

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOGRAPHIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE

Université BLIDA 1
Faculté de technologie
Département de mécanique



Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme de Master en Génie mécanique

Option : Génie des matériaux

Thème

**Elaboration et caractérisation d'un composite à
matrice métallique AL/Fe₂AlB₂**

Proposé et encadré par :

Dr Nemri Yassine

Réalisé par :

BEDRANI Kamel

ACHROUF Mahdi

Année universitaire 2024/2025

Remerciement

*Nous remercions tout d'abord **ALLAH** de nous avoir prêté la santé et la volonté nécessaires pour mener à terme ce projet de fin d'études.*

*Nous tenons à adresser nos remerciements les plus sincères à **Dr NEMRI Yassine**, notre encadrant, pour la confiance qu'il nous a accordée en nous proposant ce sujet si captivant.*

Merci de nous avoir guidés avec bienveillance tout au long de ce parcours, de nous avoir transmis une part précieuse de votre savoir, et surtout, de nous avoir accompagnés avec une grande disponibilité et une patience remarquable.

Votre soutien, vos conseils, et la liberté que vous nous avez laissée dans la conduite de ce travail ont été pour nous une véritable source de motivation et d'apprentissage.

*Nous souhaitons également adresser un remerciement tout particulier à **Dr HADDAD Adel**, pour son aide précieuse, sa générosité, et sa présence bienveillante tout au long de ces années.*

Vous n'avez jamais hésité à tendre la main, à écouter, à conseiller, et à soutenir chaque étudiant avec une bonté rare et un cœur immense.

Personnellement, nous vous sommes profondément reconnaissants pour tout ce que vous nous avez apporté, bien au-delà du cadre académique. Votre humanité, votre disponibilité et votre sincère dévouement ont marqué notre parcours et celui de tant d'autres.

*Merci du fond du cœur, **Monsieur HADDAD**, d'avoir été là, simplement et pleinement.*

*Nous adressons également nos remerciements particuliers à **Dr BENAMOR Abdessabour**, **Dr CHIKER Nabil** et **Dr HADJI Youcef**, pour nous avoir guidés, encouragés et nourris de leur grande compétence durant notre séjour au sein du laboratoire **LERTI**. Merci pour les discussions scientifiques enrichissantes que nous avons eues ensemble.*

*Nous remercions **Dr RAMDOUM Sarah** pour sa gentillesse, sa bienveillance et sa disponibilité constante envers tous les étudiants.*

Votre sourire, votre écoute, et votre volonté d'aider font de vous une enseignante précieuse et inspirante. Merci du fond du cœur pour votre soutien et votre présence tout au long de ce parcours.

*Enfin, nous remercions **les membres du jury** ainsi que toutes les personnes ayant participé de près ou de loin à la réalisation de ce projet.*

Merci infiniment.

Dédicace

*À l'âme de **mon grand-père**, mon tout premier repère, celui qui me répétait avec amour : «**Athala f 9raytek** », tu n'es plus là, mais ta voix, ton regard fier et ta sagesse m'accompagnent à chaque étape. Cette réussite, je te la dédie, le cœur rempli de gratitude et d'émotion.*

*À **mes parents**, a vous qui avez cru en moi même lorsque je doutais, a vous qui avez porté mes rêves plus haut que les vôtres, a vous dont les sacrifices silencieux et l'amour infini m'ont donné la force d'aller jusqu'au bout. Merci pour tout, rien n'aurait été possible sans vous.*

*À **mes deux frères et à ma sœur**, merci pour votre soutien discret mais précieux, votre tendresse et votre présence réconfortante dans chaque étape de ma vie. Vous êtes encore jeunes, mais je crois en vous de tout cœur. J'espère vous voir, un jour, accomplir votre propre parcours avec fierté, et ce jour-là, je serai le plus fier de vous.*

*À toute **ma grande famille**, pour votre chaleur, vos prières, vos encouragements, et cette affection qui m'a toujours entouré.*

*À **mes amis**, pour les rires qui allègent les jours difficiles, les paroles qui redonnent espoir, et cette complicité qui rend tout plus léger.*

*Et tout particulièrement à **Monsieur HADDAD Adel**, un enseignant pas comme les autres, un guide, un soutien, une présence précieuse. Sans vous, ce travail n'aurait tout simplement pas vu le jour. Merci pour votre dévouement, votre générosité, et votre profond engagement envers vos étudiants. Vous avez marqué mon parcours à jamais.*

À tous ceux qui ont cru en moi, de près ou de loin, ce mémoire est aussi un peu le vôtre.

BEDRANI KAMEL

Dédicace

À ma chère mère, que Dieu la protège, pour son amour infini, ses sacrifices et surtout ses prières, qui m'ont accompagné à chaque étape de ce parcours.

À mon père, pour sa patience, son soutien moral et sa confiance en moi.

À mon frère et à mes deux sœurs, pour leur présence, leur encouragement et leur affection.

*À ma petite nièce **Dina**, source de joie et d'innocence, qui apporte lumière et sourire dans notre maison.*

*À mes amis du groupe "**Jamaa3**", avec qui j'ai partagé des moments inoubliables et des rires.*

À mes collègues, pour l'entraide, le respect et les échanges enrichissants tout au long de notre formation.

*À **monsieur A. Haddad**, mon enseignant, pour ses conseils précieux, sa disponibilité et sa bienveillance.*

À tous ceux qui, de près ou de loin, ont contribué à l'aboutissement de ce mémoire.

ACHROUF Mahdi

Résumé

Les matériaux composites à matrice métallique connaissent un essor considérable dans les applications industrielles, en particulier dans le secteur de l'aéronautique, grâce à leurs excellentes propriétés mécaniques. Dans le but d'améliorer la résistance à l'usure et d'optimiser certaines caractéristiques mécaniques, la phase céramique Fe_2AlB_2 , appartenant à la famille des phases MAB, a été utilisée comme renfort dans une matrice en aluminium.

Le présent travail porte sur l'élaboration de composites $\text{Al}/\text{Fe}_2\text{AlB}_2$ par frittage, en faisant varier le pourcentage massique du renfort céramique. Les matériaux obtenus ont été caractérisés à travers des essais de microdureté, des tests tribologiques et une analyse microstructurale afin d'évaluer l'influence du renfort sur les performances du composite.

Abstract

Metal matrix composites have gained significant interest in industrial applications, particularly in the aerospace sector, due to their excellent mechanical properties. In order to enhance wear resistance and optimize certain mechanical characteristics, the ceramic phase Fe_2AlB_2 —belonging to the MAB phase family—was used as a reinforcement in an aluminum matrix.

This work focuses on the development of $\text{Al}/\text{Fe}_2\text{AlB}_2$ composites via the sintering process, with varying mass percentages of the ceramic reinforcement. The resulting materials were characterized through hardness tests, tribological analysis, and microstructural observations to assess the influence of the reinforcement on the composite's performance.

ملخص

تشهد المواد المركبة ذات المصفوفة المعدنية اهتمامًا متزايدًا في التطبيقات الصناعية، خصوصًا في مجال الطيران، وذلك بفضل خصائصها الميكانيكية المتميزة. بهدف تحسين مقاومة التآكل وتعزيز بعض الخصائص الميكانيكية، تم استخدام كمادة تدعيم ضمن مصفوفة من الألمنيوم MAB، الذي ينتمي إلى عائلة أطوار Fe_2AlB_2 الطور الخزفي مع تغيير النسب الكتلية لمادة التدعيم. (fritage) باستعمال تقنية التلييد $\text{Al}/\text{Fe}_2\text{AlB}_2$ يتناول هذا العمل تحضير مركبات وقد خضعت العينات المنتجة لاختبارات الصلادة (الصلابة)، والاختبارات التريبولوجية، إضافة إلى دراسة مجهرية للبنية المجهرية، من أجل تقييم تأثير التدعيم على خصائص الأداء للمركب

SOMMAIRE

INTRODUCTION.....	1
--------------------------	----------

Chapitre I : L'aluminium et ses composites

1. Aluminium	2
---------------------------	----------

1.1. Historique	2
1.2. Introduction	2
1.3. Propriétés physico-chimiques de l'aluminium	3
1.4. Les alliages d'aluminium	3
1.4.1. Les alliages de moulage	4
1.4.2. Les alliages de corroyage	4
1.4.3. Les alliages à durcissement structural	4
1.4.4. Les alliages à durcissement par écrouissage	6
1.5. Mécanismes appliqués	6

2. Les différents composites à matrice d'aluminium

2.1. Types de renforts courants.....	7
2.2. Procédés de fabrication	7
2.3. Microstructures	8
2.4. Applications	8

3. Les matériaux composites

3.1. Introduction	9
3.2. Définition	9
3.3. Familles de composites	10
3.3.1. Matériaux composites de grande diffusion	10
3.3.2. Matériaux composites de hautes performances	10
3.4. Classification des matériaux composites	10
3.5. Composants	11
3.6. La matrice	11
3.7. Les matrices organiques	12
3.7.1.1. Les matrices thermodurcissables	12
3.7.1.2. Les matrices thermoplastiques	12
3.7.2. Les matrices minérales	13
3.7.2.1. Les matrices métalliques	13
3.7.2.2. Les matrices céramiques	13
3.8. Les renforts	14
3.8.1. Renfort en fibres discontinues	14
3.8.2. Renfort continu.....	15

3.9. Avantages et inconvénients des composites	15
3.9.1. Avantages des composites a matrice d'aluminium	15
3.9.2. Inconvénients des matériaux composites	16
3.10. Matériaux composites structuraux	17
4. Matériaux composites à matrice métallique.....	18
4.1. Renforts	19
4.2. Interface matrice-renfort.....	19
4.3. Microstructure	20
4.4. Procédés de fabrication.....	20
4.5. Applications des composites à matrice métallique.....	20

Chapitre II : Les phases MAB

1. Introduction	22
2. Historique des phases MAB	22
2.1. Structures cristallines des phases MAB	23
2.2. Structure de type 212	23
2.3. Structure de type 222	24
2.4. Structure de type 314	24
2.5. Structure de type 414	24
2.6. Structure de type 416	25
3. Microstructure des phases MAB	26
4. Mécanique des phases MAB	27
4.1. Dureté	27
4.2. Propriétés élastiques des phases MAB	29
4.3. Résistance aux chocs thermiques des phases MAB	30
5. Le frittage	31
5.1. Historique de frittage	31
5.2. Définition de frittage	32
5.3. Les mécanismes de frittage.....	32
5.4. Nature de frittage	34
5.4.1. Frittage en phase solide	34
5.4.2. Frittage en phase solide non réactif	34
5.4.3. Frittage en phase solide réactif.....	34
5.4.4. Frittage en phase liquide	35
5.4.5. Frittage en phase liquide non réactif	36
5.4.6. Frittage en phase liquide réactif	36

6. Les procédés de frittage	38
6.1. Frittage sous charge	38
6.2. Le frittage sous haute pression (Hot Pressing, HP)	38
6.3. La compression isostatique à chaud (Hot Isostatique Pressing HIP)	39
6.4. Le frittage flash (SPS) (Spark Plasma Sintering)	39
6.5. Les avantages, défis et applications de frittage sous charge.....	41
6.6. Frittage sous charge électromagnétique (micro-Onde)	41
6.7. Frittage naturel ‘frittage sans pression)	42
6.8. La méthode de Sel fondu (Molten Salt)	42
6.9. Le rôle du sel utilisé	43
6.10. Les avantages de la méthode de sels fondus	44
7. Conclusion	44

Chapitre III : Partie expérimentale

1. Introduction.....	45
2. Préparation des poudres	45
3. Pesée	46
3.1. Compactage à froid	46
3.2. Elaboration de notre composite Al/Fe ₂ AlB ₂	47
3.3. Choix des poudres et pesées	48
3.4. Homogénéisation	49
3.5. Compactage de poudres.....	49
3.6. Calcule la densité et le taux de porosité avant frittage	49
4. Frittage	50
5. Calcule la densité et le taux de porosité après frittage	51
5.1. Récupération des échantillons et polissage	52
6. Observation microscopique	53
7. Micro dureté	54
8. Tribologie	56

Interprétation et discussion des résultats

1. Calcul du taux de porosité.....	57
2. Observation microscopique.....	59
3. Micro dureté	60
4. Comportement tribologique.....	62

Références Bibliographiques	77
--	-----------

LISTE DES FIGURES

<i>N°Figure</i>	<i>Titre</i>	<i>Page</i>
Figure I.1	Schéma illustratif d'un matériau composite	10
Figure I.2	Schéma illustratif d'un matériau composite	11
Figures I.3	Classification des matrices	12
Figure I.4	Les différents types de renfort de base .	14
Figure I.5	Différentes formes de renforts continus	15
Figure I.6	Structure d'un composite tissé	17
Figure I.7	Exemples de multi-matériaux stratifiés	18
Figure I.8	Composite monocouches	18
Figure I.9	Les différents types de fibre	19
Figure II.1	Position des éléments chimiques des phases MAB dans le tableau périodique	22
Figure II.2	Structure cristalline des phases MAB	23
Figure II.3	Différentes structures cristallines de composés métal-aluminium-bore (M-Al-B)	25
Figure II.4	Imagerie MEB d'un grain du Cr ₂ AlB ₂ , Microstructure d'un faciès de rupture du Mn ₂ AlB ₂	26
Figure II.5	Microstructure attaquée du MoAlB et micrographie par électrons rétrodiffusés BSE de la surface polis du MoAlB	26
Figure II.6	Dépendance de la charge d'indentation appliquée avec la dureté Vickers des phases MAB	28
Figure II.7	La dépendance du module de (a) Young E et (b) module de cisaillement (G) avec la température [34].	29
Figure II.8	<i>Comparaison de la résistance aux chocs thermiques de quelques phases MAX et MAB avec l'Al₂O₃ [36]</i>	30
Figure II.9	Histoire du frittage	31
Figure II.10	<i>Les mécanismes de frittage</i>	33
Figure II.11	Schéma pour les natures de frittage	37
Figure II.12	Schéma pour le pressage à chaud	39
Figure II.13	Schéma du frittage flash (SPS)	40
Figure II.14	Creuset en Porcelaine	43
Figure III.1	Aluminium pure	45

Figure III.2	Balance de précision type ADAM	46
Figure III.3	Dispositif de compactage	47
Figure III.4	Presse hydraulique de type Specac.	47
Figure III.5	Pastille d'Aluminium.	47
Figure III.6	le Fe ₂ AlB ₂ en poudre	49
Figure III.7	Creuset en porcelaine	51
Figure III.8	Creuset au four électrique	51
Figure III.9	La température de frittage	51
Figure III.10	Machine polisseuse de la marque (PRESI) Mechatech 250	52
Figure III.11	Solution diamantine (menzerna m5)	53
Figure III.12	Microscope " Nikon Eclipse LV150N "	54
Figure III.13	Micro d'uromètre de type Vickers (INOVATEST FALCON 400)	55
Figure III.14	Tribomètre	56
Figure IV.1	Histogramme de taux de porosité	57
Figure IV.2	Micrographie optique X100	59
Figure IV.3	Les résultats de microdureté appliquée sur différentes zones	61
Figure IV.4	Histogramme représente le hvmoy	61
Figure IV.5	Micrographie de microscope optique de trace de bille	62
Figure IV.6	Les graphiques du coefficient de friction μ en relation avec la distance (en mètres).	67
Figure IV.7	Coefficient de frottement 1N et 3N	68
Figure IV.8	AL PURE	69
Figure IV.9	5% Fe ₂ Alb ₂	69
Figure IV.10	10% Fe ₂ Alb ₂	69
Figure IV.11	15% Fe ₂ Alb ₂	70

LISTE DES TABLEAUX

<i>N°</i>	<i>Titre</i>	<i>Page</i>
Tableau I.1	Les propriétés physico-chimiques de l'aluminium	3
Tableau I.2	Désignation des séries principaux des alliages d'aluminium	5
Tableau I.3	Propriétés de différents types de renforts pour les composites à matrice d'aluminium	7
Tableau I.4	Comparaison des principaux procédés de fabrication des composites à matrice d'aluminium	8
Tableau I.5	Principales différences entre les matrices TP et TD	13
Tableau II.1	Les valeurs de duretés Vickers (Hv) reporté dans la littérature	27
Tableau II.2	Comparaison des deux procédés	35
Tableau II.3	Comparaison des deux procédés	37
Tableau II.4	Les avantages, défis et applications de frittage sous charge	41
Tableau III.1	Les caractéristiques des différentes poudres	48
Tableau III.2	Les différentes compositions des composites élaborés	48
Tableau III.3	Les différentes masses et différentes valeurs de pexp ; P (%), Pf (%)	50
Tableau III.4	Les différentes masses et différentes valeurs de pexp ; P (%), pth	52
Tableau IV.1	Taux de porosité	57
Tableau IV.2	Les résultats de microdureté appliquée sur différentes zones	60

INTRODUCTION

INTRODUCTION GENERALE :

Les recherches scientifiques les plus récentes se concentrent sur l'amélioration globale des propriétés mécaniques des alliages, en particulier leur comportement tribologique. Ce dernier ne peut être optimisé que par des traitements de surface, tels que les traitements thermochimiques, ou par la mise en œuvre de composites à matrice métallique.

Les phases MAB sont des borures ternaires qui présentent une combinaison remarquable de propriétés. Elles se caractérisent notamment par un module de Young élevé, une bonne conductivité thermique et électrique comparable à celle des métaux, ainsi qu'une excellente résistance aux chocs thermiques, à l'oxydation et à la présence de défauts structuraux.

Parmi les matériaux les plus utilisés, les céramiques et les métaux occupent une place prépondérante. Ces dernières années, les céramiques ternaires ont suscité un intérêt croissant au sein de la communauté scientifique, en raison de leur excellente résistance à l'usure et à l'oxydation.

Renfort utilisé dans ce mémoire est la nouvelle phase MAB élaboré avec la méthode des sels fondu par l'équipe de **Dr HADJI youcef** récemment découverte, qui a la formule chimique Fe_2AlB_2 , cette phase est une céramique ternaire et nano lamellaire qui combinent certaines propriétés mécaniques des métaux et des céramiques.

Ce document est structuré en **quatre chapitres**, chacun abordant un aspect essentiel du travail réalisé :

Le **premier chapitre** est consacré à l'aluminium. Il présente ses propriétés fondamentales, les différents types d'alliages existants, ainsi qu'une introduction aux matériaux composites à matrice aluminium.

Le **deuxième chapitre** est dédié à la synthèse des phases MAB. Il aborde l'historique de ces phases, leurs structures cristallines et microstructures, ainsi que certaines de leurs propriétés caractéristiques. Ce chapitre traite également du frittage et de la méthode d'élaboration des phases MAB à partir de sels fondus.

Le **troisième chapitre** est consacré à la partie expérimentale. Il débute par l'optimisation de la température de frittage, suivie par l'élaboration de la phase MAB Fe_2AlB_2 , pour aboutir enfin à la synthèse du composite $\text{Al}/\text{Fe}_2\text{AlB}_2$.

Le **quatrième chapitre** est dédié aux essais expérimentaux et à l'interprétation des résultats obtenus. Il présente les différents tests réalisés, ainsi qu'une analyse approfondie des données recueillies. Et clôturé par une **conclusion générale** et des perspectives d'évolutions.

Chapitre I : L'aluminium et ses composites

CHAPITRE I

1. Aluminium

1.1. Historique :

La première apparition de l'aluminium date de 1854 lors d'une présentation à l'Académie des Sciences par le chimiste français Sainte-Claire Deville, sous la forme d'un lingot obtenu par voie chimique. En 1886, le procédé d'électrolyse de l'aluminium est inventé par Paul Héroult (France) et Charles Martin Hall (USA). Depuis, l'aluminium a connu un développement très important grâce à son utilisation dans les industries liées au transport : aviation, automobile, marine. Il est également employé dans l'emballage, le bâtiment, l'électricité, la mécanique, etc.[1]

1.2. Introduction :

L'aluminium est un métal très répandu sur Terre, constituant le troisième élément en abondance après l'oxygène et le silicium. Les bauxites, roches riches en aluminium, sont le minerai principal utilisé pour produire de l'alumine, une matière intermédiaire nécessaire à la fabrication de l'aluminium. La bauxite contient de 40 à 60 % d'oxyde d'aluminium hydraté, mélangé à de la silice et de l'oxyde de fer. L'aluminium est produit par électrolyse de l'alumine dans de la cryolithe (Na_3AlF_6) fondue, à environ 1000, dans une cuve avec un garnissage intérieur en carbone. L'aluminium se dépose au fond de la cuve avec une pureté de 99,7 % (les principales impuretés étant le fer et le silicium). Plusieurs procédés de raffinage permettent d'obtenir une pureté plus élevée. Pour produire une tonne d'aluminium, il faut environ deux tonnes d'alumine et quatre tonnes de bauxite. En tonnage, la production d'aluminium représente environ 2 % de celle des aciers. Cependant, ce métal et ses alliages occupent la deuxième place parmi les matériaux métalliques utilisés, grâce à un ensemble de propriétés remarquables. Les alliages d'aluminium se divisent en deux catégories : — Les alliages non trempant : les niveaux de résistance sont obtenus par écrouissage et adoucissement par recuit ou restauration (séries 1000, 3000, 5000). — Les alliages trempant (à durcissement structural) : les niveaux de résistance sont atteints via les paramètres de la trempe structurale (séries 2000, 6000, 7000). [2]

1.3. Propriétés physico-chimiques de l'aluminium :

Le tableau ci-dessous résume toutes les propriétés physico-chimiques de l'aluminium [2].

Tableau I.1 : les propriétés physico-chimiques de l'aluminium

Propriété	Valeur	Unité	Conditions / Remarques
Numéro atomique	13	—	—
Masse volumique	2698	kg/m ³	Pureté de 99,65 % à 99,99 %
Température de fusion	660,45	°C	Sous 10 ⁵ Pa
Température d'ébullition	2467	°C	Sous 10 ⁵ Pa
Capacité thermique massique (Cp)	897	J/kg·K	À 25°C
Conductivité thermique	237	W/m·K	À 27°C
Coefficient de dilatation linéique	23,1	×10 ⁻⁶ /K	À 25°C
Résistivité électrique	26,548	×10 ⁻⁹ Ω·m	À 25°C
Module de Young (E)	69	GPa	—
Coefficient de Poisson (ν)	0,33	—	—

1.4. Les alliages d'aluminium :

Peut-être allié à d'autres éléments afin d'améliorer ses propriétés mécaniques, sa résistance à la corrosion ou encore son aptitude à la mise en forme. On distingue huit grandes familles d'alliages, chacune ayant des compositions et des caractéristiques spécifiques. À l'intérieur d'une même famille, les propriétés sont proches, ce qui permet des substitutions dans une même gamme d'applications. En revanche, le passage d'une famille à une autre est rarement possible sans impacter les performances ou la compatibilité avec l'usage visé.

L'évolution technologique permet désormais d'adapter certains alliages à des besoins précis grâce à l'ajout ciblé d'éléments d'alliage. Toutefois, la pureté reste un paramètre essentiel : une teneur excessive en impuretés peut altérer les propriétés finales. Le traitement thermique constitue également un levier majeur de modulation des performances mécaniques [3].

On distingue deux grandes catégories d'alliages :

1.4.1. Les alliages de moulage :

Ces alliages sont élaborés pour être mis en forme par fonderie. Ils se répartissent en deux sous-groupes :

- **Alliages de première fusion** : produits à partir d'aluminium primaire.
- **Alliages de seconde fusion** : issus de la refusion de déchets d'aluminium [3].

