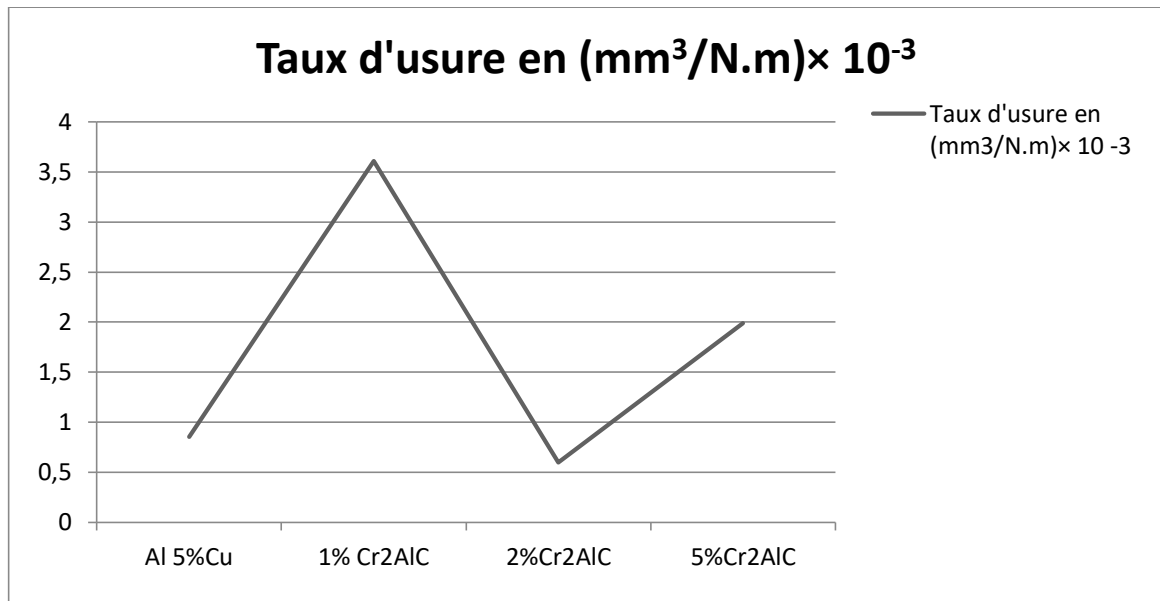


Figure 4. 6 La différence de taux d'usure des échantillons.

On remarque que le taux d'usure est aux maximums pour les échantillons de 1% et 5% de Cr₂AlC par contre l'échantillon d'Al-5%Cu a présenté des résultats de taux d'usure basse. Enfin l'échantillon à 2% de Cr₂AlC a présenté le meilleur résultat de taux d'usure à cause surement du caractère lubrifiant de la phase MAX ou on suppose que le taux de 2% est le taux optimale pour un meilleur taux d'usure.

4.6 L'expertise des traces d'usure :

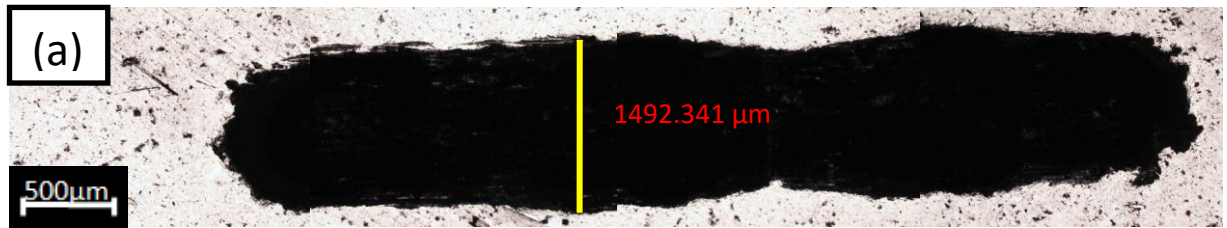


Figure 4. 7Micrographie de la trace d'usure du l'alliage Al 5%Cu.