1.4.2. Les alliages de corroyage :

Conçus pour être transformés par des procédés de mise en forme plastique (laminage, extrusion, forge), ces alliages se divisent à leur tour en deux types selon leur mécanisme de durcissement :

- **Les alliages à durcissement structural** : leurs propriétés mécaniques sont améliorées via des traitements thermiques spécifiques (solution, trempe, vieillissement).
- **Les alliages à durcissement par écrouissage** : la résistance est accrue par déformation plastique à froid sans traitement thermique.[3]

1.4.3. Alliages à durcissement structural

Les alliages d'aluminium à durcissement structural atteignent leurs caractéristiques mécaniques optimales par traitement thermique en trois étapes successives :

- **Mise en solution** : les éléments d'alliage précipitables sont dissous dans la matrice d'aluminium.
- **Trempe** : un refroidissement rapide fige la solution solide dans un état métastable, empêchant toute diffusion.
- **Vieillissement** : à température modérée, des phases intermédiaires précipitent, améliorant la résistance mécanique.

Les principales familles concernées par ce traitement sont les séries **2xxx**, **4xxx**, **6xxx** et **7xxx**, chacune optimisée pour des usages spécifiques.[3]

Série 2xxx (Al-Cu et Al-Cu-Mg) :

Durcissement par précipitation de CuAl_2 et CuMgAl_2 .

Excellentes propriétés mécaniques, mais une diminution de la résistance autour des zones soudées.

L'ajout de Fe et Ni permet la formation d' AlFeNi , stable jusqu'à 230 °C, idéal pour les turbines ou structures aéronautiques supersoniques.

Faible résistance à la corrosion après traitement thermique complet.

Série 6xxx (Al-Mg-Si) :

Proportion Mg/Si idéale : 1,73 (massique) pour équilibre entre résistance et corrosion.

L'excès de silicium améliore la résistance, mais altère la corrosion.

L'ajout de Mn et Cr renforce la ténacité et affine le grain.

Bonne soudabilité, grande formabilité à chaud, et excellente tenue à la corrosion.

Série 7xxx (Al-Zn) :

Meilleures performances mécaniques après traitement thermique.

L'ajout de Cu (<2%) renforce la structure, mais réduit la trempabilité et la ténacité.

Cr (<0,3%) améliore la résistance à la corrosion sous contrainte.[4]

Bonne mise en solution sur une large plage de température, mais faible résistance à chaud.

Tableau I.2 : désignation de séries principales des alliages d'aluminium

Série Désignations	Élément d'alliage principal	Exemple
Série 1000 1XXX	99% d'aluminium au minimum	1050, 1080, 1200
Série 2000 2XXX	Cuivre (Cu)	2007, 2017, 2030.2024
Série 3000 3XXX	Manganèse (Mn)	3003, 3005, 3105
Série 4000 4XXX	Silicium (Si)	4047, 4015, 4925
Série 5000 5XXX	Magnésium (Mg)	5083, 5086, 5754
Série 6000 6XXX	Magnésium (Mg) et Silicium (Si)	6060, 6061, 6086
Série 7000 7XXX	Zinc (Zn)	7075, 7049, 7020
Série 8000 8XXX	Lithium (Li) et autre	8011, 8019

1.4.4 Alliages à durcissement par écrouissage

Les séries **1xxx**, **3xxx** et **5xxx** durcissent par des mécanismes de déformation à froid, sans traitement thermique.[4]

1.5. Mécanismes appliqués :

- **Par écrouissage** : la déformation plastique modifie la structure du métal, augmentant sa résistance. Un recuit permet de restaurer les propriétés initiales si nécessaire.
- **Par additions en solution** : les atomes ajoutés en substitution ou insertion perturbent le réseau cristallin, limitant le glissement des dislocations.
- **Par précipitation de phases dispersées** : au-delà de leur solubilité, les éléments d'alliage forment une seconde phase finement dispersée qui renforce la matrice.[4]

Série 1000 (Al ≥ 99 %) :

Résistance mécanique faible à l'état recuit, mais améliorable par écrouissage.

Très bonne conductivité thermique et électrique.

Grande stabilité aux basses températures, excellente tenue en environnements marins.

Série 3000 (Al-Mn) :

Très facile à mettre en forme.

Bonne résistance à la corrosion.

Soudabilité aisée.

Meilleur compromis que la série 1000 pour des propriétés mécaniques renforcées.

Série 5000 (Al-Mg) :

Risque de précipitation de Mg_2Al_3 aux joints de grains en cas de vieillissement prolongé, réduisant la résistance à la corrosion.

Excellent comportement en mise en forme à chaud et à froid.

Très bonne soudabilité et résistance à la corrosion, renforçable par anodisation.

Finitions de surface de haute qualité après polissage.[4]

2. Les différents composites à matrice d'aluminium :

2.1. Types de renforts courants :

Les composites à matrice d'aluminium (CMA) utilisent divers types de renforts pour améliorer leurs propriétés mécaniques et physiques. Le carbure de silicium (SiC) est l'un des renforts les plus courants, car il améliore considérablement la dureté, la conductivité thermique et la résistance à l'usure. L'oxyde d'aluminium (Al_2O_3), quant à lui, renforce la rigidité, améliore la conductivité thermique et prolonge la durée de vie en fatigue des composants. Les fibres de carbone sont également très prisées pour leur combinaison de légèreté, de rigidité et de résistance, ce qui en fait un choix idéal dans les secteurs de l'aéronautique et de l'automobile. Enfin, des matériaux avancés comme le nitrure d'aluminium (AlN), le diborure de titane (TiB_2) et sont utilisés pour leurs propriétés thermiques et mécaniques exceptionnelles [5].

Tableau I.3 : Propriétés de différents types de renforts pour les composites à matrice d'aluminium.

Type de renfort	Propriété améliorée	Densité (g/cm^3)	Application typique
SiC	Dureté, résistance à l'usure	3.2	Disques de freins, plaques thermiques
Al_2O_3	Rigidité, résistance à la fatigue	3.9	Pistons, soupapes
Fibre de carbone	Légèreté, rigidité	1.75	Structures aéronautiques
Graphène	Conductivité, solidité	2.2	Composites haute performance

2.2. Procédés de fabrication :

La fabrication des composites à matrice d'aluminium peut être réalisée à l'aide de différentes techniques. La coulée agitée (ou *stir casting*) est une méthode économique bien adaptée à la production de masse, bien qu'elle exige un bon contrôle de la dispersion des particules. La métallurgie des poudres (P/M) permet un contrôle précis de la composition du matériau et garantit une densité élevée, au prix toutefois d'un coût plus important. Les procédés comme le *squeeze casting*, l'infiltration ou la coulée semi-solide permettent d'obtenir une meilleure uniformité et une porosité réduite. Enfin, la fabrication additive est une technologie émergente offrant la possibilité de produire des géométries complexes avec un haut degré de personnalisation [6].

2.3. Microstructures :

L'analyse des microstructures des CMA met en évidence la distribution des particules de renfort telles que le SiC ou l' Al_2O_3 dans la matrice d'aluminium. Les images issues de la microscopie électronique à balayage (SEM) et des observations métallographiques révèlent la qualité de la dispersion ainsi que la nature des interfaces. Ces interfaces, renforcées par certains procédés comme la métallurgie des poudres, jouent un rôle essentiel dans la transmission des charges mécaniques et la performance globale du composite.[6]

2.4. Applications :

Les récentes avancées dans le domaine des CMA incluent l'intégration de renforts à l'échelle nanométrique, tels que les nanoparticules de SiC ou d' Al_2O_3 , qui permettent d'augmenter la résistance sans compromettre la ductilité. Les composites hybrides, combinant plusieurs types de renforts (par exemple SiC + fibres de carbone), offrent des propriétés mécaniques optimisées. De plus, les matériaux fonctionnellement gradués (FGM) et les composites dits "intelligents" peuvent présenter des propriétés variables en fonction de la position dans le matériau ou intégrer des fonctions comme la détection. Les applications des CMA couvrent de nombreux domaines : électronique (substrats thermiques en AlSiC), automobile (pistons, disques de frein), aéronautique (structures légères), ainsi que des usages marins et offshore [6].

Tableau I.4 : Comparaison des principaux procédés de fabrication des composites à matrice d'aluminium.

Procédé	Avantages	Inconvénients	Applications
Coulée agitée	Économique, simple	Dispersion parfois inégale	Pièces automobiles
Métallurgie des poudres	Bonne homogénéité, densité élevée	Coût élevé	Électronique, haute perf.
Squeeze casting	Bonne mouillabilité, peu de porosité	Matériel spécifique requis	Composants structurels
Fabrication additive	Formes complexes, design sur mesure	Encore coûteux, lent	Prototypage, aérospatial

[6]

3. Les matériaux composites :

3.1. Introduction :

Les matériaux composites sont de plus en plus utilisés dans l'industrie. Aujourd'hui, ils occupent une place majeure parmi les matériaux car ils disposent d'atouts importants par rapport aux matériaux traditionnels. Ils apportent de nombreux avantages fonctionnels : légèreté, résistance mécanique et chimique, maintenance réduite, liberté de formes. Ils permettent d'augmenter la durée de vie de certains équipements grâce à leurs propriétés mécaniques et chimiques. Ils contribuent au renforcement de la sécurité grâce à une meilleure tenue aux chocs et au feu. Ils offrent une meilleure isolation thermique ou phonique et pour certains d'entre eux, une bonne isolation électrique. Ils enrichissent aussi les possibilités de conception en permettant d'alléger des structures et de réaliser des formes complexes aptes à remplir plusieurs fonctions. Les matériaux composites sont utilisés dans de nombreux domaines tels que le domaine de transport, de sports et de loisirs, de bâtiment, ou encore de médecine. En chaque domaine d'application, les performances remarquables des matériaux composites sont à l'origine de solutions technologiques innovantes [7].

3.2. Définition :

Un matériau composite est constitué de l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux de natures différentes. Leur association est complémentaire et permet d'aboutir à un matériau dont les performances recherchées seront supérieures à celles des composants pris séparément.

Un matériau composite est constitué dans le cas le plus général d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. La phase discontinue, appelée renfort ou matériau renforçant, est habituellement plus dure avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue appelée matrice [8].

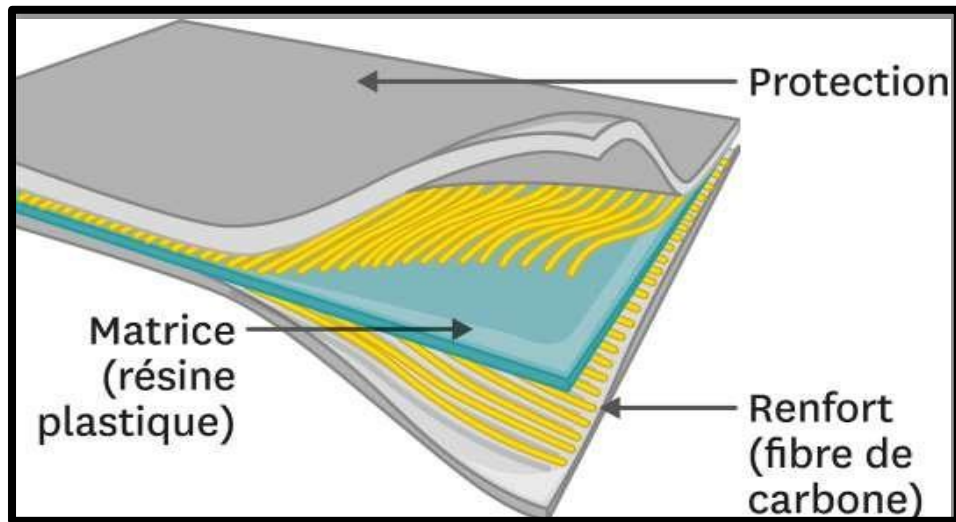


Figure I.1 : Schéma illustratif d'un matériau composite [9]

3.3. Familles des composites :

On distingue deux types de composites : les composites de grandes diffusions et les composites hautes performances.

3.3.1. Matériaux composites de grande diffusion :

Ce sont les matériaux composites plastiques renforcés. 95% de ces matériaux sont en renforts en fibres de verre, 90% de ces matériaux sont thermodurcissables (90% sont à base polyester, 4% oxydes) [10].

3.3.2. Matériaux composites de hautes performances :

Ce sont les composites à matrice métallique, leur utilisation est à haute température, exemple : Al-Al₂O₃, Al-SiC, Ti-SiC. Ces composites sont utilisés généralement en aéronautique. [10]

3.4. Classification des matériaux composites :

Selon la nature de la matrice, on distingue trois grandes classes de composites, considérées ici par ordre croissant de tenue en température :

Les composites à matrice organique (CMO).

Les composites à matrice métallique (CMM).

Les composites à matrice céramique (CMC).

Les matériaux utilisés comme renforts possèdent de bonnes propriétés mécaniques intrinsèques (carbone, alumine, silice, bore, kevlar. Acier, nitrure et carbure de silicium...).

Les renforts continus ou fibres longues procède un diamètre qui varie selon leur nature, entre quelques micromètres et une centaine de micromètres.

Les matrices polymères renforcées par des fibres de verre, sont employées dans les produits de grande diffusion, et possède une grande importance. Les fibres de carbone et de kevlar sont utilisées dans pour des applications plus spécifiques de haute performance est elles que l'aéronautique et l'aérospatiale. D'autres types de renforts sont employés tels que des billes (verre, élastomère...) et des charges (fibres broyées, écailles, poudres...). L'utilisation de s (CMP) reste limitée au domaine de températures inférieures à 200°C [11].

3.5. Composant :

Les principaux constituants sont le renfort et la matrice. Le renfort a pour rôle d'apporter au matériau composite ses performances mécaniques élevées. La matrice qu'on appelle aussi Liant, son rôle est de transmettre aux fibres les sollicitations mécaniques extérieures et de Protéger les fibres vis-à-vis des agressions extérieures [12].

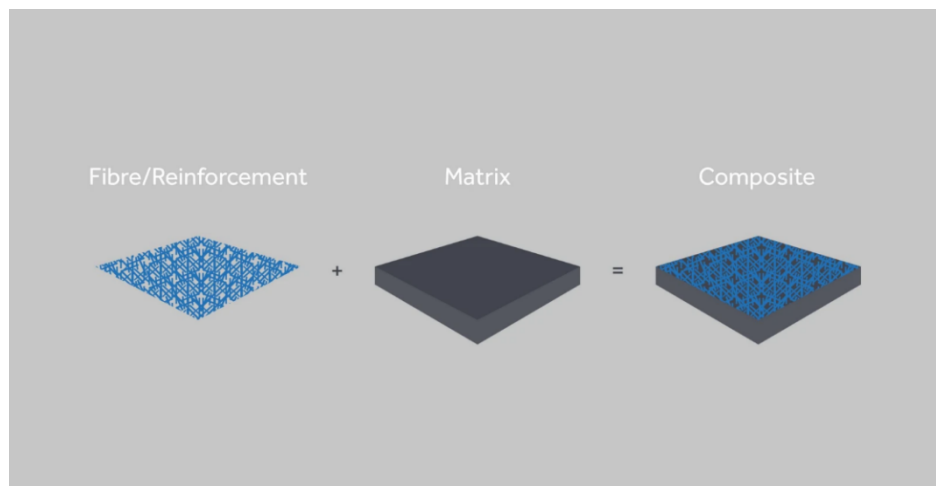


Figure I.2 : Schéma illustratif d'un matériau composite [13]

3.6. La matrice :

La matrice se compose d'une résine soit thermodurcissable ou thermoplastique, son rôle est d'assurer la répartition spatiale et homogène de renfort, lier les fibres de renfort et leur donner une adhérence suffisante pour garantir la transmission des efforts extérieurs vers eux, apporter une tenue chimique et donner une forme désirée au produit [14][15].

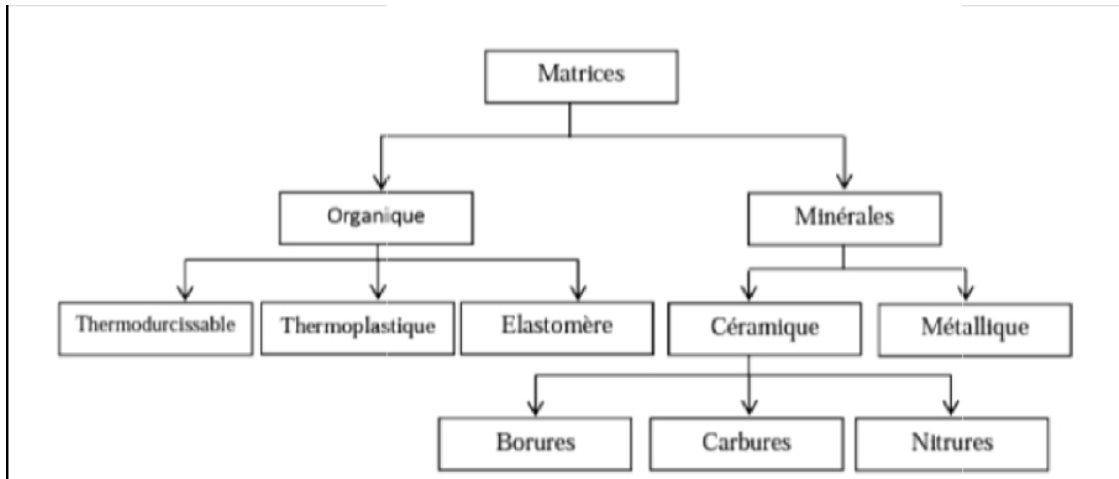


Figure I.3 : Classification des matrices [16].

3.7. Les matrices organiques

Les matrices polymères synthétiques sont les plus couramment rencontrées dans les composites de grande diffusion. Associées à des fibres de verre, d'aramide ou de carbone. Ils ont un faible module et une faible résistance à la traction, mais sont facilement utilisés pour imprégner les armatures pour la fabrication. Elles se divisent en deux familles de matrices [14] :

3.7.1.1. Les matrices thermodurcissables

Ces matrices ont des propriétés mécaniques élevées, elles sont mises en forme qu'une seule fois et se polymérisent selon la forme souhaitée, la transformation est donc irréversible. Elles sont en solution sous forme de polymère non réticulé en suspension dans des solvants. Parmi ces matrices on trouve les résines polyesters insaturées, résines de condensation et les résines époxy. [14]

3.7.1.2. Les matrices thermoplastiques

Les matrices thermoplastiques contrairement aux thermodurcissables ont des propriétés mécaniques faibles. Elles sont dures et solides ce qui nécessitent une transformation à très haute température. Elles sont mises en forme par chauffage, durcissent au cours du refroidissement.

La transformation est réversible. Les polychlorures de vinyle, les polyéthylènes, polypropylène, polystyrène, polycarbonate polyamide sont quelques exemples de ces résines thermoplastiques [14].

Il existe certaines différences entre les matrices thermodurcissables et les matrices thermoplastiques qui sont citées dans le tableau ci-dessous :

Tableau I.5 : Principales différences entre les Matrices TP et TD [14]

Matrices	Thermoplastique (TP)	Thermodurcissable (TD)
Etat de base Stockage	-Solide prête l'emploi -Illimite	-Liquide visqueux a polymère -Réduit
Moulage Chauffage + refroidissement	-Chauffage + refroidissement - Court - Réduite -Assez bonne -Recyclables	- Liquide visqueux à polymériser - Réduit - Chauffage continu - Long - Bonne - Limité - Perdus ou recyclés en charge
Mouillabilité renforts	-Difficile	-Aisée

3.7.2. Les matrices minérales :

Qui se divisent en deux familles [14] :

3.7.2.1. Les matrices métalliques :

L'imprégnation de renforts par un alliage liquide est une opération techniquement délicate, en pratique seuls les alliages d'aluminium sont utilisés dans ce type de technique, associés à des fibres ou particules de graphite ou de céramique. Le compromis obtenu entre la ténacité de la matrice métallique et la rigidité des renforts donne au composite des caractéristiques mécaniques intéressantes par rapport à l'alliage seul, surtout au-dessus de 200 °C [14].

3.7.2.2. Les matrices céramiques :

Les composites à matrices céramiques peuvent être obtenus par imprégnation de préformés de fibres (métaux, verres, aramides, carbone, céramique) soit par des suspensions liquides, ensuite frittées en température sous haute pression, soit par des gaz réactifs permettant un dépôt entre les fibres (notamment pour les composites carbone-carbone) [14].

3.8. Les renforts :

Un matériau composite est un composite à fibres si le renfort se trouve sous forme de fibres. Les fibres utilisées se présentent soit sous forme de fibres continues, soit sous forme de fibres discontinues : fibres coupées, fibres courtes.

L'arrangement des fibres, leur orientation permettent de moduler à la carte les propriétés mécaniques des matériaux composites pour obtenir des matériaux allant de matériaux fortement anisotropes à des matériaux isotropes dans un plan. [17]

La classification des types de renforts couramment rencontrés est indiquée sur la figure (I.5).

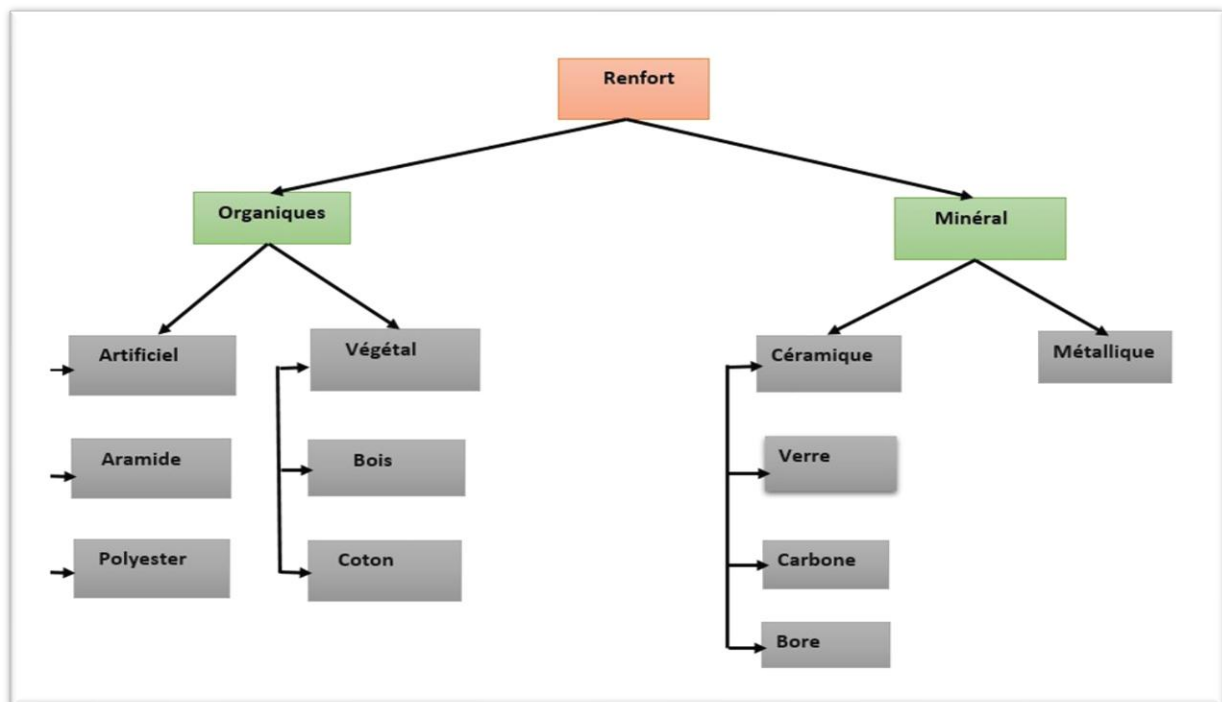


Figure I.4 : Les différents types de renfort de base [18].

3.8.1. Renfort en fibres discontinues :

Des fibres courtes, ou particules (charges sous forme de microbilles, de fibres broyées, d'écaillés ou de poudre), permettent d'améliorer certaines propriétés de la matrice (résistance à l'usure, propriétés thermiques, poids). Celle-ci reste l'élément de base et on obtient alors un « polymère renforcé ». [19]

3.8.2. Renfort continu :

Sous forme de fibres longues qui sont généralement utilisées pour des composites HP. Cette forme fibreuse offre une résistance à la rupture et souvent un module d'élasticité beaucoup plus élevée que ceux du même matériau massif, avec une augmentation de la longueur de 10000 fois, ou bien pour le même volume, la surface est multipliée par 100 dans le cas des fibres de verre. [19]

Ces renforts ont le rôle d'assurer la bonne tenue mécanique des composites et sont disposés au sein du matériau en fonction des propriétés recherchées. Pour créer une structure résistante adaptée aux contraintes mécaniques, il existe plusieurs architectures de renforts :

- Unidirectionnelle (nappes ou roving), bidirectionnelle (tissus ou complexes 2D).
- Tridimensionnelle (fibres orientées suivant trois directions).

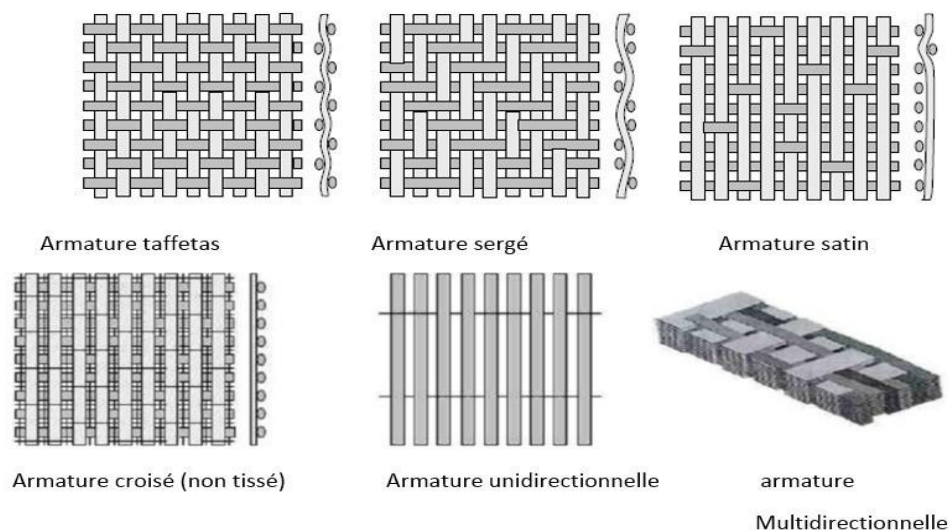


Figure I.5 : Différentes formes de renforts continus.[19]

3.9. Avantages et inconvénients des composites :

Les matériaux composites sont largement utilisés dans divers secteurs (aéronautique, automobile, construction, etc.) en raison de leurs propriétés spécifiques. Voici leurs principaux avantages et inconvénients [20] :

3.9.1. Avantages des composites a matrice d'aluminium :

Légèreté : Ils sont beaucoup plus légers que les métaux, ce qui améliore l'efficacité énergétique des véhicules et avions.

Résistance mécanique élevée : Ils possèdent une excellente résistance aux contraintes mécaniques (traction, flexion, etc.).

Résistance à la corrosion : Contrairement aux métaux, ils ne rouillent pas et résistent aux produits chimiques agressifs.

Possibilité de conception sur mesure : Ils peuvent être fabriqués avec des propriétés spécifiques (rigidité, flexibilité, isolation, etc.).

Durabilité : Leur longévité est souvent supérieure aux matériaux traditionnels, réduisant les besoins de maintenance.

Isolation thermique et électrique : Certains composites sont de très bons isolants, utiles pour certaines applications industrielles.[20]

3.9.2. Inconvénients des matériaux composites :

Coût élevé : Leur fabrication et transformation peuvent être coûteuses par rapport aux matériaux conventionnels.

Difficulté de recyclage : La séparation des composants est complexe, ce qui rend leur recyclage difficile.

Fabrication complexe : Leur mise en œuvre demande des techniques spécifiques et un savoir-faire avancé.

Sensibilité aux chocs et à l'usure : Certains composites sont fragiles sous impact et peuvent se fissurer facilement.

Comportement au feu : Certains composites brûlent facilement et peuvent dégager des fumées toxiques.

Dilatation anisotrope : Leur comportement peut varier en fonction de l'orientation des fibres, nécessitant des calculs précis pour la conception [20]

3.10. Matériaux composites structuraux :

Les matériaux composites structuraux sont des matériaux constitués de deux ou plusieurs composants distincts, généralement une matrice et un renfort, qui sont combinés pour obtenir des propriétés mécaniques et physiques supérieures à celles des matériaux individuels, ces matériaux peuvent être classés en trois types :

- Composites tissés
- Composites stratifiés
- Monocouches

- Composites tissés :

De nombreuses pièces composites sont réalisées à l'aide de tissus ou composites tissés. Dans ces structures, les fibres sont tressées ou alignées en « câbles » nommés torons ou simplement fils, comptant chacun quelques centaines ou milliers de fibres. Ces fils sont ensuite tissés selon des motifs plus ou moins sophistiqués. Une fois la mise en forme terminée, la matrice est présente à deux niveaux : au sein des fils, et au sein du tissu [21], comme le montre la figure (I.6).

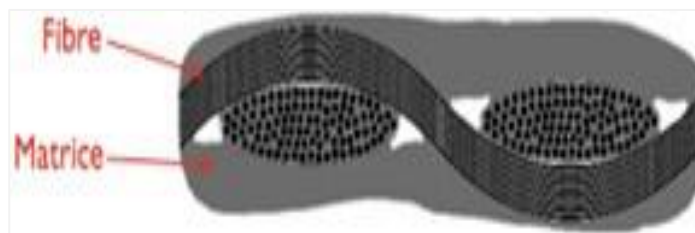


Figure I.6 : Structure d'un composite tissé [22]

- Composites stratifiés

La stratification est une autre structure couramment rencontrée dans les pièces composites. Dans un stratifié, les fibres sont agencées en couches fines (quelques dixièmes de millimètre) nommées plis, qui sont empilées les unes sur les autres ; après la mise en forme, ces couches seront liées entre elles par l'intermédiaire de la matrice. Au sein d'un pli, les renforts peuvent avoir n'importe quel type de disposition [23].

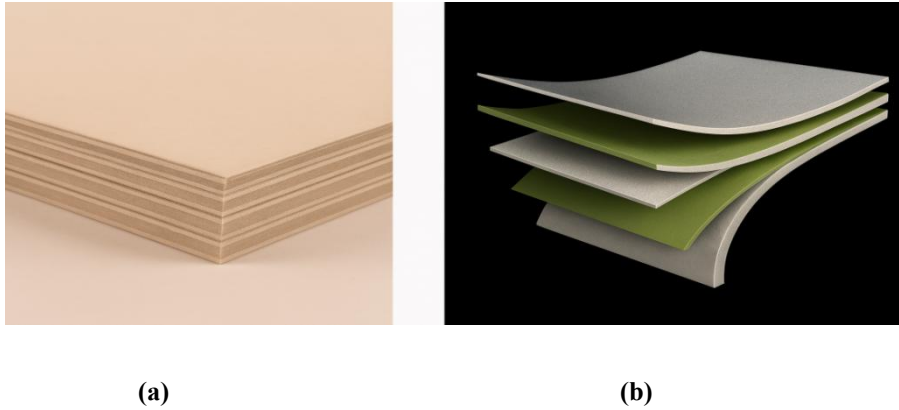


Figure I.7 : Exemples de multi-matériaux stratifiés [23]

(a) Contreplaqué, (b) GLARE (aluminium et composite verre)

Monocouches :

Les monocouches représentent l'élément de base de la structure composite. Les différents types de monocouches sont caractérisés par la forme du renfort : à fibres longues (unidirectionnelles 1D, réparties aléatoirement), à fibres tissées, à fibres courtes... [24]

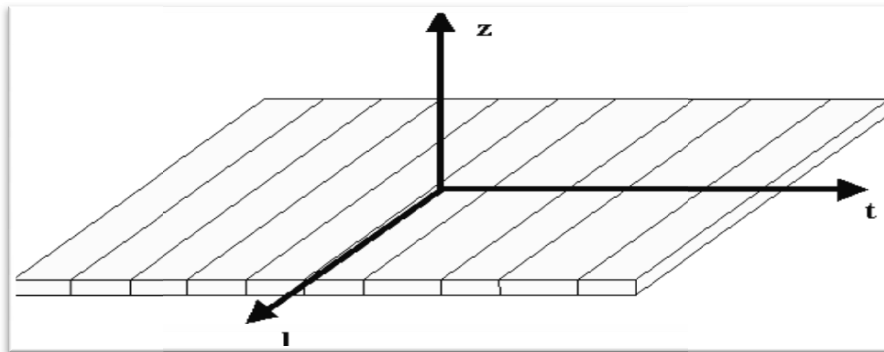


Figure I.8. Composite monocouches [24]

4. Matériaux composites à matrice métallique

Les composites à matrice métallique (CMM) sont des matériaux dans lesquels des particules ou des fibres de céramique sont insérées dans une matrice métallique (aluminium, fonte, titane, cuivreux) et leur confèrent des propriétés d'usage optimisées là où les contraintes tribologiques, mécaniques ou thermiques sont élevées. Les performances d'un CMM sont dues essentiellement à la nature de la matrice et celle du renfort (nature, taux d'introduction, taille des particules) [24].

4.1. Renforts :

Rôle : Les renforts améliorent les propriétés mécaniques du composite, comme la rigidité, la résistance à la traction et la résistance à la fatigue [25].

Types de renforts

Fibres : Les fibres peuvent être continues ou discontinues. Les matériaux couramment utilisés sont les fibres de carbone, de bore, de céramique (SiC , Al_2O_3) de métal.



Figure I.9 : les différents types de fibre [25].

Particules : Les particules (généralement de céramique comme SiC , Al_2O_3 , ou B_4C) sont dispersées dans la matrice pour améliorer la rigidité et la résistance à l'usure.

Orientation : Dans le cas des fibres, leur orientation (unidirectionnelle, bidirectionnelle ou aléatoire) influence les propriétés mécaniques du composite.

4.2. Interface matrice-renfort :

Rôle : L'interface est la zone de contact entre la matrice et le renfort. Elle joue un rôle crucial dans la transmission des charges et la résistance du composite.

Problèmes courants : Une mauvaise adhésion ou des réactions chimiques indésirables à l'interface peuvent réduire les performances du composite.

Traitements de surface : Des traitements de surface des renforts (par exemple, revêtements ou modifications chimiques) sont souvent utilisés pour améliorer l'adhésion et prévenir les réactions indésirables [25].

4.3. Microstructure :

Répartition des renforts : La répartition homogène des renforts dans la matrice est essentielle pour obtenir des propriétés uniformes.

Densité de défauts : La présence de pores, de fissures ou de zones non renforcées peut affecter négativement les propriétés mécaniques.

Taille des grains : La taille des grains de la matrice influence la résistance et la ductilité du composite.

4.4. Procédés de fabrication :

Métallurgie des poudres : Mélange de poudres de matrice et de renforts, suivi d'un compactage et d'un frittage.

Infiltration : Infiltration de la matrice métallique liquide dans un préforme de renfort.

Déformation plastique : Techniques comme le laminage ou l'extrusion pour aligner les fibres et améliorer les propriétés.

Fabrication additive : Utilisation de techniques comme la fusion laser sélective (SLM) pour créer des composites complexes [25].

4.5. Applications des Composites à Matrice Métallique :

Les CMM sont utilisés dans divers secteurs pour leur combinaison unique de légèreté, de résistance mécanique et de durabilité [26].

Aérospatiale et Spatial

Manchons de pales de rotor dans les hélicoptères : Les CMM sont utilisés pour leur résistance à la chaleur et à la fatigue, essentielle dans ces applications dynamiques.

Satellites commerciaux : Pour leur capacité à supporter des conditions extrêmes tout en restant légers.

Industrie Automobile

Chemises de cylindres et disques de freins : Les CMM améliorent la résistance à l'usure et à la chaleur, réduisant ainsi la consommation de carburant et les émissions polluantes.

Renfort des rebords du bol de piston dans les moteurs diesel : Cette application est courante pour améliorer la résistance à la rupture et à la fatigue.

Électronique

Boîtiers de composants électroniques : Les CMM peuvent offrir une bonne conductivité thermique tout en étant légers et résistants aux chocs thermiques.

Aéronautique

Composants structurels : Utilisés pour leur résistance à la fatigue et à la corrosion, essentielle dans les environnements aérodynamiques

Chapitre II : Les phases MAB

1. Introduction :

Les phases MAB (Métal-Aluminium-Bore) forment une classe de borures ternaires ou quaternaires atomiquement stratifiées. Leur structure cristalline est constituée de sous-réseaux MB entrelacés par des couches mono- ou bicouches d'atomes A (généralement de l'aluminium et Zn). Longtemps oubliées depuis leur découverte dans les années 60, ces phases suscitent aujourd'hui un regain d'intérêt en raison de leurs propriétés remarquables : résistance à l'oxydation, comportement magnétocalorique, aptitude au frittage, et potentiel catalytique. [27]

[illegible]

Figure II.1 Position des éléments chimiques des phases MAB dans le tableau périodique [27]

2. Historique de phases MAB :

Les phases MAB sont des borures de métaux de transition atomiquement stratifiées. M est un métal de transition, A un élément généralement du groupe IIIA comme l'aluminium, et B est le bore.

La première synthèse d'une phase MAB remonte à 1966 avec le MoAlB (Jeitschko et collaborateurs). Elle fut suivie par Mn₂AlB₂ et Fe₂AlB₂ la même année. Les composés Cr₂AlB₂ et Cr₃AlB₄ ont été préparés pour la première fois en 1973 (Chaban et Kuz'ma).

Le renouveau de l'intérêt pour ces matériaux est lié à leurs propriétés magnétocaloriques (Ade et Hillebrecht, 2015), à leur résistance à l'oxydation à haute température, et à leur potentiel en tant que précurseurs des borures 2D de type MXène [27].

2.1. Structure cristalline des phases MAB :

Concernant les phases MAB, plusieurs structures peuvent être distinguées Cristaux, les plus courants étant les deux types M2AlB2 et MalB (Figure II.2). Structure cristalline M2AlB2 a un ensemble de structures cristallines orthorhombiques Espace Cmmm, séparés par une couche sous le maillage des éléments MB.

La structure à un seul atome de l'élément Al. Alors que dans la structure MalB, (orthorhombique, groupe d'espace Cmcm), la sous-grille de l'élément MB est séparée par deux couches atomiques uniques d'élément Al ; différentes structures cristallines pour les phases MAB découverts à ce jour [28].

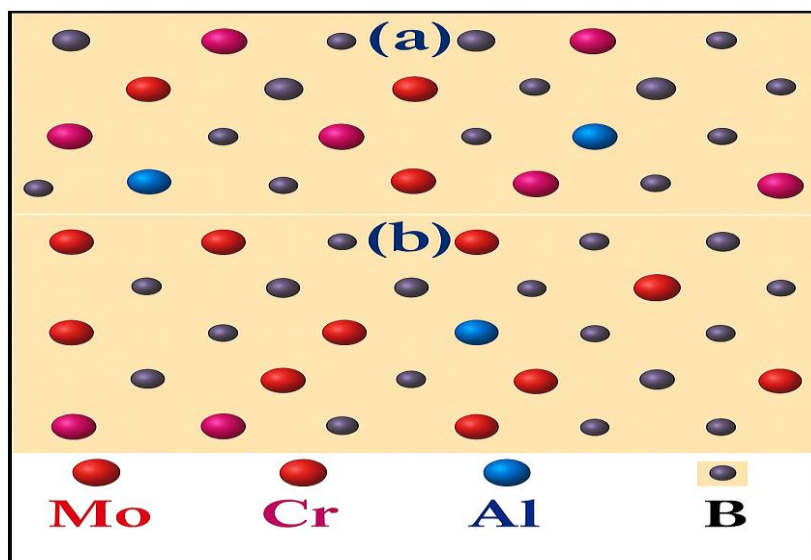


Figure II.2 : Structure cristalline des phases MAB, (a) type MalB, (b) type M2AlB2

2.2. Structure de type 212 :

La structure de type 212 (groupe d'espace *Hummm* ; $x = 1$, $y = 0$, $z = 1$) est constituée de prismes trigonaux MB₆, contenant des atomes de bore (B) au centre. Ces prismes se connectent par leurs faces triangulaires et rectangulaires dans le plan *ac*, formant ainsi des blocs M–B constitués de deux couches atomiques de métal M. Ces blocs sont séparés par des monocouches d'aluminium (Al).

Chaque cellule unitaire contient deux unités de formule. Les atomes d'aluminium sont situés directement entre les atomes de bore des blocs M–B adjacents (au-dessus et au-dessous), formant ainsi une chaîne B–Al–B le long de l'axe d'empilement *b*.

2.3. Structure de type 222 :

La structure de type 222 (groupe d'espace *Cmcm* ; $x = 2$, $z = 1$) présente des blocs M–B analogues à ceux du type 212. Toutefois, ceux-ci sont séparés par des bicouches d'aluminium le long de l'axe b .

Pour mettre en évidence cette bicouche, chaque bloc M–B est décalé par rapport au bloc directement inférieur de $(1/2) a + c$.

Cette différence structurale est visible en comparant les projections (100) et (001) de M_2AlB_2 et $MAIB$ respectivement [28].

Il est intéressant de noter que la distance Al–Al ($\sim 2,65$ Å) est significativement plus courte que dans l'aluminium métallique ($\sim 2,86$ Å), ce qui reflète une liaison plus forte. À noter également que la présence d'une deuxième couche d'aluminium empêche ces plans d'être considérés comme des macles cristallographiques, contrairement à la structure 212.

2.4. Structure de type 314 :

La structure 314 (groupe spatial *Hummm* ; $x = 1$, $y = 1$, $z = 1$), dont Cr_3AlB_4 est actuellement l'unique représentant, se distingue du type 212 par plusieurs points :

1. Les blocs M–B comportent trois plans d'atomes M, avec une seule unité de formule par cellule unitaire.
2. L'empilement des blocs M–B s'effectue selon l'axe c .
3. Le paramètre c de Cr_3AlB_4 (8,054 Å) est nettement inférieur au paramètre b de Cr_2AlB_2 (11,04 Å).

2.5. Structure de type 414 :

Ce prototype contient deux blocs Cr–B empilés, séparés par des monocouches d'aluminium, ce qui donne un paramètre b beaucoup plus grand ($\sim 18,9$ Å).

La structure peut être considérée comme une variante élargie des types 212 ou 222, et entre pleinement dans la classification des phases MAB. Récemment, Cr_4AlB_4 a été synthétisé expérimentalement par Adé et Hillebrecht [29].

Ils ont également classé la phase tétragonale RuZn_2B_2 (décrite pour la première fois par Jung et Petry [29]) comme une phase MAB, en raison de sa structure en blocs Ru–B (de type $\alpha\text{-MoB}$) séparés par des monocouches de zinc pur.

Fait remarquable, c'est la seule phase MAB connue à ce jour présentant un agencement orthogonal de chaînes B–B dans des blocs M–B adjacents, semblable à celui de $\alpha\text{-MoB}$.

2.6. Structure de type 416 :

Le composé Cr_4AlB_6 , découvert en 2015, est le seul représentant connu de la structure 416. Il cristallise dans le groupe d'espace *Hummm*.

Cette structure est similaire aux types 212 et 314, mais les blocs M–B comprennent quatre plans d'atomes M.

Comme dans le type 212, l'empilement des blocs M–B suit les axes *a* et *c*, avec deux unités de formule par cellule unitaire.

Les composés Cr_2AlB_2 , Cr_3AlB_4 et Cr_4AlB_6 forment ensemble une série de phases MAB $(\text{CrB})_2\text{Al}(\text{CrB}_2)_\gamma$ (avec $\gamma = 1$ à 3), analogues à la série bien connue des phases MAX.

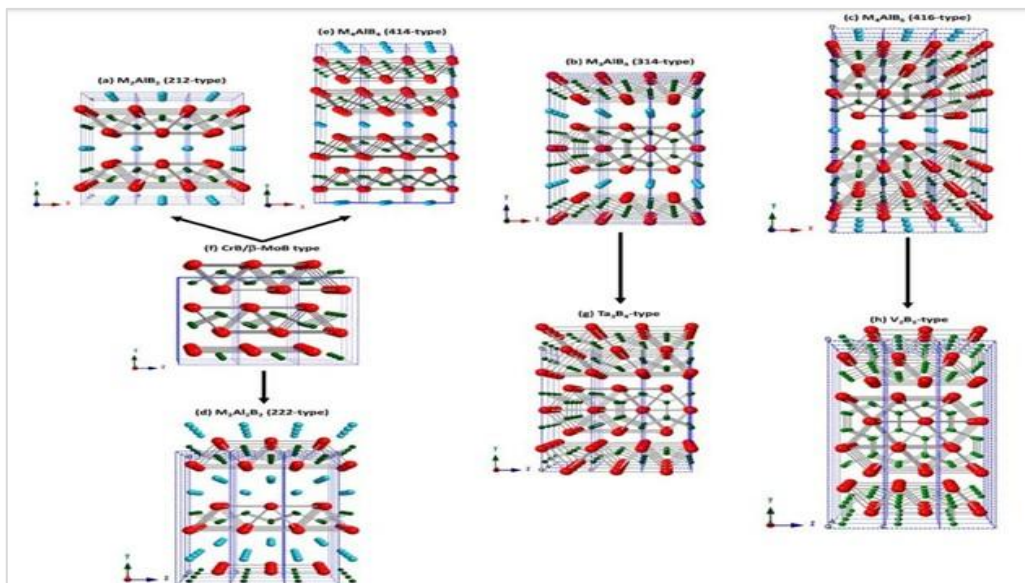


Figure II.3 : représente différentes structures cristallines de composés métal-aluminium-bore (M-Al-B) [30].

3. Microstructure des phases MAB :

La figure montre des images de microstructure fracturée de Cr_2AlB_2 et Mn_2AlB_2 . La microstructure de la phase MAB représente une microstructure avec des grains polycristallins avec un aspect nano lamellaire dans différentes orientations. Il convient de noter que la phase MAB et la phase MAX sont très similaires, à l'exception du fait que la phase MAB ne représente pas expérimentalement la tolérance à la présence de défauts. Cependant, plusieurs études n'ont démontré que théoriquement que la phase MAB est tolérante aux dommages.

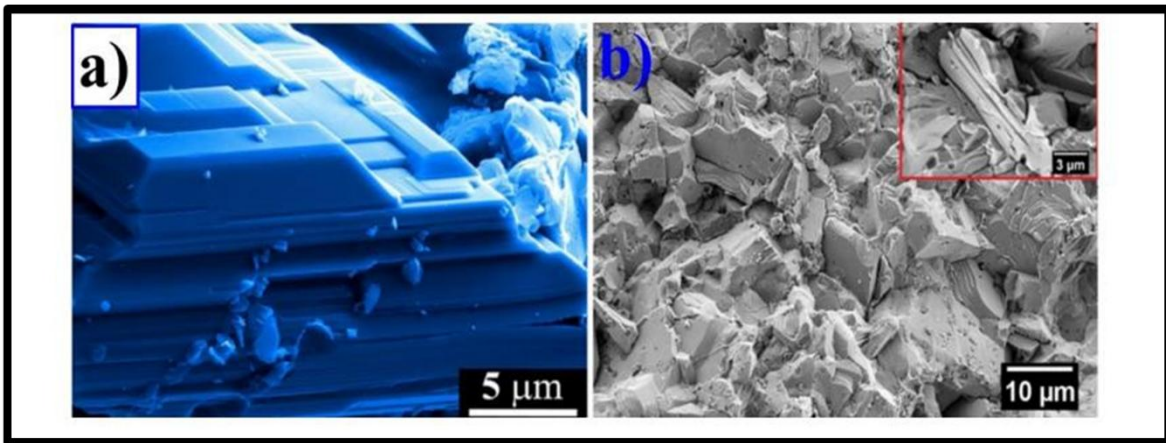


Figure II.4 : Imagerie MEB d'un grain du Cr_2AlB_2 , Microstructure d'un faciès de rupture du Mn_2AlB_2 [31].