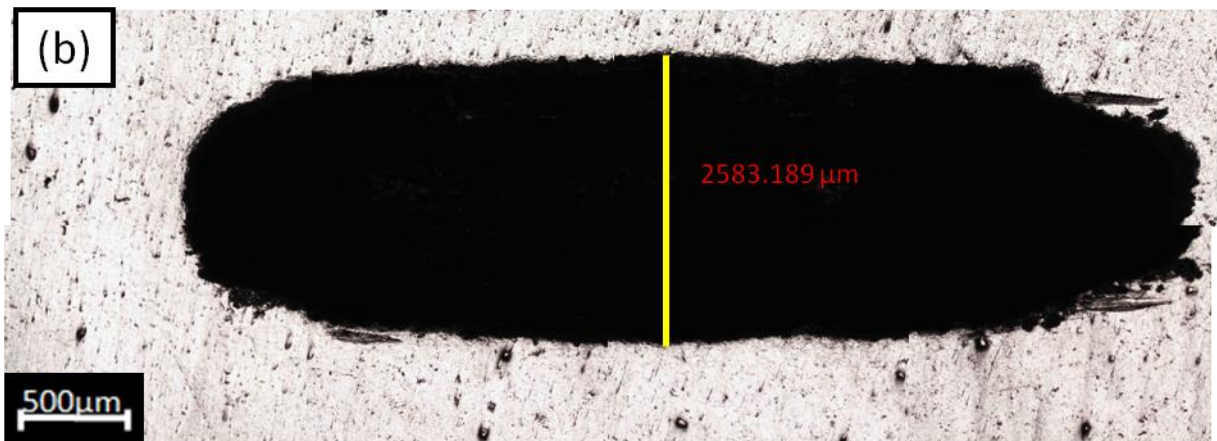


Figure 4. 8 Micrographie de la trace d'usure du composite 1% Cr₂AlC.

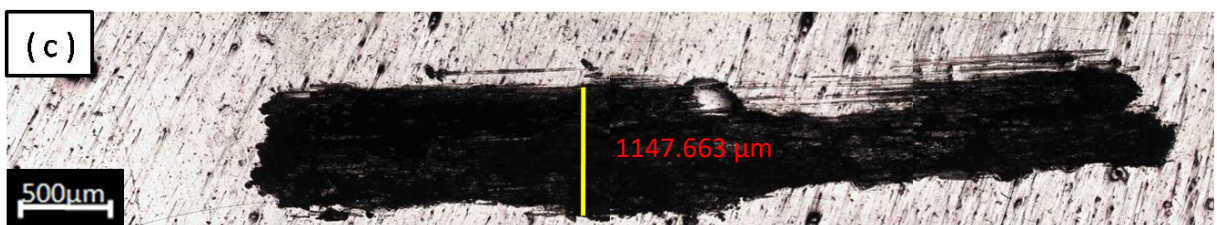


Figure 4. 9Micrographie de la trace d'usure du composite 2%Cr₂AlC.

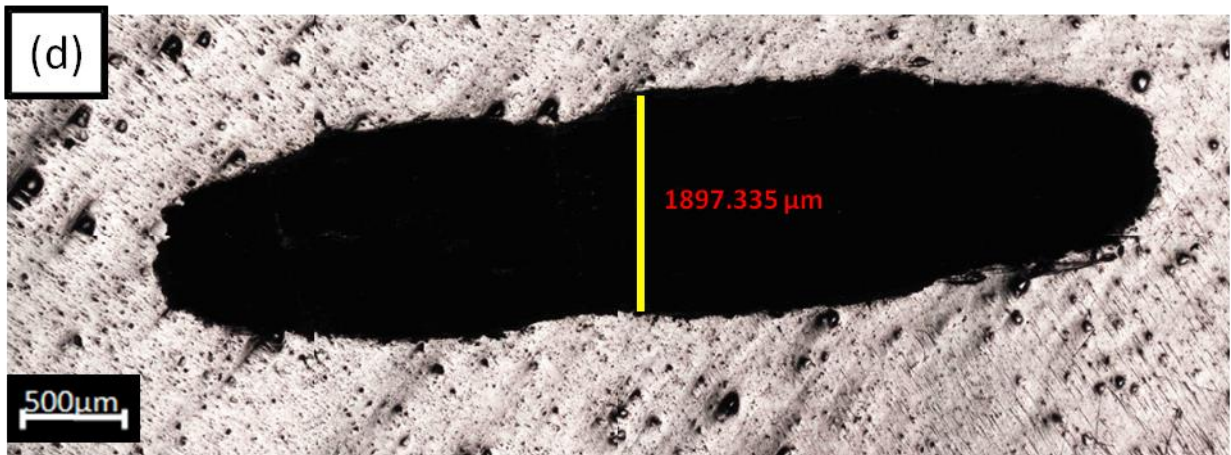


Figure 4. 10 Micrographie de la trace d'usure du composite 5%Cr₂AlC.