Plus précisément, la phase MAB étudiée dans ce travail est le MoAlB qui, comme la phase MAB, est un matériau polycristallin qui présente une microstructure nano-lamellaire allongée (Figure II.5 a et b).

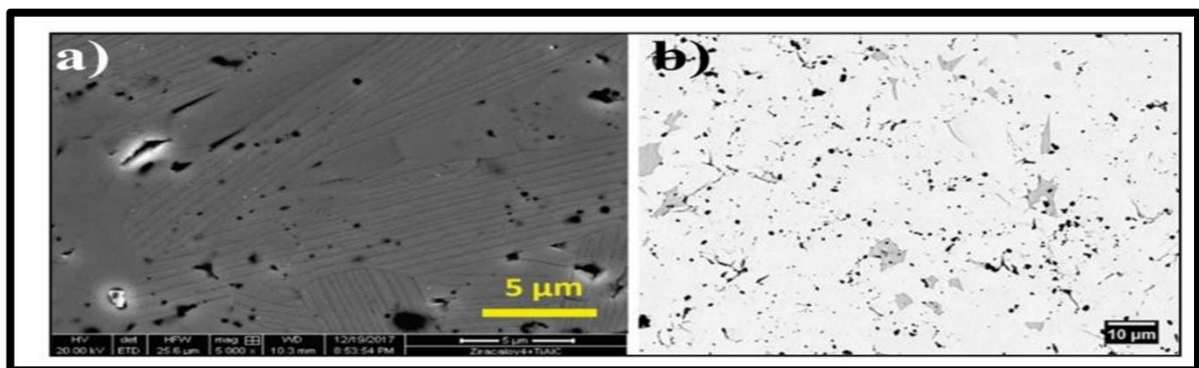


Figure II.5 : (a) Microstructure attaquée du MoAlB , (b) Micrographie par électrons rétrodiffusés BSE (Backscattered Secondary Electrons), de la surface polis du MoAlB [32].

4. Mécaniques des phases MAB :

4.1. Dureté :

Les valeurs de la dureté Vickers (Hv) des phases MAB se trouve dans un intervalle allant de 6 à 22 Gpa (Tableau II.1.). Okada et al. Et Ade et Hillebrecht ont les deux montrés que la phase la plus durs à ce jour est le WalB, avec une dureté d'environ 19-21 Gpa. Les auteurs ont aussi mesuré d'autres phases MAB (Cr_2AlB_2 , Cr_3AlB_4 , Mn_2AlB_2 et Fe_2AlB_2) et ils ont montrés que ces phases ont relativement une faible dureté par rapport au WalB, car ce dernier possède des liaisons M-M, M-B et BB très fortes [32].

Tableau II.1 : Les valeurs de duretés Vickers (Hv) reporté dans la littérature [32].

La phase MAB	HV (Gpa)	Charge de l'indentation(N)
Cr_2AlB_2	6–7	1
	$10,4 \pm 0,3$	2
Cr_3AlB_4	15–19.1	1-2
Mn_2AlB_2	7–9.6	1
	$7,3 \pm 0,3$	2
	$8,7 \pm 0,6$	10
	$7,2 \pm 0,3$	2
Fe_2AlB_2	11.6–14.7	1
	$10,7 \pm 0,5$	10–200
	$10,2 \pm 0,2$	50
	$9,5 \pm 0,3$	2
	$10,0 \pm 0,4$	5-50
	$9,3 \pm 0,3$	2

MoAlB	$10,3 \pm 0,2$	0,5
	11.4–13.6	/
	$10,6 \pm 0,3$	0,5
	$9,3 \pm 0,4$	0,5
	8.43	0,5
	10.6	10
WAlB	$19,3 \pm 0,7$	1
	21.7	1

Une caractéristique importante des phases MAB est montrée dans la figure II.6. Les phases MAB ont une très faible dépendance de la charge d'indentation appliquée. L'absence des fissurations aux coins de l'indentation suggère que ces phases sont aussi tolérantes aux endommagements, cependant, à ce jour cette propriété n'a pas été montrée expérimentalement.

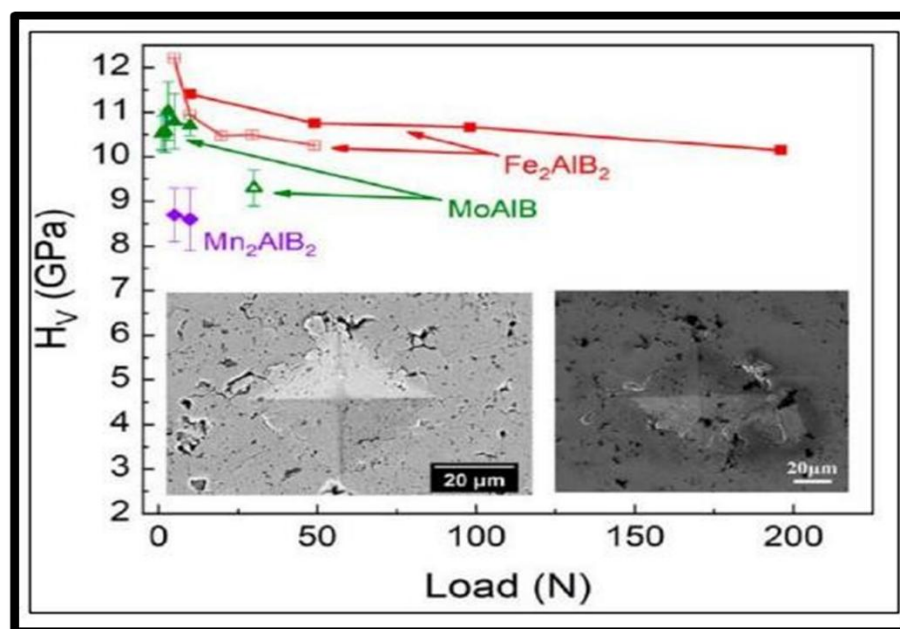


Figure II.6. Dépendance de la charge d'indentation appliquée avec la dureté Vickers des phases MAB. Insert montre des imageries MEB des indentations [33].

4.2. Propriétés élastiques des phases MAB :

La figure II.7 montre que le MoAlB est ~ 50% plus rigide que le Mn₂AlB₂. Pour les deux céramiques les valeurs du module de Young et le module de cisaillement (G) diminuaient d'environ 10–15% à 1000°C. Il a été supposé par Kota et al. que le ramollissement de la phase Al_xMn_y au-dessus de 1000°C est la cause de la chute du module de Young et du cisaillement pour le Mn₂AlB₂ [34].

Ce qui est intéressant pour le MoAlB que son module de cisaillement est plus grand que toutes les phases MAB étudiées à ce jour. Cependant le module de cisaillement de la phase Mn₂AlB₂ est inférieur à ceux du Ti₂AlC et du Ti₃SiC₂, ce qui peut donner aux Mn₂AlB₂ de meilleures propriétés lubrifiantes en tribologie par rapport au MoAlB et aux autres phases MAB étudiées. Le rapport E/G des phases MAB est similaire aux autres céramiques qui est égale à une valeur de 0.5.

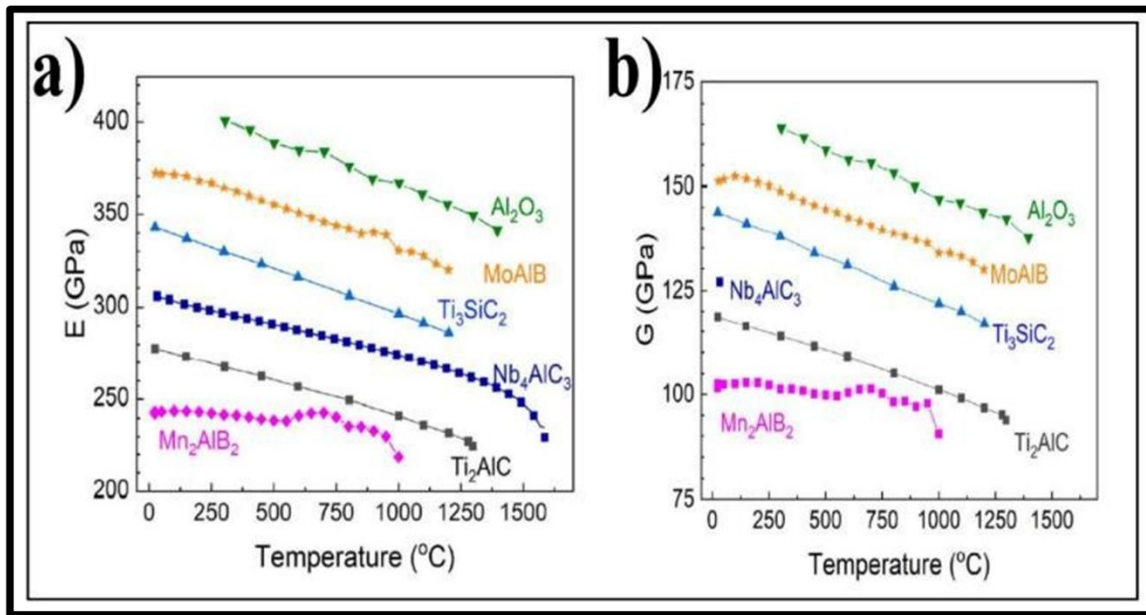


Figure II.7 : La dépendance du module de (a) Young E et (b) module de cisaillement (G) avec la température [34].

4.3. Résistance aux chocs thermiques des phases MAB :

L'une des propriétés désirées des phases MAB est leur très grande résistance aux chocs thermiques comparés aux autres céramiques structurales. La figure II.8 illustre la résistance en flexion retenue par quelques phases MAB et l' Al_2O_3 après avoir été trempés dans l'eau après plusieurs cycles. En comparant ces résultats avec l' Al_2O_3 , il est clair que les phases MAB ont une meilleure résistance aux chocs thermiques.

Cependant, les phases MAB ont une faible résistance aux chocs thermiques par rapport aux phases MAX. Comme il a été montré par X. Lu et al. L'une des caractéristiques du MoAlB est de guérir les fissures induites par chocs thermiques « crack Healing behavior » qui est une propriété commune avec les phases MAX. Il a été bien démontré dans la littérature que certaines phases MAX ont une propriété fascinante d'une multiple guérison des fissures (plus de 7 cycles) durant un temps de traitement ne dépassant pas 1h comme le Ti_2AlC [35]

Cette propriété est définie comme l'aptitude des phases MAX et du MoAlB de se servir par l'élément A qui est l'Al de remplir les fissures qui ont été créées lors d'un choc thermique ou mécanique par une couche adhérente d'oxyde d'aluminium. Cette propriété est peut-être l'origine de la bonne résistance aux chocs thermiques présentés par ces matériaux. Il a été montré aussi par S. Li et al. [36]

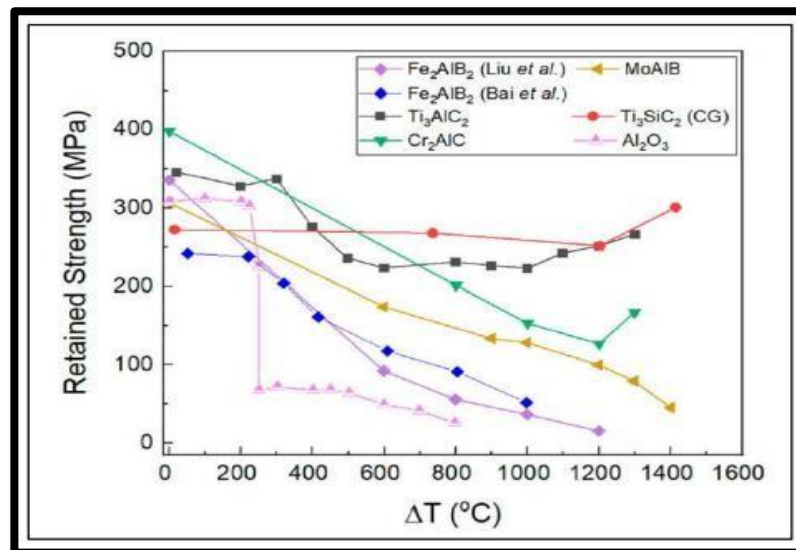


Figure II.8 : Comparaison de la résistance aux chocs thermiques de quelques phases MAX et MAB avec l' Al_2O_3 [36]

5. LE FRITTAGE :

5.1. Historique de frittage :

Le frittage est une technique dont les origines remontent à la préhistoire, vers 12 000 av. J.-C., où les premières poteries étaient durcies par cuisson à basse température, un procédé similaire au frittage moderne. Dans l'Égypte ancienne, vers 3 000 av. J.-C., cette méthode était utilisée pour fabriquer des faïences à base de pâtes de quartz frittées. Les civilisations mésopotamiennes et de la vallée de l'Indus ont également laissé des traces d'objets en céramique frittée vers 2 500 av. J.-C. Au Moyen Âge, le frittage des poudres métalliques, comme l'or et le cuivre, servait à la fabrication de bijoux et d'outils.

La révolution industrielle du XIX^e siècle a marqué un tournant dans la formalisation du procédé, notamment avec les travaux de Wollaston en 1826 sur le frittage du platine. Au XX^e siècle, le frittage des poudres métallurgiques s'est imposé dans des industries clés comme l'automobile et l'aéronautique, tandis que les céramiques techniques (alumine, zircone) et les matériaux composites gagnaient en importance. À partir des années 1980–1990, l'avènement de techniques avancées comme le frittage laser sélectif (SLS) a révolutionné le domaine, notamment avec l'essor de l'impression 3D [37].



Figure II.9. Histoire du frittage [37]

5.2. Définition de frittage :

Le frittage est le processus de formation et de compactage d'un matériau par pression et chaleur. Le frittage est une étape majeure dans la métallurgie des poudres et le traitement des céramiques. La force motrice du frittage est la réduction de la surface totale des particules. Les énergies de surface sont plus importantes que les énergies aux joints de grains.

Le frittage est généralement effectué en dessous de la température de fusion, de sorte qu'une phase liquide n'est normalement pas présente. Le frittage est souvent choisi comme processus de mise en forme pour les matériaux à points de fusion extrêmement élevés tels que les céramiques de tungstène, de molybdène ou de dioxyde d'uranium. Par exemple, le carbure de tungstène (WC), qui est largement utilisé dans l'exploitation minière dans les trépons de forage à marteau supérieur, les marteaux de fond de trou et de nombreuses autres applications, est fabriqué par métallurgie des poudres, donc par frittage au stade final de la production [38].

5.3. Les mécanismes de frittage :

Le frittage repose sur plusieurs mécanismes physiques et chimiques qui favorisent l'adhésion des particules entre elles et la densification du matériau, ses mécanismes sont [32] :

Diffusion en volume :

Elle se produit à une température qui est environ, en ($^{\circ}\text{C}$), la moitié de la température de fusion en degrés ($^{\circ}\text{K}$). C'est le phénomène le plus important du frittage. Il résulte de la mobilité interne des atomes dans les grains et du phénomène classique de diffusion par suite des gradients de concentrations. Ce phénomène est fonction du temps.

Phénomènes chimiques superficiels :

Ils ont lieu à toutes les températures, mais surtout à la température de début du frittage. Il y a mise à nu du métal par suite de réduction des oxydes, et dégazage des grains (atmosphères réductrices, frittage sous vide).

Ecoulement plastique :

Il se développe à haute température, car la tension critique de déformation du métal est d'autant plus faible que la température est plus élevée, et cette tension est si faible que des glissements se produisent pour des efforts du même ordre de grandeur que la tension superficielle des grains. On a donc un phénomène de fluage local, fonction du temps.

Evaporation-condensation :

Tout métal a une tension d'évaporation qui existe déjà à la température ambiante, et qui croît rapidement avec la température. Les éléments et les impuretés en phase gazeuse se transportent d'un grain à l'autre, et des parties convexes vers les parties concaves. L'évaporation est favorisée par activation en atmosphères réductrices d'halogènes.

Recristallisation :

Elle est fonction de la température, du temps, et aussi du taux d'écrouissage. Les grains de poudre ont été écrouis au cours de la compression, donc au cours du frittage on a les phénomènes classiques de destruction des tensions, de restauration, d'apparition de germes, de grossissement des germes, de grossissement des cristaux suivant de nouveaux réseaux.

Diffusion superficielle :

Elle se produit à une température qui est environ, en (°C), les 3/10 de la température de fusion en (° K). La mobilité des atomes tend, par suite de différence de tension superficielle, à éliminer les parties concaves [32].

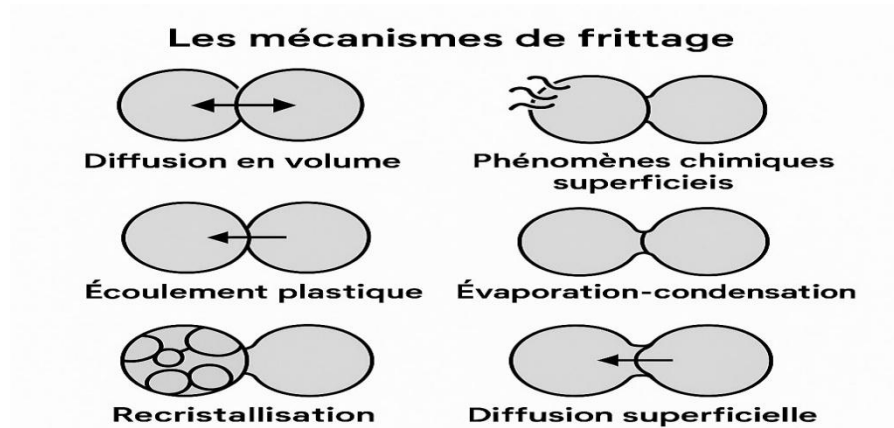


Figure II.10 : Les mécanismes de frittage [32].

5.4. Nature de Frittage

5.4.1. Frittage en phase solide

Le frittage en phase solide est un procédé de consolidation des poudres par traitement thermique, conduisant à la formation d'un matériau dense et cohérent. On distingue principalement deux types, réactif et non réactif [39].

5.4.2. Frittage en phase solide non réactif :

Le frittage en phase solide non réactif se caractérise par l'absence de réaction chimique entre les particules en présence. La consolidation du matériau repose exclusivement sur des mécanismes physiques tels que la diffusion atomique et le mouillage. Parmi les processus impliqués, on retrouve la diffusion de volume, généralement lente, et la diffusion intergranulaire, plus rapide, qui favorisent la densification du matériau. Sous l'effet de la température, les atomes se déplacent, entraînant une réduction progressive de la porosité et une évolution de la microstructure, notamment par la croissance des grains et l'élimination des pores. Ce procédé est couramment utilisé pour le frittage de poudres métalliques pures comme le cuivre (Cu) et le fer (Fe), ainsi que pour des céramiques monophasées telles que l'alumine (Al_2O_3) et l'oxyde de zirconium (ZrO_2). Ses principaux avantages résident dans le contrôle précis de la microstructure du matériau et l'absence de formation de phases secondaires indésirables, ce qui le rend particulièrement adapté aux applications nécessitant des propriétés mécaniques et thermiques stables [39].

5.4.3. Frittage en phase solide réactif :

Le frittage en phase solide réactif est un processus où les particules réagissent chimiquement pour une ou plusieurs nouvelles phases au cours du frittage. Ce phénomène rassemble la consolidation et la synthèse des matériaux dans le sens où des compositions nouvelles avec propriétés optimisées peuvent être réalisées. Parmi les mécanismes clés figurent les réactions chimiques entre les poudres, telles que la création de composés intermétalliques ou céramiques, et la diffusion accélérée due aux gradients de concentration, favorisant l'homogénéisation des matériaux. Dans certains cas, le processus peut produire une chaleur exothermique qui favorise l'avancement du frittage [39].

Quelques exemples courants sont la réaction de frittage du titane et du carbone pour former du TiC, la synthèse du nickel-aluminium (NiAl) à partir de poudres de Ni et de Al, ou la formation de carbure de silicium (SiC) dans la réaction entre le silicium et le carbone. Ce procédé présente plusieurs avantages, tels que la possibilité de produire des matériaux composites ou intermétalliques aux propriétés améliorées, des températures de frittage souvent plus basses que celles nécessaires pour les précurseurs synthétisés séparément, et une efficacité énergétique favorable grâce aux réactions exothermiques qui peuvent survenir [39].

Tableau II.2 : Comparaison des deux procédés [32].

Critère	Frittage non réactif	Frittage réactif
Transformation chimique	/	Formation de nouvelles phases
Cinétique	Lente (diffusion dominante)	Rapide (si réaction exothermique)
Température	Élevée	Réduite par la réaction
Microstructure	Homogène	Hétérogène
Applications	Pièces métalliques Céramiques structurales.	Céramiques techniques (carbures, nitrures), Matériaux pour l'aérospatial (NiAl) Composites

5.4.4. Frittage en phase liquide :

Le frittage en phase liquide (FPL) est un processus de consolidation des poudres dans lequel il y a une phase liquide intermédiaire lors du traitement thermique, qui contribue à la densification. Pour le frittage en phase solide, on a les versions réactives et non réactive [40].

5.4.5. Frittage en phase liquide non réactif :

Le frittage solide non réactif est marqué par l'effacement de toute réaction chimique au sein des particules, tandis que la consolidation repose sur des mécanismes physiques tels que le mouillage et la diffusion atomique. Les principaux mécanismes au travail sont la diffusion de volume, généralement d'une allure lente, et la diffusion intergranulaire, plus rapide, qui favorisent la densification du matériau. Sous l'effet de la température, les atomes se déplacent, entraînant une réduction de la porosité, une croissance des grains et une élimination progressive des pores. Ce procédé est couramment utilisé pour le frittage de poudres métalliques pures comme le cuivre (Cu) et le fer (Fe), ainsi que pour des céramiques monophasées telles que l'alumine (Al_2O_3) et l'oxyde de zirconium (ZrO_2). Ses principaux avantages résident dans le contrôle précis de la microstructure et l'absence de formation de phases secondaires indésirables, garantissant ainsi des propriétés mécaniques et thermiques optimisées [40].

5.4.6. Frittage en phase liquide réactif :

Le frittage en phase liquide réactif se caractérise par la formation d'une phase liquide résultant d'une réaction chimique entre les composants initiaux ou entre un additif et la matrice. Cette réaction favorise la formation de nouvelles phases et modifie les propriétés finales du matériau. Parmi les mécanismes clés, on trouve la réaction in situ, qui génère un eutectique ou un composé à bas point de fusion, facilitant ainsi la consolidation. Il existe également une synergie entre les processus chimiques et les mécanismes de frittage, notamment la dissolution-précipitation accélérée, qui améliore l'homogénéité et la densification du matériau. En parallèle, des phases secondaires telles que des intermétalliques ou des céramiques composites peuvent apparaître, influençant les caractéristiques mécaniques et thermiques du produit final.

Quelques exemples de ce procédé incluent le frittage de nitrure de silicium (Si_3N_4) avec ajout de $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$, où un liquide silicaté réactif se forme, ou encore le système Cu-Sn, qui développe un eutectique liquide réactif facilitant la mise en forme. On retrouve aussi le frittage du Ti-Al avec l'ajout de Ni, entraînant la création de phases liquides intermétalliques. Ce procédé présente des avantages notables, notamment la combinaison simultanée de synthèse et de consolidation en une seule étape, et la possibilité de produire des matériaux composites, tels que des céramiques associées à des liants métalliques, adaptés à diverses applications industrielles [40].

Tableau II.3. Comparaison des deux procédés [41].

Critère	Frittage non réactif	Frittage réactif
Cinétique	Rapide	Très rapide
Température	Dépend du point de fusion	Abaissée par la réaction
Microstructure	Phase liquide résiduelle possible	Phases nouvelles (composites)
Applications	Céramiques techniques, Carbures	Matériaux haute performance (aérospatial, électronique)

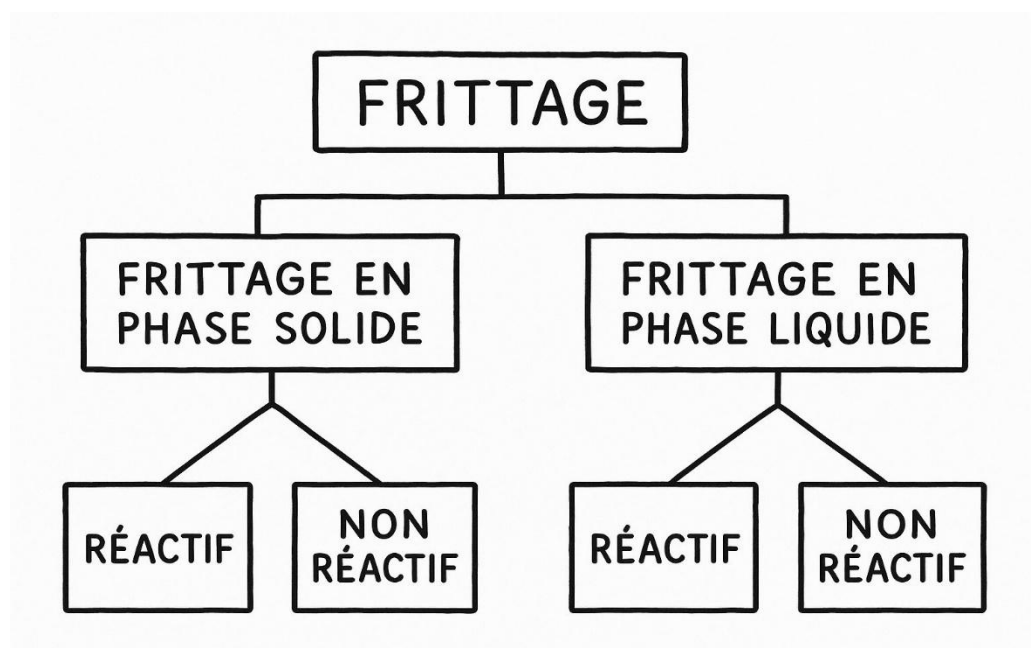


Figure II.11 : Schéma pour les natures de frittage [41].

6. Les procédés de frittage :

6.1. Frittage sous charge :

Le frittage sous charge (ou frittage sous pression) est un procédé de consolidation de poudres (métalliques, céramiques ou composites) combinant l'application d'une température élevée et d'une pression externe pour obtenir un matériau dense et solide.

6.2. Le frittage sous haute pression (Hot Pressing, HP) :

Le frittage sous charge était utilisé dans ces débuts dans les années 70 pour les matériaux ayant une faible déformation à froid. Cette technique, fréquemment utilisée pour les composites céramiques, est basée sur deux paramètres : la température et la pression qui sont appliquées simultanément sur le matériau (sous forme de poudre ou d'un corps cru compacté). Tout dépend de la nature du four, la température peut atteindre 2000°C et une pression de 75 MPa. La poudre est placée dans un moule qui subira une force transmise par les deux pistons. L'ensemble est mis dans une enceinte sous vide ou sous atmosphère inerte, le chauffage est assuré par les résistances du four où le matériau à fritter est placé dans une pastilleuse entre deux poinçons et reçoit une pression uni axiale tout au long du traitement thermique. La pastilleuse est généralement en graphite qui résiste aux hautes températures mais utilisée impérativement sous atmosphère protectrice d'argon. La déformation plastique des particules augmente à la température et sous l'effet de la pression. Les dislocations sont accrues et favorisent les phénomènes de diffusion. Le frittage à chaud sous charge permet d'obtenir des matériaux très denses, sans porosité et de dimensions définitives. Même si cette technique donne satisfaction pour la densité recherchée, elle a des inconvénients qui peuvent limiter son utilisation en raison de la réactivité de l'échantillon et le moule qui peut se déclencher à haute température et haute pression. Le prix élevé du moule et sa fragilité accrue peuvent constituer un handicap à l'utilisation de cette technique [41].

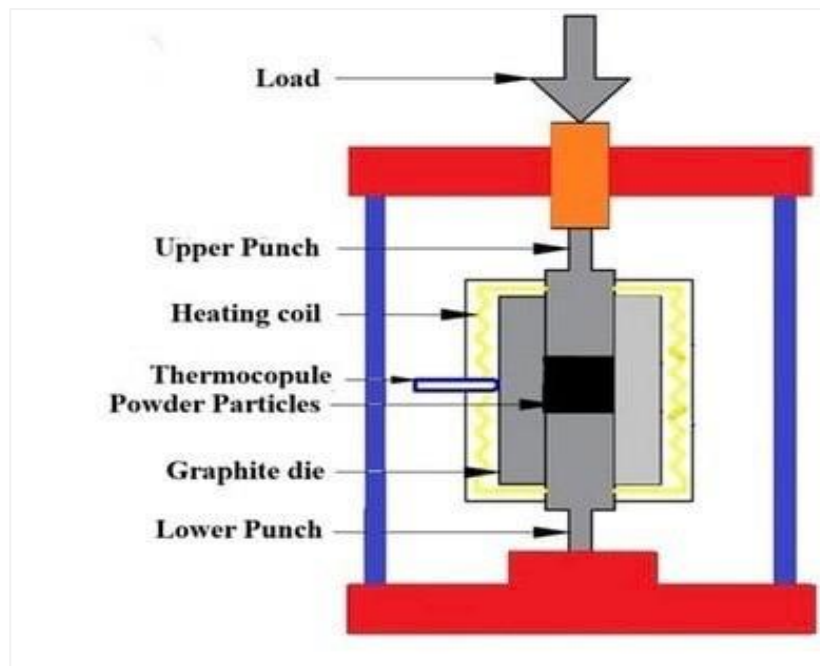


Figure II.12. Schéma pour Le pressage à chaud.[41]

6.3. La compression isostatique à chaud (Hot Isostatique Pressing HIP) :

La compression isostatique à chaud (CIC) En anglais il est appelé HIP (Hot Isostatique Pressing) tandis que le frittage sous pression de gaz est dit GPS (Gas Pressure Sintering). Dans le procédé HIP, l'échantillon est encapsulé sous vide et placé dans une enceinte métallique étanche et chauffé à température convenable sous une pression de gaz. Par contre dans le procédé GPS, l'application directe de la pression est assurée par le gaz environnant.

6.4. Le frittage flash (SPS) (Spark Plasma Sintering) :

Les premières expériences utilisant un courant électrique pour densifier une poudre, remontent aux années 30. L'apparition de la technique connue sous le nom de « Spark Plasma Sintering » était développée dans les années 60 par Inoue [42].

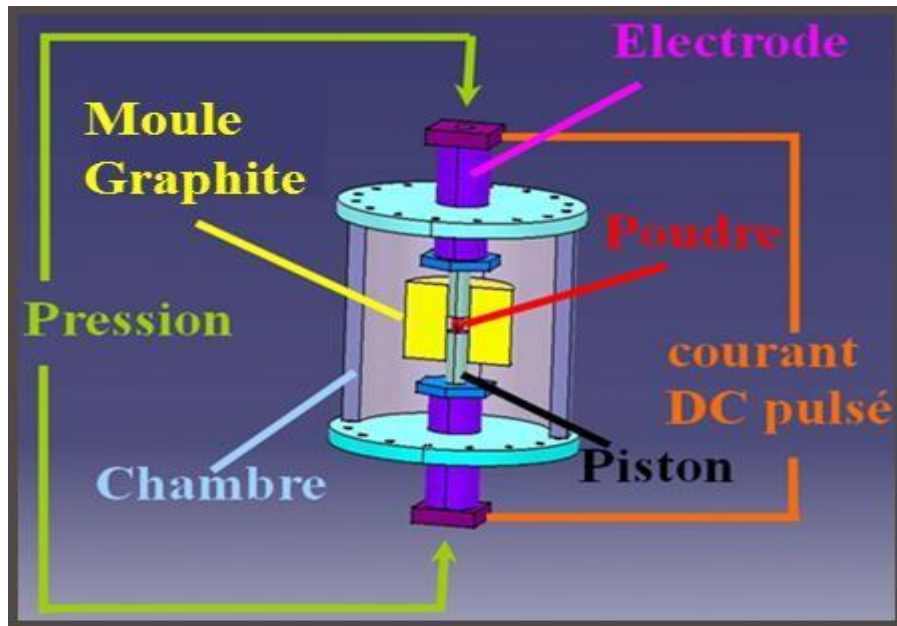


Figure II.13 : Schéma de Le frittage flash (SPS)[42].

L'intérêt porté pour cette technique ne cesse d'augmenter vue le nombre de publications jusqu'au aujourd'hui. Le principe de cette technique (SPS) est voisin de celui du pressage à chaud (HP), la différence réside dans le mode de chauffage. En effet, le chauffage est réalisé par l'application d'un courant électrique (continu, pulsé ou alternatif) à travers l'enceinte de pressage et parfois à travers l'échantillon. La figure montre le schéma du frittage flash. Lorsqu'il s'agit d'un matériau isolant, la matrice est chauffée par effet joule, et l'échantillon sera chauffé par un transfert d'énergie thermique.[42]

De très importantes vitesses de montée en température (jusqu'à 1000 °C/min et plus) sont ainsi atteintes par effet Joule. L'application d'un champ électrique est par ailleurs supposée accélérer les vitesses de transfert de matière par des mécanismes d'électromigration [43].

6.5. Les avantages, défis et application de frittage sous charge :

Tableau II.4 : les avantages, défis et application de frittage sous charge[43].

Avantage	-Densité élevée (proche de 100 % théorique). -Microstructure fine (moins de croissance de grains qu'en frittage classique). -Matériaux difficiles à fritter (composites, céramiques ultra-réfractaires). -Économie d'énergie (température et durée réduites).
Défis	-Coût élevé des équipements (notamment pour le HIP ou SPS). -Complexité de mise en œuvre (optimisation pression/température). -Limitation des formes géométriques (dépend du moule ou de l'enceinte).
Application	-Industrie aérospatiale (pièces en alliages légers ou superalliages). -Outils coupants (carbures cémentés, céramiques comme le SiC ou Al₂O₃). -Biomatériaux (implants en hydroxyapatite). -Électronique (substrats céramiques pour circuits).

6.6. Frittage sous charge électromagnétique (micro-Onde) :

Une technique de frittage ultrarapide prometteuse est le chauffage par micro-onde. L'intérêt pour le chauffage par micro-onde dans l'industrie céramique remonte aux années 1960, alors que les économies d'énergie et de temps étaient déjà une préoccupation importante, avec des applications basses températures comme le séchage et des applications hautes températures comme frittage. Dès la fin des années 1980 ; de nombreux travaux ont montré que la plupart des poudres céramiques pouvaient être chauffées et même frittées par micro-onde.

De nombreux auteurs ont rapporté des avantages spécifiques à cette technique : accélération des cinétiques de densification entraînant une réduction significative de la température de frittages et des temps de cycle, ralentissement des cinétiques de croissance granulaire lié a priori à un effet combiné des basses température et des temps de ce cycle réduit. Cependant ; la multitude de résultat parfois spectaculaire obtenue sur une grande variété de matériau ne s'accompagne pas d'une aussi étonnante avancée de la compréhension des interactions entre le champ électromagnétique et les matériaux qui favoriseraient la densification et limiteraient la croissance de grains. Par ailleurs ; le frittage micro-onde semble moins adapté au frittage de poudre métallique ; même si quelques équipes semblent avoir obtenues des résultats encourageants [44].

6.7. Frittage naturel (frittage sans pression) :

On remplit le moule avec la poudre, puis on chauffe soit le moule, soit la pièce moulée à la température de frittage. Bien que ce procédé soit économique, il présente souvent une porosité résiduelle importante. Pour réduire cette porosité et éviter une croissance excessive des grains, il est nécessaire d'ajouter des additifs et de contrôler l'atmosphère de frittage. Après traitement, la densité peut atteindre plus de 95 % de la densité théorique.[44]

6.8. La méthode de Sel fondu (Molten Salt) :

La méthode molten salt shielding (MSS) est une méthode relativement simple pour préparer des poudres de céramique, dans laquelle un sel fondu est utilisé comme milieu réactionnel pour la dissolution et la précipitation de réactifs. De manière significative la synthèse de sels fondus (MSS) utilise des sels inorganiques fondus comme milieu réactionnel liquide, ce qui peut accélérer les vitesses de réaction et isoler virtuellement les réactifs et les produits de l'air. Par conséquent, cette méthode est hautement souhaitable pour la préparation de matériaux oxydables sans atmosphère et à basse température. En fonction de la nature des sels, la température de travail de cette méthode se situe dans la plage de 100 à plus de 1000 °C permettant l'accès à une variété de matériaux [45].



Figure II.14 : Creuset en Porcelaine

6.9. Le rôle du sel utilisé :

Les sels fondus sont largement utilisés comme additifs pour favoriser les réactions à l'état solide. Ils sont généralement ajoutés en petites quantités, représentant quelques pourcents de la masse totale. Leur rôle principal est celui de solvant ionique temporaire, ce qui permet :

D'augmenter la vitesse cinétique des réactions en améliorant la mobilité des réactifs et le contact entre les particules, tout en permettant une synthèse à plus basse température.

D'améliorer l'homogénéité du mélange réactionnel.

De contrôler la taille et la morphologie cristalline des produits formés.

De limiter l'agglomération des particules pendant la réaction.

Et surtout, de protéger le produit final de l'oxydation, en créant un environnement chimique neutre ou réducteur, ce qui est particulièrement important lors des traitements à haute température [46].

6.10. Les avantages de la méthode de sels fondus :

Par la comparaison à d'autres méthodes de synthèse, le molten salt présente plusieurs avantages. Ces avantages comprennent sa simplicité, sa fiabilité, son évolutivité, sa généralisation, son respect de l'environnement, son rapport coût-efficacité. En plus, c'est la méthode la plus rentable pour obtenir des poudres monophasiques cristallines purifiées chimiquement à des températures plus basses et souvent dans des temps de réaction globalement plus courts avec peu d'impuretés résiduelles par rapport à la réaction conventionnelle à l'état solide. Cela permet non seulement d'abaisser la température de réaction et le temps de réaction, mais aussi de contrôler la morphologie et la taille des particules [47].

7. Conclusion :

Le frittage est un processus thermique essentiel de science des matériaux qui met en œuvre la consolidation des poudres pour produire des matériaux denses et résistants. Le processus repose sur des mécanismes concurrentiels tels que la diffusion atomique, le réarrangement des particules et la croissance des grains, contrôlés par des paramètres importants tels que la température, la pression, la durée et l'atmosphère de frittage.

Grâce à sa polyvalence, le frittage trouve des applications dans divers domaines : métallurgie des poudres, céramiques techniques, fabrication de composites et impression 3D. Parmi ses avantages, on peut citer la possibilité de fabriquer des pièces aux géométries complexes, un bon contrôle des microstructures et une bonne efficacité énergétique par rapport à d'autres procédés de fabrication.

Cependant, des défis persistent, comme le contrôle précis de la porosité résiduelle ou les phénomènes de retrait. Les innovations récentes, comme le frittage flash (SPS) ou les techniques hybrides, ouvrent la voie à des matériaux aux propriétés améliorées.

En résumé, le frittage reste une technologie incontournable pour la fabrication de matériaux haute performance, avec un potentiel encore largement inexploité grâce aux avancées scientifiques et technologiques [47].

CHAPITRE III : Partie expérimentale

1. Introduction :

Selon l'objectif de cette étude, nous avons tous d'abord, optimiser une température de frittage de l'Aluminium, ensuite, nous avons examiné une nouvelle technique expérimentale nommée : la protection par des sels fondus, cette synthèse a été découverte par Dash et al qui ont rapporté la méthode de synthèse/frittage protégée par des sels fondus qui utilise les sels pour : protéger l'échantillon de l'oxydation et guider le processus de réaction.

Notre objectif est de mettre au point un matériau composite à base d'Al/Fe₂AlB₂ en utilisant la méthode des sels fondus, dans le cadre de travaux réalisés au laboratoire LERTI de l'université de Blida 1.

Pour la détermination du taux de porosité la méthode de poussée d'Archimède a été faite entre les échantillons avant et après frittage aussi vu les microstructures, étude de la microdureté, comportement tribologique et profilomètre 2D.

2. Préparation des poudres :

Aluminium pure :

Dans Notre étude, nous avons utilisé une poudre d'aluminium pure et fine de la marque BIOCHEM Afin de déterminer la température de frittage optimale. Pour cela, on a été réalisé plusieurs tests.



Figure III.1 : Aluminium pure.

3. Pesée :

Dans le but d'assurer une stœchiométrie précise du mélange réactionnel, une masse de 3g de poudre d'aluminium pure a été rigoureusement pesée à l'aide d'une balance analytique de haute précision (10^{-4} g) de type ADAM, au sein du Laboratoire d'Études et de Recherche en Technologie Industrielle (LERTI).



Figure III.2 : Balance de précision Type ADAM

3.1. Compactage à froid :

Après la pesée, on a nettoyé le dispositif de compactage uni axiale à froid par l'acétone puis on a rempli le dispositif avec poudre d'aluminium après on a compacter la poudre en utilisant une presse de type **specac** En appliquant une pression entre 5 et 10 Tonne pendant 5min.



Figure III.3 : Dispositif de compactage.



Figure III.4 : Presse hydraulique de type Specac.

Après on a libéré le dispositif et enlever la pièce d'aluminium pure et on aura une pastille comme la montre la figure suivante.

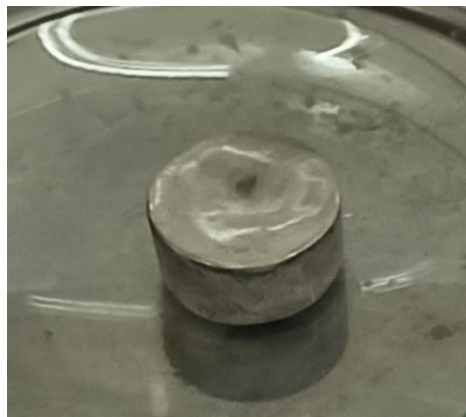


Figure III.5 : Pastille d'Aluminium.

3.2. Elaboration de notre composite Al/Fe₂AlB₂

3.3. Choix des poudres et pesées :

La phase MAB Fe_2AlB_2 a été et fourni par l'équipe de **D^R Youcef hadji** cette dernière a été élaborer par la méthode des sels fondus (**Tableau III.1**) et nous nous avons procurer à faire des composites d'aluminium plus phase MAB Fe_2AlB_2 en l'ajoutons et varions le pourcentage de la phase mab entre 5 jusqu'à 15 % et le tableau suivant représente les différents échantillons après pesées en indiquant que chaque échantillon contient 3g.

Tableau III.1 : Les caractéristiques des différentes poudres

Elément	Taille de la poudre (μm)	Marque	%	Masse molaire (g/mol)
Al	25	BIOCHEM	98.0	53.96
B	44	SIGMA ALDRICH	95.0	10.811
Fe	37	BIOCHEM	99.5	111.68
Sn	44	BIOCHEM	98.9	23.742

Tableau III.2 : Les différentes compositions des composites élaborés :

Pourcentage %	Masse d'Aluminium (g)	Masse de Fe_2AlB_2 (g)
0 %	3g	0g
5 %	2.85g	0.15g
10 %	2.7g	0.3g
15 %	2.55g	0.45g



Figure III.6 : le Fe_2AlB_2 en poudre

3.4. Homogénéisation :

Le mélange de poudre a été fait manuellement en mettant le mélange de poudre dans une boîte de prélèvement en ajoutant aussi deux billes de 6mm de 100Cr6 ; le mélange a été fait pendant 24h.

3.5. Compactage de poudres :

Après l'homogénéisation de nos poudres on met le mélange dans le dispositif avant de faire le compactage uni-axiale à froid.

En utilisant une presse hydraulique de type hydraulique **specac** En appliquant une pression entre 10 Tonnes pendant 5min Afin d'obtenir des échantillons soumis à la même pression.

3.6. Calcule la densité et le taux de porosité avant frittage (par la méthode de poussée d'Archimède) :

Le calcul du taux de porosité, a été réalisé en faisant appelle a la méthode de calcul par poussée d'Archimède en mesurons la masse des échantillons en masse sèche mouillée et immergée afin de faire une étude comparative entre les échantillons avant et après frittage.

Chapitre III : Partie expérimentale

Le principe d'Archimède énonce que tout corps partiellement ou totalement immergé dans un fluide (liquide ou gaz) subit une force verticale dirigée de bas en haut, appelée poussée d'Archimède. Cette force est égale au poids du volume de fluide déplacé par le corps.

Cette force s'explique par la différence de pression entre le bas et le haut du corps immergé. Elle tend à faire remonter les objets moins denses que le fluide (ils flottent), tandis que ceux dont la densité est plus élevée ont tendance à couler.

Le tableau suivant représente les différentes masses, et différentes valeurs de ρ_{exp} ; P (%), ρ_{th} .

Tableau III.3 : Les différentes masses, et différentes valeurs de ρ_{exp} ; P (%), ρ_{th}

Échantillon	Ms	Mm	Mim	ρ_{exp} (g/cm ³)	P (%)	ρ_{th}
5 %	2.6073	2.6427	1.6189	2.02	25.33	2.7
10 %	2.8799	2.9474	1.8292	2.43	8.78	2.7
15 %	3.4274	3.5001	2.1698	2.44	7.82	2.7
AL PURE	8.7384	8.7604	5.2165	2.46	8.84	2.7

4. Frittage :

Les échantillons ont été enveloppés dans un creuset en porcelaine, puis entièrement recouverte par NaCl industriel en poudre afin d'assurer une protection efficace contre l'oxydation en milieu à haute température. Il est impératif que le creuset soit totalement rempli, de manière à garantir une couverture complète de capsule et mise dans un four électrique dans une température de 550°C avec un temps de maintien de 2H et refroidissement dans le four fermé.



Figure III.7 : creuset en porcelaine



Figure III.8 : creuset au four électrique



Figure III.9 : la température de frittage

5. Calcule la densité et le taux de porosité après frittage (par la méthode de poussée d'Archimède) :

On a suivi les mêmes procédures précédentes :

Le tableau suivant représente les différentes masses, et différentes valeurs de ρ_{exp} ; P (%), ρ_{th} .

Tableau III.4 : les différentes masses, et différentes valeurs de ρ_{exp} ; P (%), ρ_{th} .

Échantillon	Ms	Mm	Mim	ρ_{Exp} (G/cm ³)	P (%)	ρ_{Th}
5 %	2.6109	2.6349	1.5872	2.47	8.55	2.7
10 %	2.8906	2.9123	1.7816	2.55	5.49	2.7
15 %	3.4079	3.4511	2.1215	2.56	4.24	2.7
AL PURE	8.4194	8.4218	5.0154	2.55	7.62	2.7

PREPARATION METTALOGRAPHIQUE :

5.1. RECUPERATION DES ECHANTILLON ET POLLISAGE :

Après frittage nous avons récupère les échantillons qui vont subi des opérations de polissage avec une polisseuse mécanique au niveau de laboratoire études et recherche en technologie industrielles LERTI (université de Blida 1) pour l'obtention d'un très bon état de surface, les échantillons doivent rectifiés avant être examinés au microscope. Donc pour différents papiers abrasifs de granulométrie croissante (de 400 à 4000) ont été utilisé sur une polisseuse rotative avec lubrification à l'eau.



Figure III.10 : Machine polisseuse de la marque (PRESI) Mechatech 250

Après le polissage grosse les échantillons ont été subi par un polissage de finition qui a été réalisé manuellement avec une solution diamantée de $3\mu\text{m}$ et $1\mu\text{m}$ et $0.25\mu\text{m}$ sur une peau de chamois afin d'avoir une surface nette comme un miroir. Cette opération a été faite par mon collègue **BOUZIANI Abdelkarim** au niveau d'un atelier de fabrication d'or et argent à el affroun blida.