Les micrographies de la trace d'usure des quatre testes montre une trace d'usure d'une forme elliptique à cause de bill d'acier avec des largeurs différentes :

- L'échantillon de Al-5%Cu indique la présence d'une trace profonde et d'une largeur de piste d'usure d'une valeur de 1493μm ou nous pouvons observer une usure modérée en se réfère au résultat de taux d'usure.
- L'échantillons de 1% et 5% ont subit une usure sévère et cela est dû sûrement a l'arrachement des particules de Cr₂AlC qui ont joués le rôle d'une troisième corps, ce qui nous mène a dire que l'usure abrasive a trois corps est la plus probable.
- Enfin l'échantillon de 2% a présenté les meilleurs résultats en termes de largeur de trace d'usure qui été la plus petite valeur de 1147μm et un taux d'usure faible ou on a observé deux mécanismes d'usure adhésif ou on suppose le transfert de la matière de la bille vers la surface qui se présente par des tribofilms et un mécanisme abrasif.

Conclusion général :

En résumé, nos recherches ont démontré que l'ajout de Cr_2AlC en tant que renforcement à notre alliage Al-Cu a considérablement amélioré ses propriétés tribologiques. Les résultats étaient les suivants :

Les meilleurs résultats ont été obtenus avec l'ajout de 2 % de la masse de notre renforcement. L'utilisation de 1 % et 5 % a donné des propriétés moins bonnes, et nous avons expliqué ça de la manière suivante :

Lorsque nous avons utilisé 1 % du renforcement, cela n'a pas été suffisant pour avoir un impact sur les propriétés tribologiques.

Quand nous avons utilisé 5 %, cela a entraîné une saturation excessive de notre matrice, ce qui a conduit à de moins bonnes propriétés tribologiques.

L'ajout de 2% de la masse était la quantité optimale pour que notre renfort céramique fonctionne comme un lubrifiant solide .

Référence :

- [1] Runge, J.M. (2018). A Brief History of Aluminum and Its Alloys. In: The Metallurgy of Anodizing Aluminum.
- [2] M. Colombie et al : Matériaux industriels, Matériaux métalliques.
- [3] TOTTEN, George E. et MACKENZIE, D. Scott (ed.). *Handbook of aluminum: vol. 1: physical metallurgy and processes*. CRC press, 2003.
- [4] RADETZKI, Marian. Seven thousand years in the service of humanity—the history of copper, the red metal. *Resources Policy*, 2009, vol. 34, no 4, p. 176-184.
- [5] Li, Meimei & Zinkle, S.J..(2012). Physical and Mechanical Properties of Copper and Copper Alloys.
- [6] Peng, Zhou & Ogle, Kevin. (2017). The Corrosion of Copper and Copper Alloys.
- [7] Iyasara, Adindu & C, Azubuike & Oduagwu, Ferdinand & T, Tse & Odewale, Isiaka.(2015). THE ROLE OF SINTERING IN THE PRODUCTION OF CERAMIC MATERIALS.
- [8] Bordia, Rajendra & Kang, Suk-Joong & Olevsky, Eugene. (2017). Current understanding and future research directions at the onset of the next century of sintering science and technology. *Journal of the American Ceramic Society*.
- [9] German, R. M. "History of sintering: empirical phase." *Powder Metallurgy* 56.2 (2013): 117-123.
- [10] L. Olmos. Etude du frittage de poudres par microtomographie in situ et modélisation discrète. Génie des procédés. Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, 2009. Français.
- [11] Oghbaei, Morteza, and Omid Mirzaee. "Microwave versus conventional sintering: A review of fundamentals, advantages and applications." *Journal of alloys and compounds* 494.1-2 (2010): 175-189.
- [12] Kumar, D. Bubesh, et al. "Review of spark plasma sintering process." *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. Vol. 993. No. 1. IOP Publishing, 2020.

[13] Atkinson, H. V., and S. Davies. "Fundamental aspects of hot isostatic pressing: an overview." *Metallurgical and materials transactions A* 31 (2000): 2981-3000.

[14] Goulas, A., and R. J. Friel. "Laser sintering of ceramic materials for aeronautical and astronautical applications." *Laser Additive Manufacturing*. Woodhead Publishing, 2017. 373-398.

Chapitre 2

[15] Sokol, Maxim, et al. "On the chemical diversity of the MAX phases ." *Trends in Chemistry* 1.2 (2019): 210-223.

[16] Sun, Z. M. "Progress in research and development on MAX phases: a family of layered ternary compounds." *International Materials Reviews* 56.3 (2011): 143-166.

[17] Gonzalez-Julian, Jesus. "Processing of MAX phases: From synthesis to applications." *Journal of the American Ceramic Society* 104.2 (2021): 659-690.

[18] Barsoum, Michel & Radovic, Miladin. (2011). Mechanical Properties of the MAX Phases. *Annual Review of Materials Research*. 41. 195-227. 10.1146/annurev-matsci-062910-100448.

-