Figure III.11 : solution diamantine (menzerna m5)

6. Observation microscopique :

L'analyse de la microstructure des matériaux composites après leur élaboration est une étape cruciale pour mieux comprendre leurs propriétés mécaniques, thermiques et électriques. La microscopie optique est l'un des outils utilisés pour observer la répartition des phases, la morphologie des particules de renfort ainsi que les éventuels défauts présents dans la structure du matériau.

Les matériaux composites sont généralement constitués de deux phases principales : la matrice (qui assure la cohésion) et le renfort (qui apporte les propriétés spécifiques souhaitées). Leur mise en forme repose sur différents procédés, tels que le moulage ou le frittage, qui influencent directement la microstructure finale.

Chapitre III : Partie expérimentale

Après fabrication, l'examen microstructural permet d'évaluer plusieurs aspects essentiels, notamment l'homogénéité de la distribution des renforts, la présence de porosités ou de fissures, ainsi que la qualité des interfaces entre les constituants. Ces observations sont indispensables pour juger de la fiabilité et de la performance globale du composite.

Nous avons utilisé un microscope optique " Nikon Eclipse LV150N " pour ce procédé.



Figure III.12 : Microscope " Nikon Eclipse LV150N "

7. Micro dureté :

L'essai de micro dureté représente une méthode importante que nous avons utilisée pour évaluer la résistance locale à la pénétration du matériau composite, surtout à l'échelle micrométrique. Grâce à cette technique, on peut obtenir des informations utiles concernant la répartition des propriétés mécaniques entre les différentes zones du composite, comme la matrice, les renforts, ou encore les interfaces qui les relient.

Chapitre III : Partie expérimentale

Dans notre cas, cet essai nous a permis de mettre en évidence l'hétérogénéité du matériau, ainsi que l'impact de la distribution des renforts, la présence éventuelle de porosités ou de défauts de liaison. Les résultats obtenus nous ont aussi aidés à comparer la dureté locale entre plusieurs régions du composite, ce qui est utile pour évaluer la qualité du procédé de fabrication et l'efficacité de l'ajout du renfort.

L'essai a été réalisé avec un duromètre en appliquant une charge relativement faible (souvent inférieure à 1 N), afin d'éviter d'endommager l'échantillon et de pouvoir cibler précisément les zones à étudier.

Ces mesures nous ont finalement permis d'établir un lien entre la microstructure observée et les propriétés mécaniques du matériau, ce qui nous aide à mieux comprendre son comportement en service.



Figure III.13 : Micro d'uromètre de type Vickers (INOVATEST FALCON 400)

8. Tribologie :

Des essais de tribologie ont été réalisés afin d'évaluer la résistance au frottement et à l'usure des composites obtenus. Le test utilisé est de type bille sur plan, effectué sur un tribomètre de marque " Anton Paar ", selon un mouvement de glissement rotatif (mouvement circulaire). Une bille (MCB 51107) est mise en contact avec la surface plane de l'échantillon monté sur un disque, sous une charge normale de 1N puis 3N. Le glissement s'effectue à une vitesse constante de 10cm/s sur une distance totale de 300 mètres. Quatre échantillons ont été testés dans les mêmes conditions pour assurer la fiabilité des résultats. Ce test permet de mesurer le coefficient de frottement et la perte de masse des échantillons, fournissant ainsi des informations essentielles sur la résistance à l'usure du matériau composite renforcé par Fe_2AlB_2 .

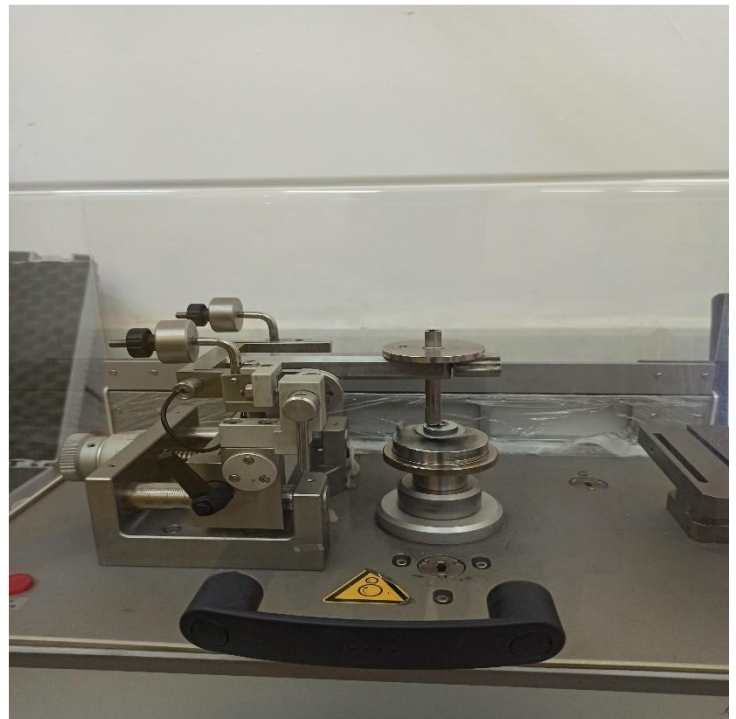
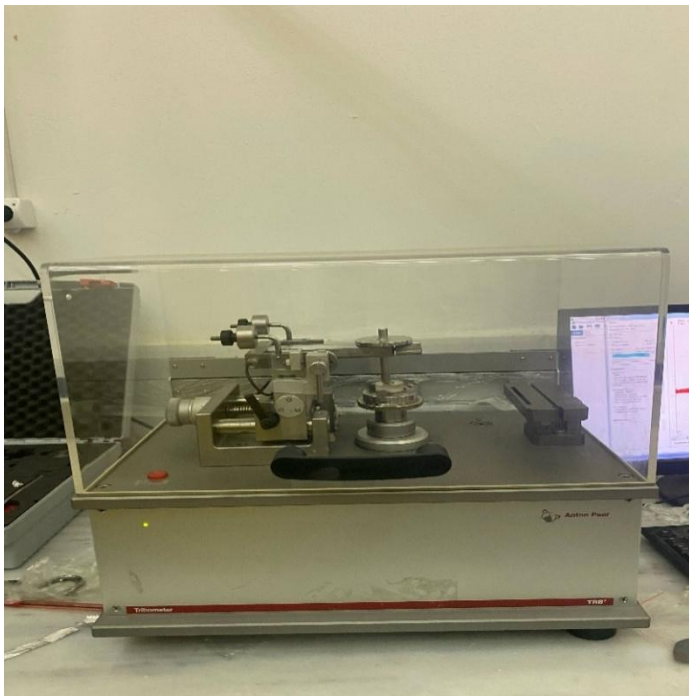


Figure III.14 : tribomètre " Anton Paar ".

Interprétations et discussion des Résultats

Introduction :

Ce chapitre est dédié à l'analyse critique et à l'interprétation des différentes expériences réalisées sur les différents échantillons élaborés afin de pouvoir juger et déterminer les meilleurs résultats obtenus après les différentes expériences réalisées et de pouvoir discuter ces derniers.

1. Calcul du taux de porosité

$$\rho_{theo} : 2,7$$

Tableau IV.1 : taux de porosité

Échantillon	Ms	Mm	Mim	ρ_{exp} (g/cm ³)	P (%)	
5 %	2.6073	2.6427	1.6189	2.02	25.33	Avant
	2.6109	2.6349	1.5872	2.47	8.55	Après
10 %	2.8799	2.9474	1.8292	2.43	8.78	
	2.8906	2.9123	1.7816	2.55	5.49	
15 %	3.4274	3.5001	2.1698	2.44	7.82	
	3.4079	3.4511	2.1215	2.56	4.24	
AL PURE	8.7384	8.7604	5.2165	2.46	8.84	
	8.4194	8.4218	5.0154	2.55	7.62	

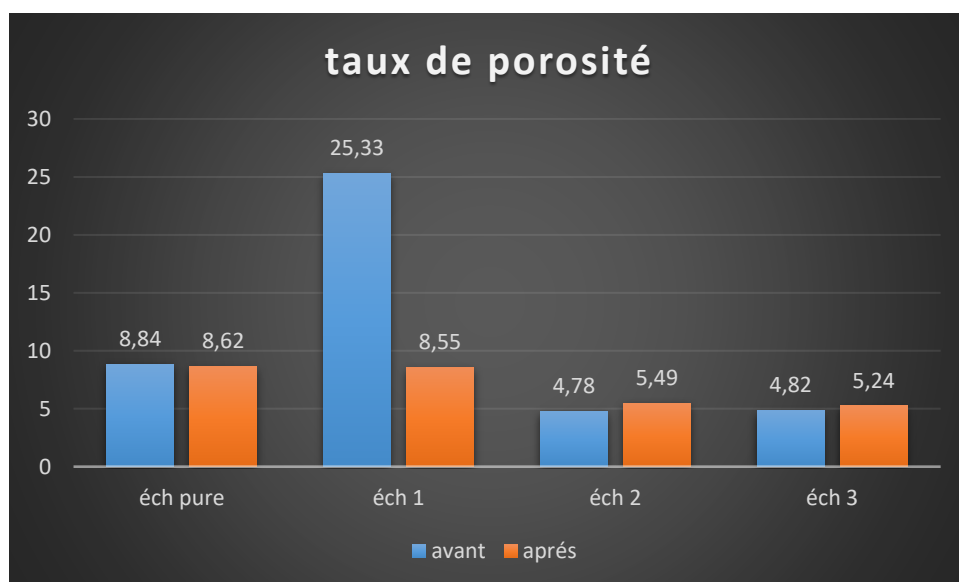


Figure IV.1 : histogramme de taux de porosité

Le tableau présente les mesures de densité réelle (ρ_{exp}), de porosité (P), et des modules mécaniques (Ms, Mm, Mim) pour des échantillons d'aluminium pur et d'aluminium renforcé à 5 %, 10 % et 15 %.

1. Densité réelle (ρ_{exp}) :

La densité diminue globalement avec le pourcentage de renfort, atteignant une valeur autour de 2.56 g/cm³ pour 15 %, ce qui indique une meilleure compaction du matériau.

L'aluminium pur présente une densité légèrement inférieure à celle attendue (2.55 g/cm³), ce qui peut être attribué à une porosité résiduelle.

2. Porosité (P) :

La porosité diminue avec l'augmentation du taux de renfort, passant de 25.33 % à 4.24 %, ce qui suggère une amélioration de la densification par effet de frittage.

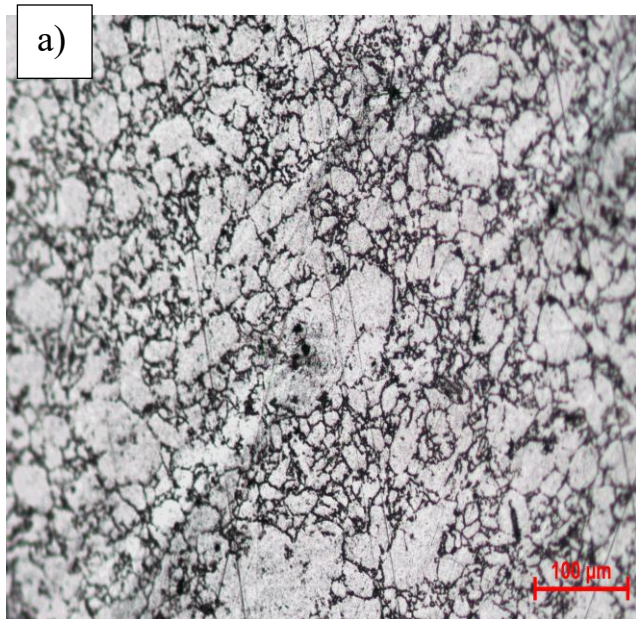
Cette réduction de porosité est cruciale pour les propriétés mécaniques, car elle diminue les sites de concentration de contraintes.

Conclusion :

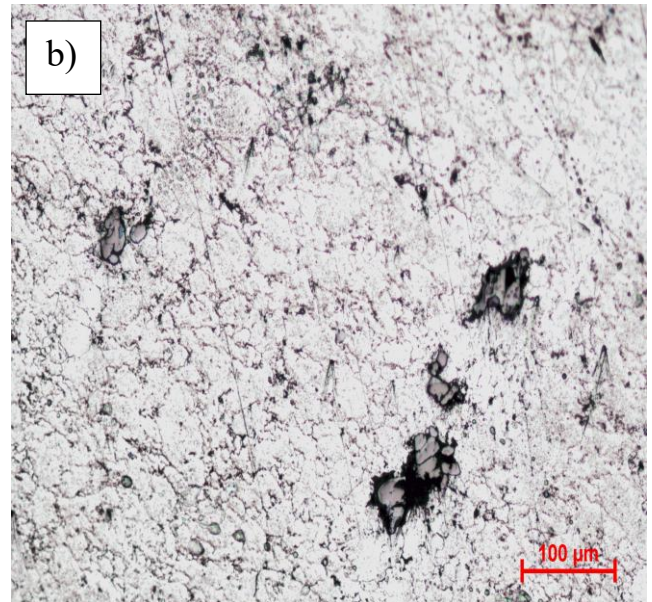
L'ajout progressif de la phase renforçant inflige d'une façon un peu négative (diminution) la densité, ce qui se traduit par un changement des propriétés mécaniques. Ces résultats sont cohérents avec les théories classiques du frittage et du renforcement particulaire, notamment la loi de mixture et les modèles de porosité critique.

2. Observation microscopique

L'observation au microscope révèle



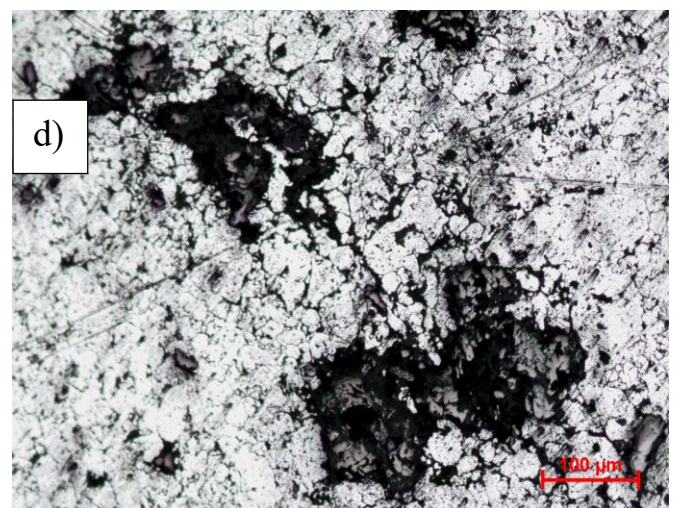
Al 550 2H NACL IND x100



AL5 FE2ALB2 550 2H NACL IND x100



AL 10 FE2ALB2 550 2H NACL IND x100



AL 15 FE2ALB2 550 2H NACL IND x100

Figure IV.2 : micrographie optique X100 a) Al550

La figure IV.2 montre les micrographies au microscope optique des échantillons Al avec différents pourcentages de renforts de Fe_2AlB_2 avec le grossissement X100 on remarque la présence d'une zone avec un contraste gris foncé qui devrait être sûrement la phase Fe_2AlB_2 cette dernière s'accroît sur les figures IV.2 c) et d) en raison de la présence de forte concentration des composites élaborés ce qui est en concordance avec les procédures expérimentales réalisées.

3. Micro dureté :

Les résultats de microdureté appliqués sur différentes zones en appliquant une charge de 100gf et un temps de maintien de 10s et 6 points d'indentations sur chaque échantillon illustré sur **Tableau IV.2 :**

On constate que la dureté sur l'échantillon pur a atteint une valeur de 47,60 Hv cette valeur commence à s'accroître avec l'ajout du renfort de Fe_2AlB_2 jusqu'à atteindre une valeur maximale de 69,69 Hv cette valeur a été enregistrée sur l'échantillon de 10% Fe_2AlB_2 à signaler qu'une valeur de 185,45Hv cette valeur représente probablement la dureté de la phase MAB Fe_2AlB_2 .

Dureté	Ech Pure	Ech 1	Ech2	Ech3
Point 1	56,86	47.43	40.59	36.76
Point 2	38.1	66.54	45.4	32.09
Point 3	56.79	37.38	32.64	109.77
Point 4	45.47	29.39	58.51	109.77
Point 5	46.09	40.35	185.45	32.61
Point 6	42.3	35.49	55.58	36.73
Hv _{Moy}	47.60	42.76	69.69	65.56

Tableau IV.2 : Les résultats de microdureté appliqués sur différentes zones

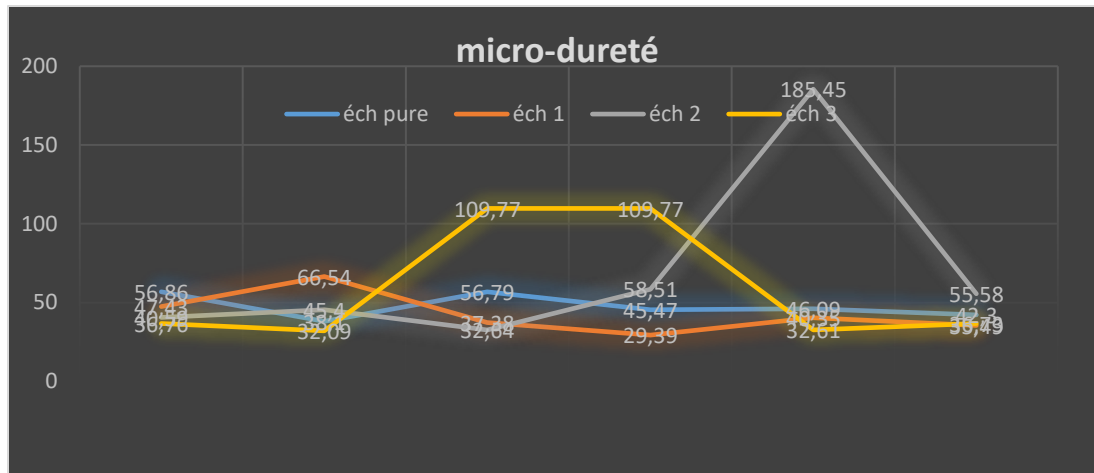


Figure IV.3 : Les résultats de microdureté appliqués sur différentes zones

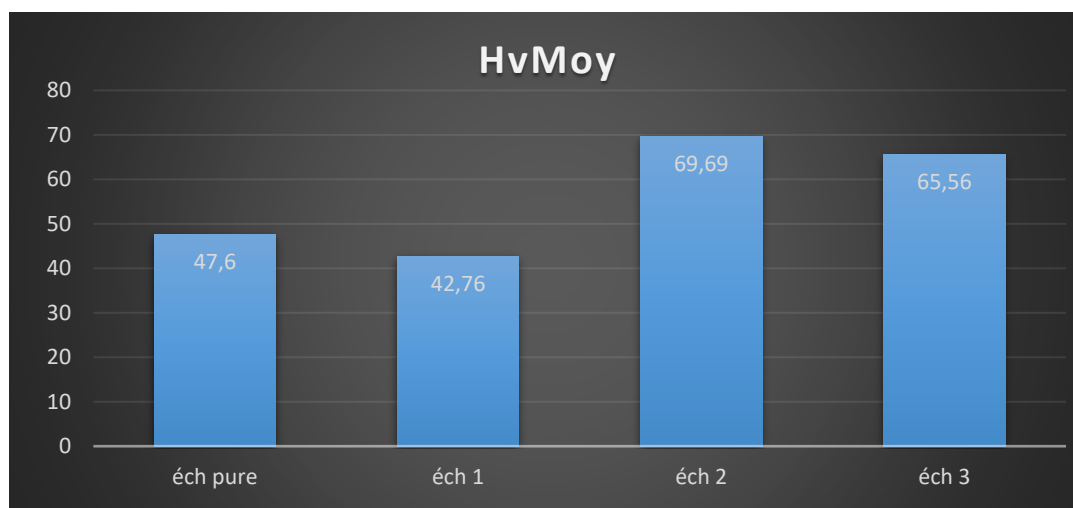


Figure IV.4: Histogramme représente le Hv_{moy}

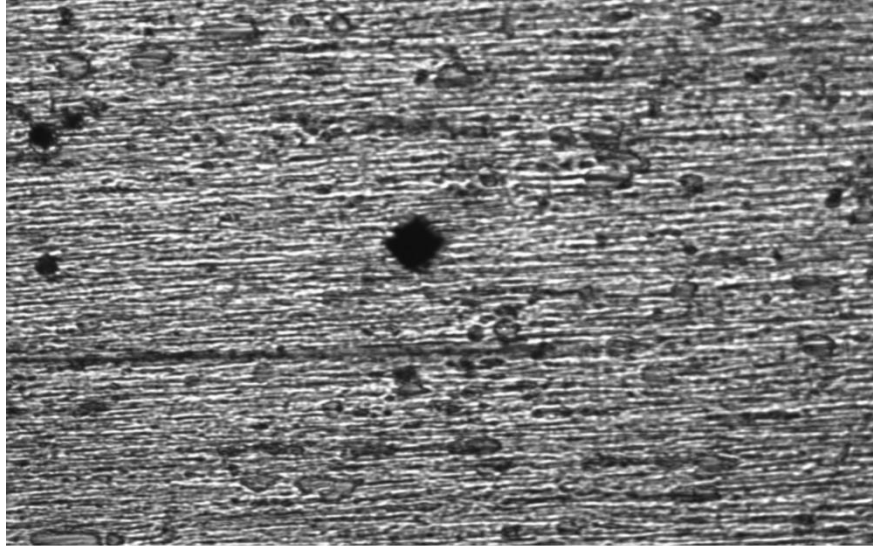


Figure IV.5: Micrographie de microscope optique de trace de bille

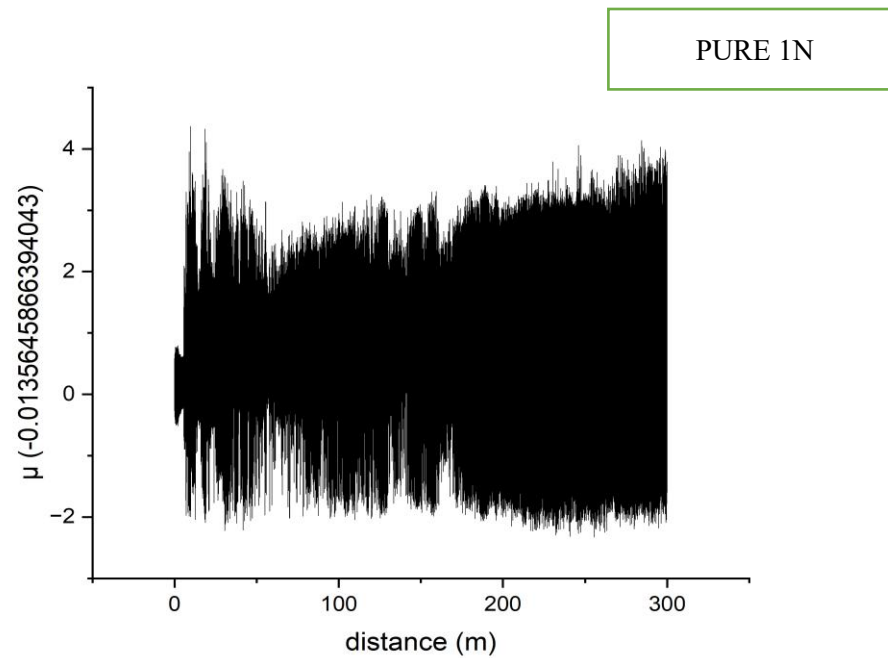
4. Comportement tribologique :

L'essai tribologique du test de portée sur disque a été mené et analysé sur de l'aluminium pur ainsi que sur des composites Al/Fe₂AlB₂ à divers pourcentages.

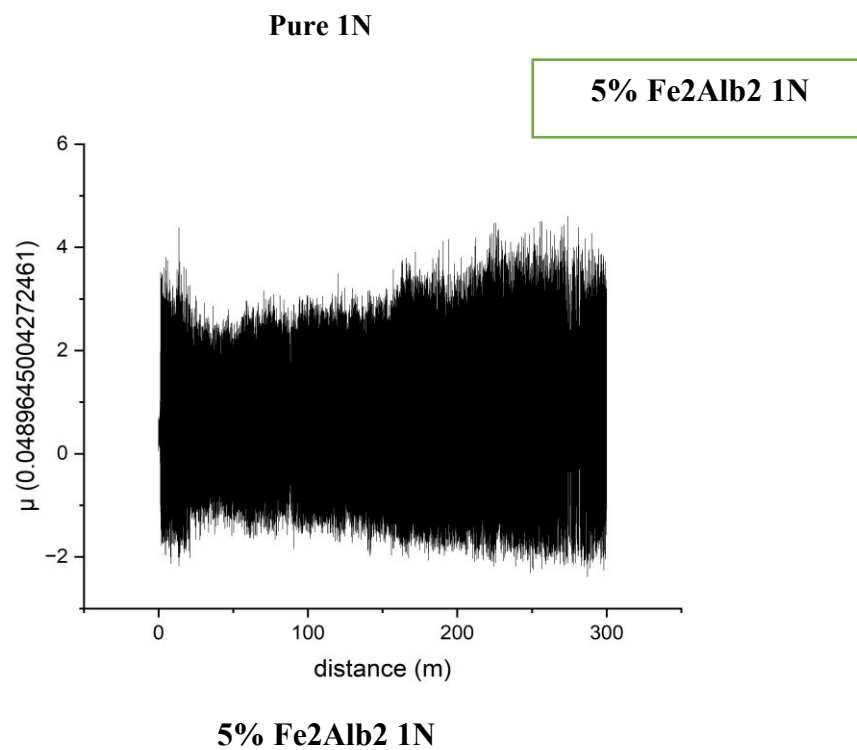
Les illustrations ci-dessous **Figure IV.4** démontrent les graphiques du coefficient de friction μ en relation avec la distance (en mètres) parcourue pour chaque échantillon soumis à une force de 1N et 3N, sur une distance de 300 mètres, en utilisant une bille en acier 100Cr6 dans des conditions ambiantes.

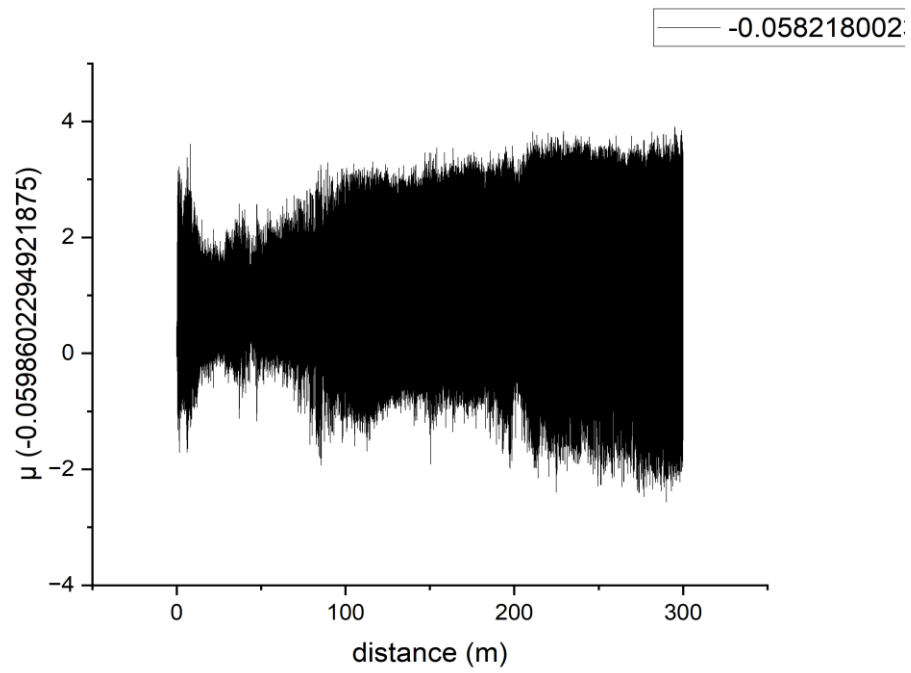
Durant les essais de pion sur disque sur nos échantillons on peut constater que sur l'échantillon d'aluminium pur le coefficient de frottement sous charge de 1N était aux alentours de 0.881 ce coefficient commence à se dégrader en ajoutant le renfort Fe₂AlB₂ jusqu'à atteindre une valeur de 0,481 (soit une réduction de 50%) pour l'échantillon de 15% de Fe₂AlB₂, le même constat est remarqué si on augmente la charge à 3N ou le coefficient de frottement diminue de 0,668 pour l'échantillon 100% Aluminium à une valeur de 0,423 pour l'échantillon de 15% Fe₂AlB₂ (soit 100% de réduction) cette diminution est due probablement au caractère lubrifiant de la phase MAB Fe₂AlB₂ comme illustré **Figure IV.5**.

4.1 Courbe de frottement :



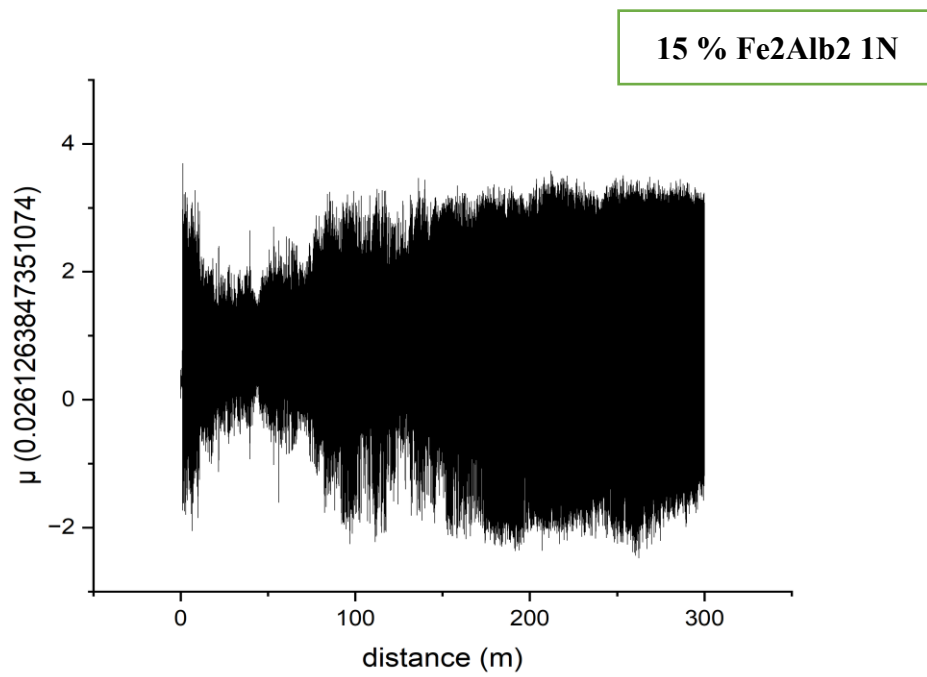
a. Charge 1N :



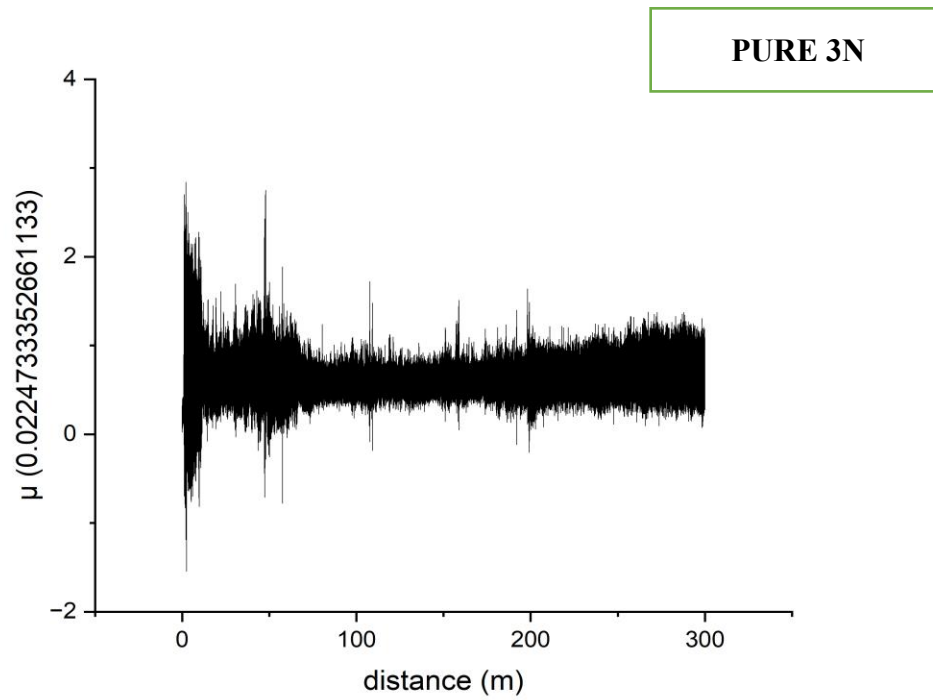


10 % Fe₂Alb₂ 1N

10 % Fe₂Alb₂ 1N

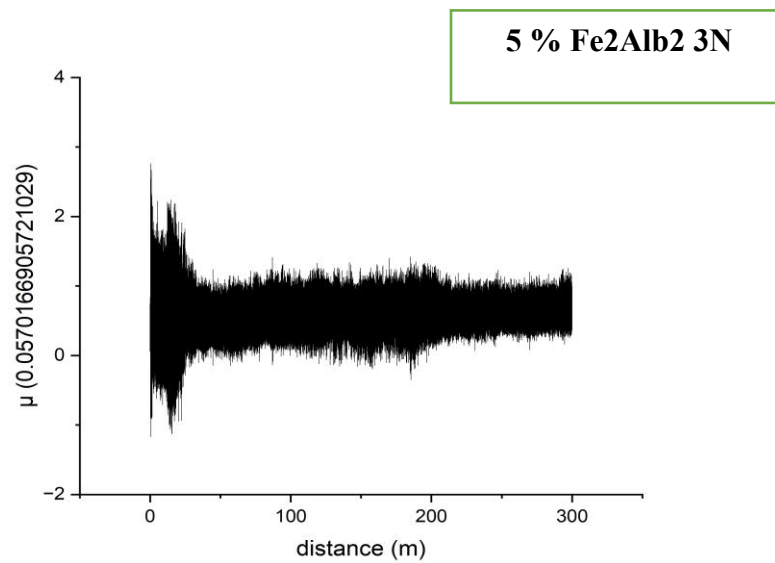


15 %Fe₂Alb₂ 1N

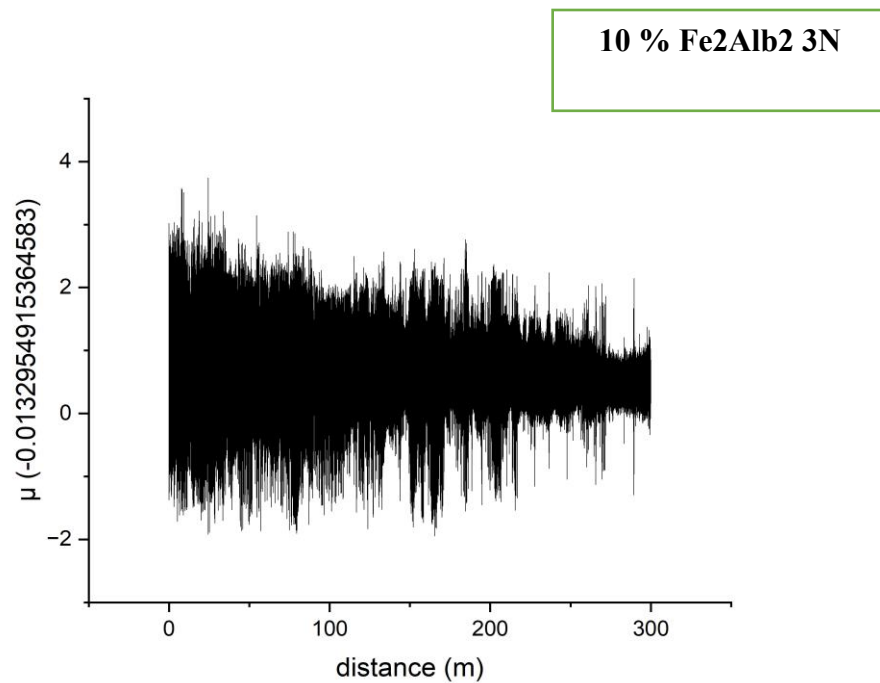


b. Charge 3N

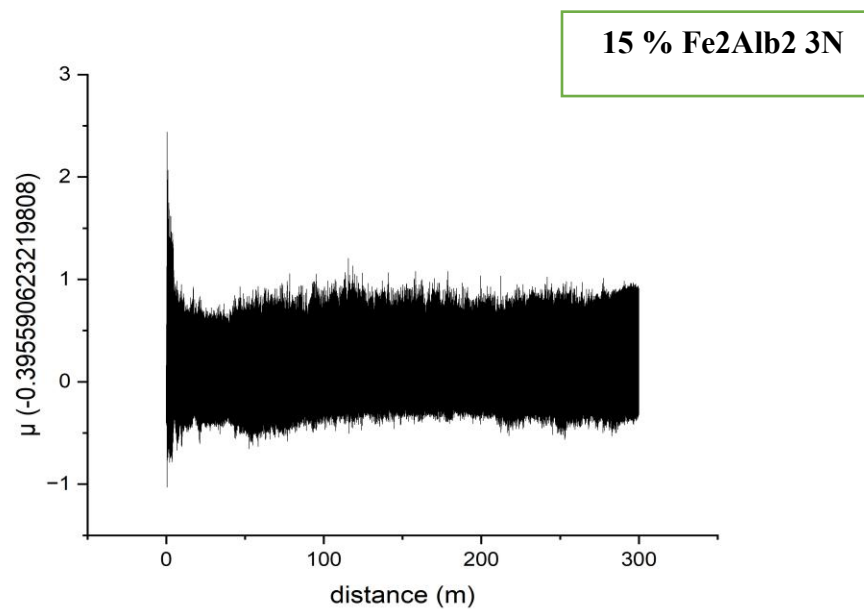
PURE 3N



5 % Fe₂Alb₂ 3N



10 % Fe₂Alb₂ 3N



15 % Fe₂Alb₂ 3N

Figure IV.6: Les graphiques du coefficient de friction μ en relation avec la distance (en mètres).

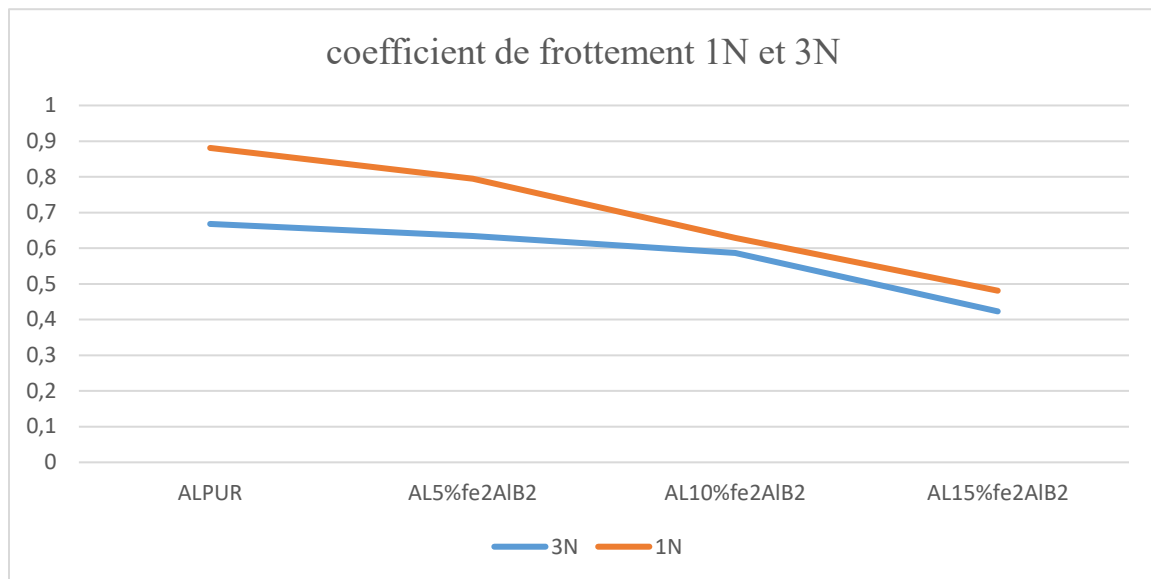


Figure IV.7 : coefficient de frottement 1N et 3N

Expertise de la piste d'usure1N :

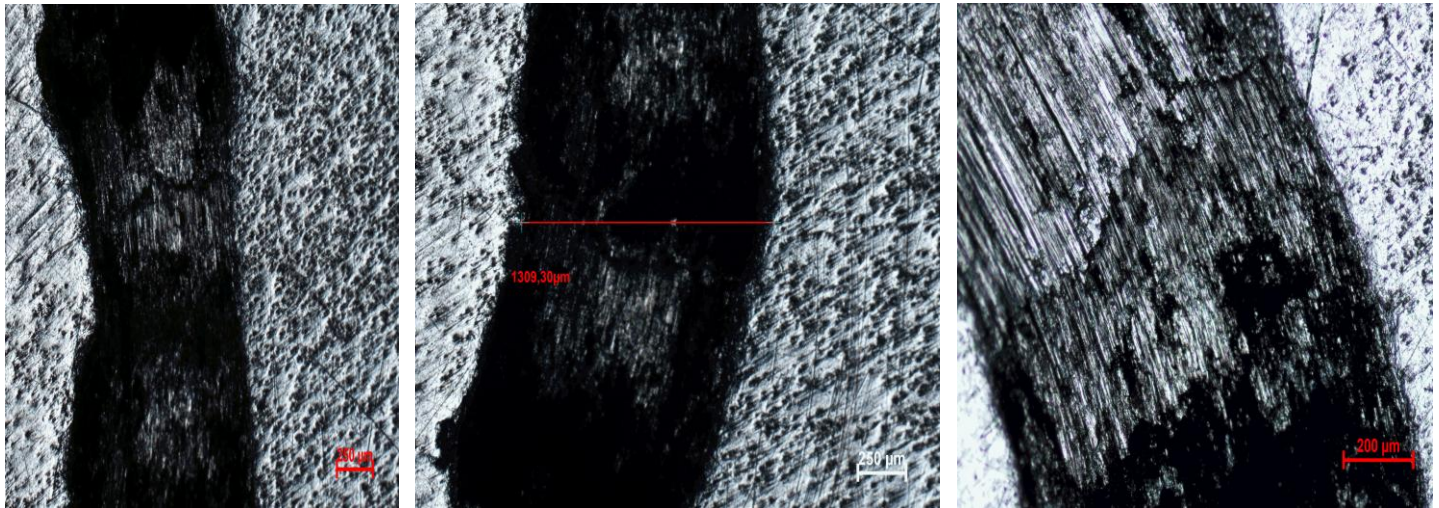


Figure IV.8: AL PURE

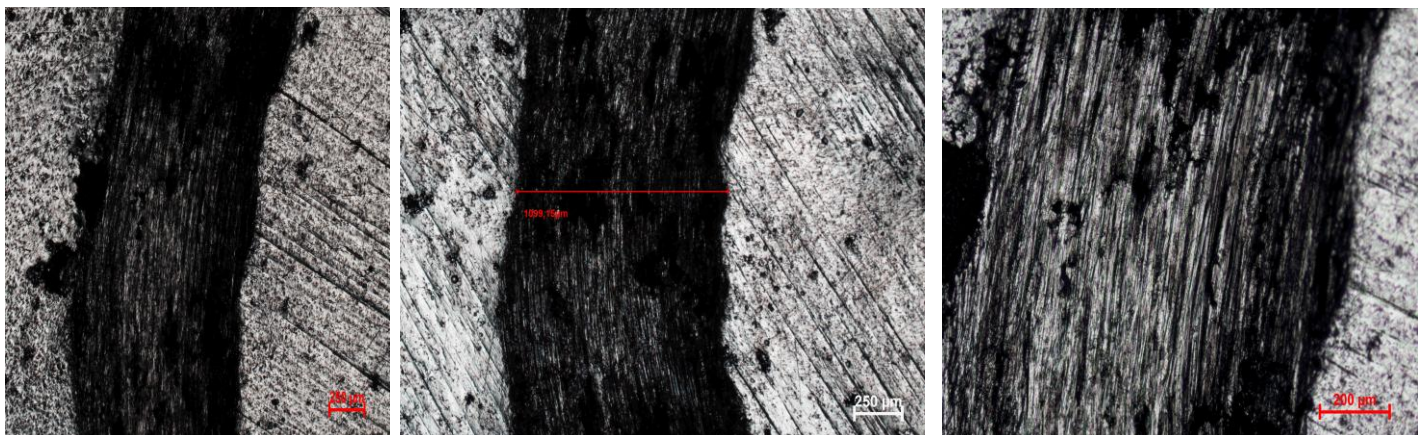


Figure IV.9 :5% Fe2Alb2

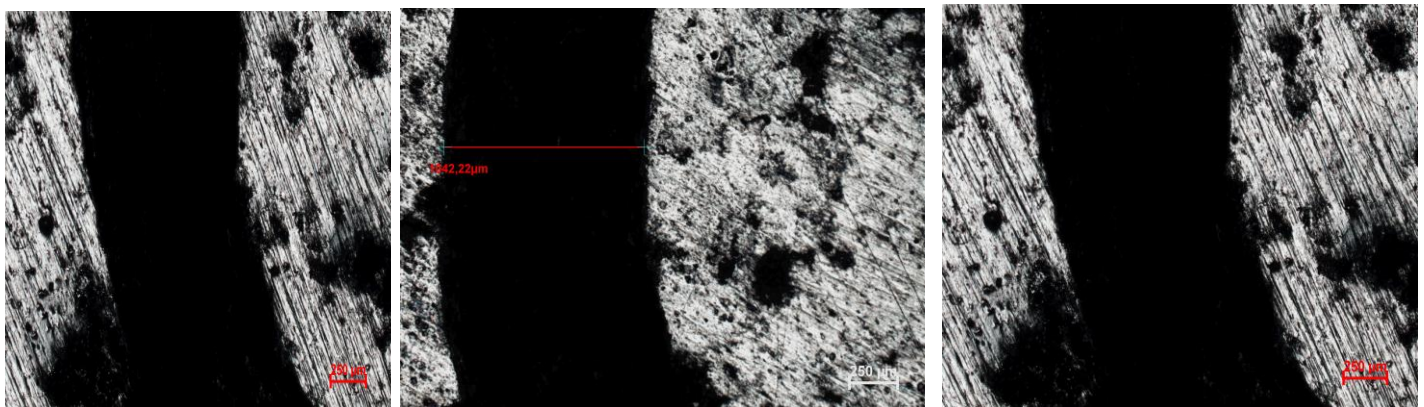


Figure IV.10:10% Fe2Alb2

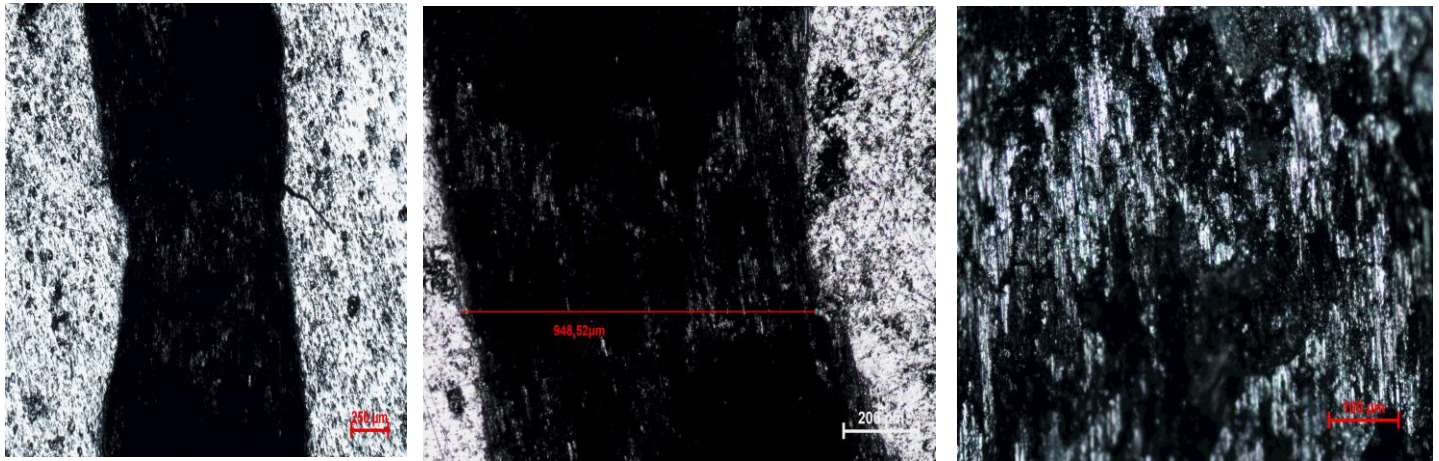
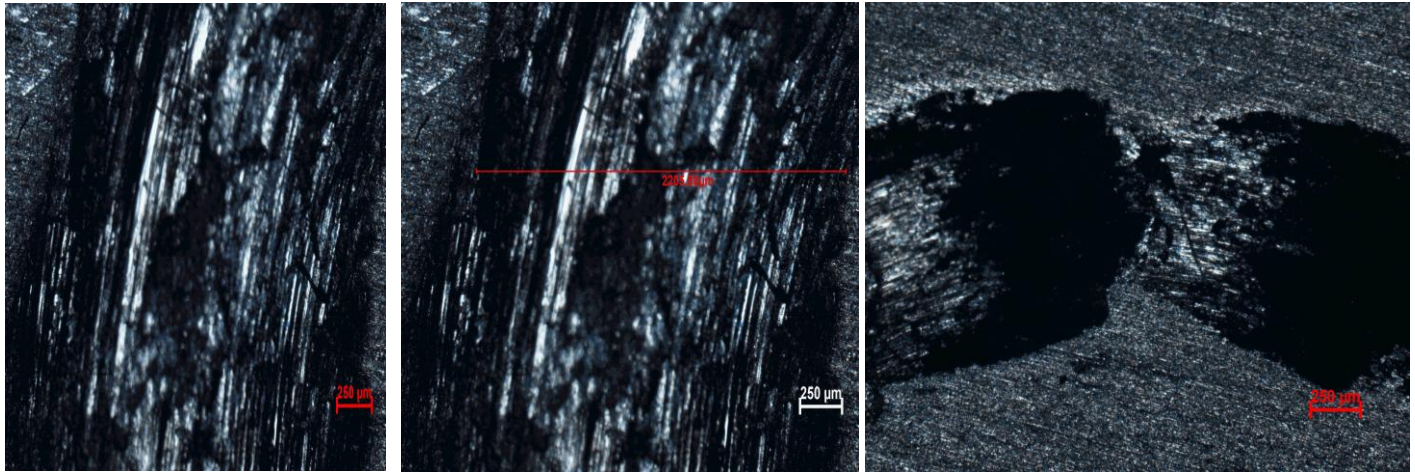
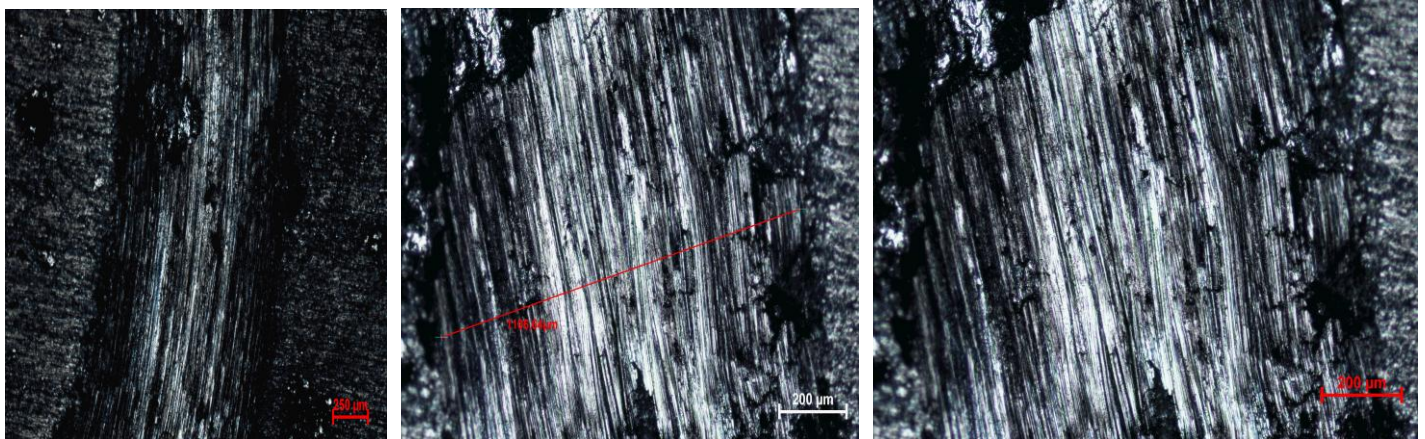


Figure IV.11:15% Fe₂Alb₂

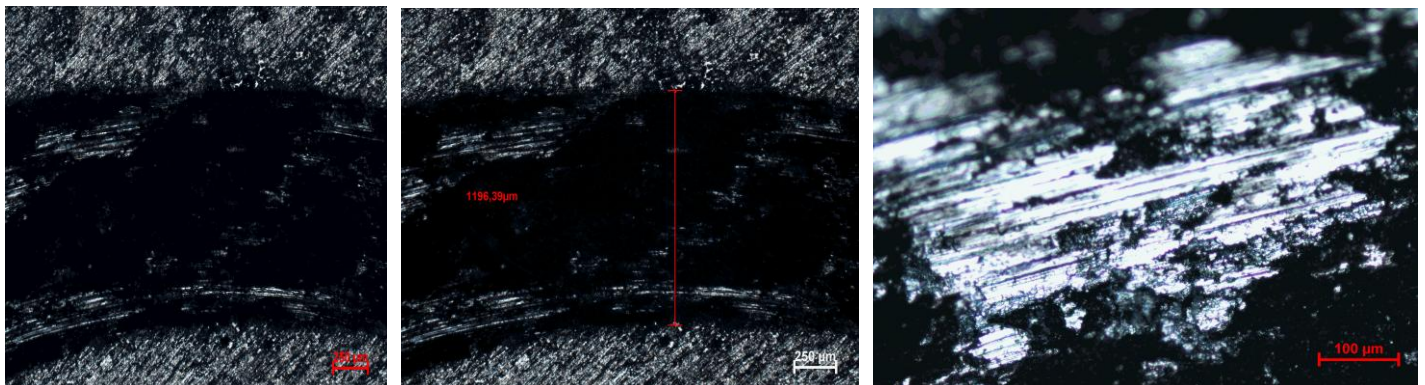
c. Expertise de la piste d'usure 3N :



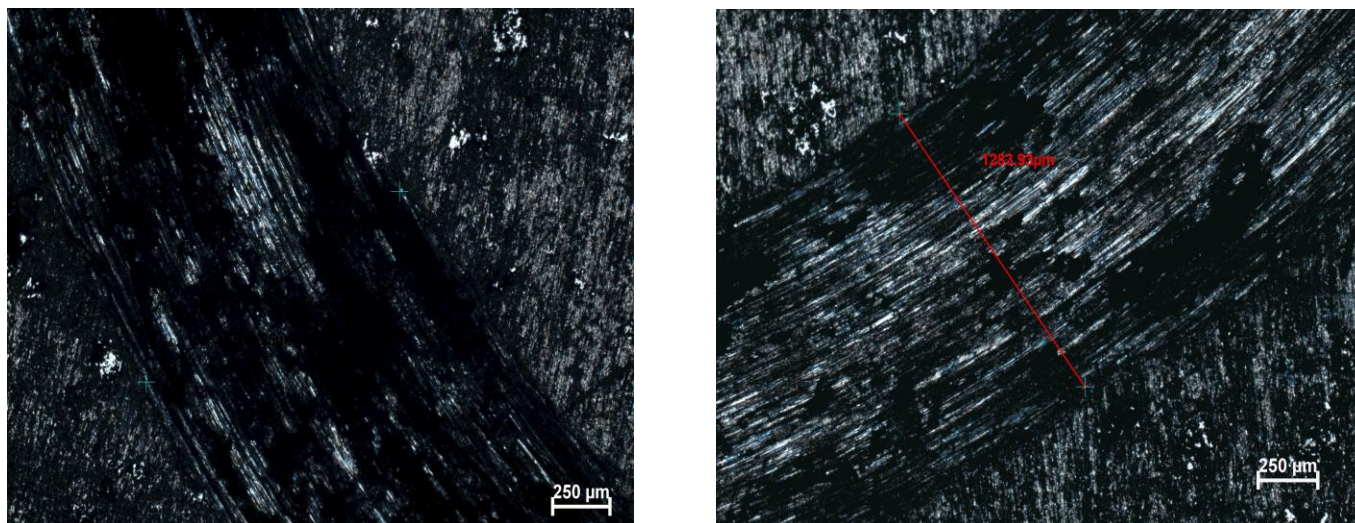
AL PURE



5% de Fe_2AlB_2



10% de Fe_2AlB_2



15% de Fe_2AlB_2

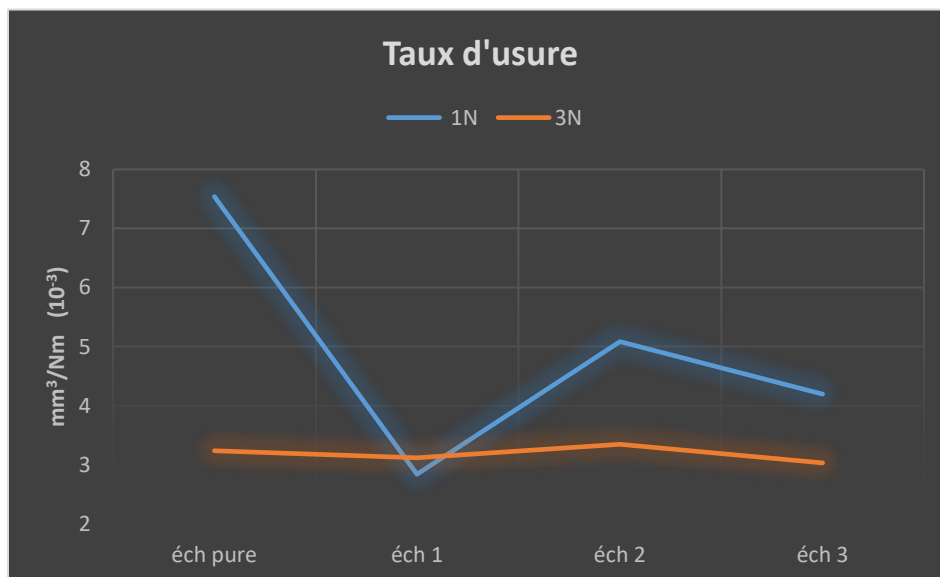
L'observation au microscope optique de l'échantillon en aluminium pur révèle la présence marquée de stries d'abrasion, avec une largeur de piste d'usure atteignant une valeur environ 2200 μm aussi une morphologie d'usure (hills and valley), ce qui indique une perte de masse sévère, caractéristique d'un mécanisme d'usure majoritairement abrasif. En comparaison, les échantillons contenant 5 % et 10 % de renfort présentent une réduction significative de la largeur de la piste d'usure, mesurée à environ 1100 μm . Cette diminution traduit une amélioration notable de la résistance à l'usure, suggérant un comportement tribologique amélioré grâce à l'introduction du renfort. Ces résultats confirment l'effet bénéfique du renfort sur les propriétés tribologiques du composite, en réduisant l'usure par abrasion.

Pour l'essai tribologique à 3N, tous les échantillons affichent des valeurs de taux d'usure assez proches et l'augmentation du pourcentage de renfort n'a pas d'effet sur le taux d'usure. Notons aussi que les micrographies montrent des traces de labourage important. L'aluminium étant un métal ductile, l'augmentation de la charge a provoqué un écrouissage et non un arrachement de matière, l'écrouissage a provoqué un durcissement qui a fait que le taux d'usure reste stable et meilleur que les échantillons testés à 1N pour ce qui concerne l'Aluminium pure. A cela peut s'ajouter un autre phénomène qui est la formation d'oxydes. Les particules d'oxyde d'aluminium s'incrustent dans le métal ductile et participent au durcissement.

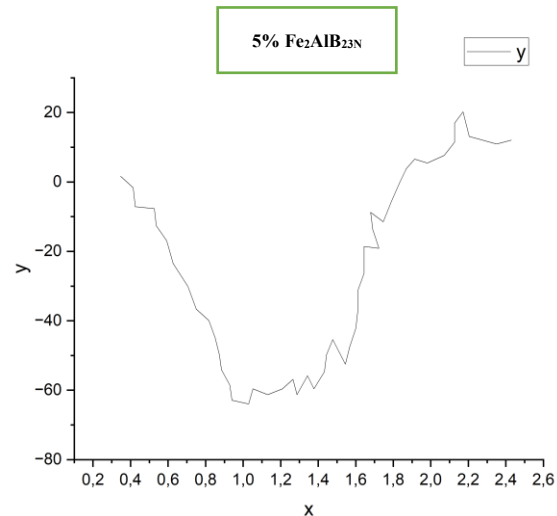
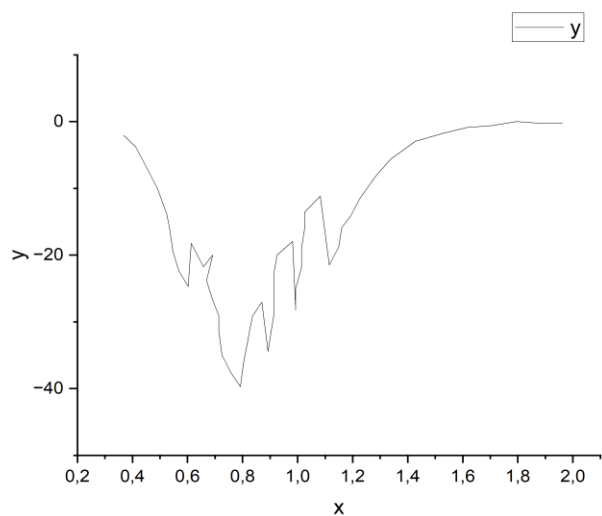
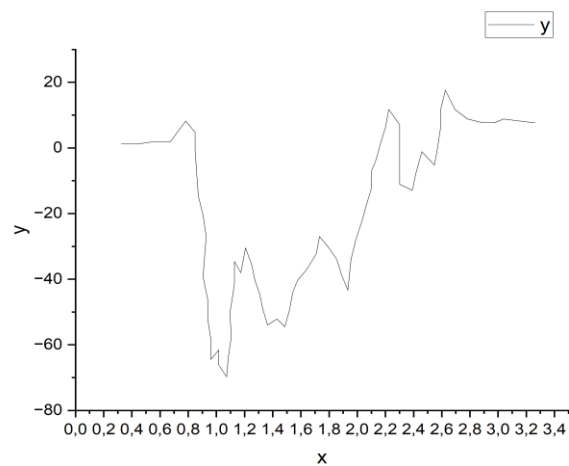
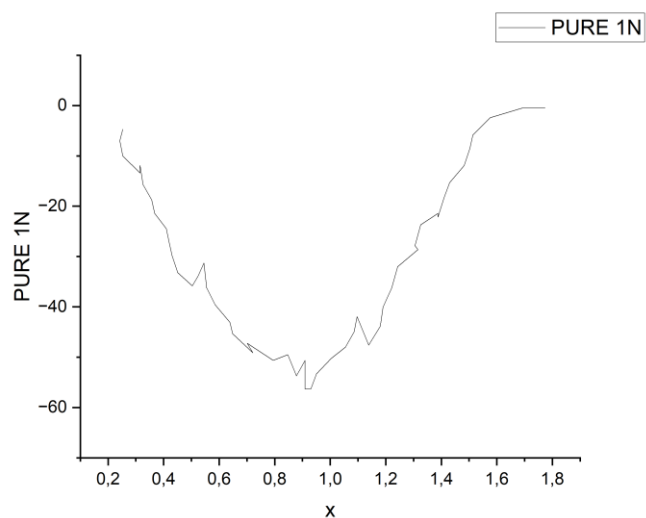
d. Calcul taux d'usure W_R :

Echantillon	W_R (1N) ($\text{mm}^3/\text{N.m}$)	W_R (3N)
Al PURE	$7.538993826 \cdot 10^{-3}$	$7.235382249 \cdot 10^{-3}$
5 % Fe_2AlB_2	$4.194925945 \cdot 10^{-3}$	$6.113076864 \cdot 10^{-3}$
10 % Fe_2AlB_2	$5.083960495 \cdot 10^{-3}$	$4.344316235 \cdot 10^{-3}$
15 % Fe_2AlB_2	$2.837212957 \cdot 10^{-3}$	$3.028814162 \cdot 10^{-3}$

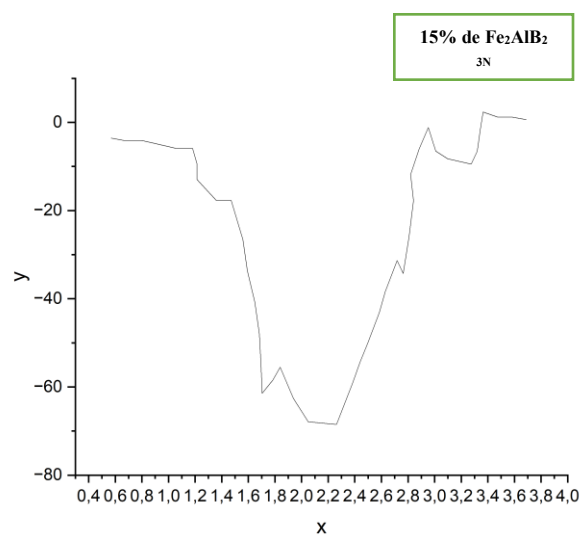
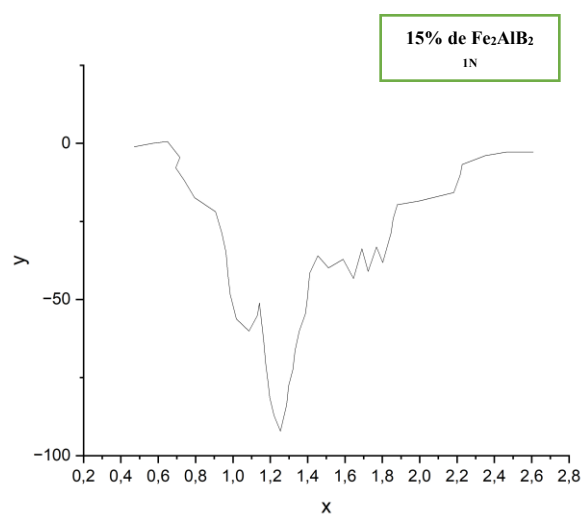
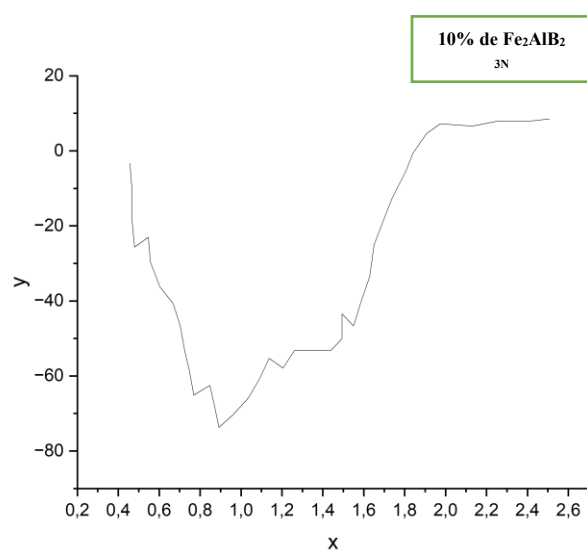
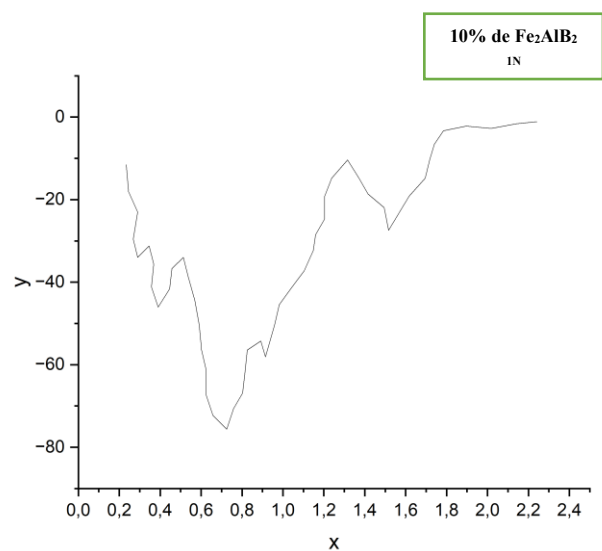
Les valeurs du taux d'usure sous la charge de 1N indiquent que le taux d'usure pour l'échantillon qui contient 15% de Fe_2AlB_2 a présenté la valeur la plus faible $2.837212957 \cdot 10^{-3}$ en terme du taux d'usure par rapport aux autres différents concentration du renfort ajouter, par contre le taux d'usure sous la charge de 3N a été le plus faible pour l'échantillon de 15% Fe_2AlB_2 $3.028814162 \cdot 10^{-3}$ et c'est probablement peut être interprété par la présence important par rapport aux autres échantillons de la phase Fe_2AlB_2 qui a un caractère d'un lubrifiant solide d'après la bibliographie



Chapitre IV : Interprétations et discussion des Résultats



Chapitre IV : Interprétations et discussion des Résultats



Conclusion générale :

L'objectif de notre travail consiste à synthétiser un matériau composite à base d'Aluminium renforcé par une céramique ternaire phase MAB (Fe_2AlB_2) afin d'améliorer la dureté d'Aluminium faible par le procédé de frittage, l'étude microstructurale et le comportement tribologique.

Les résultats de microduretés ont montré une valeur maximale sur l'échantillon à 15% Fe_2AlB_2 alors que sur l'échantillon Al pure a présenté une microdureté de 47.60Hv

Le comportement tribologique des échantillons élaborés a démontré une baisse progressive et significative ou le COF a baissé de 0,9 à une valeur de 0,49 sous une charge de 3N.

Le taux d'usure des échantillons élaborés a indiqué un taux d'usure le plus bas au niveau de l'échantillon 15% Fe_2AlB_2 d'une valeur de $3.028814162 \cdot 10^{-3}$ ($\text{mm}^3/\text{N.m}$), cette valeur est meilleure deux fois que l'aluminium pure.

Références bibliographiques :

- 1- **henri-sainte-claire-deville** les débuts de l'industrie de l'aluminium.
- 2- **callister, william D. et rethwisch david G** science et ingénierie des matériaux de boeck supérieur ,2021.
- 3- « étude et caractérisation d'un alliage d'aluminium de série 6000 », mémoire de master, université de Mohamed Boudiaf – m'sila 2020.
- 4- **Abdellah Bilel** projet de fin d'études à l'école national polytechnique d'Alger «élaboration d'un alliage d'aluminium et effet du silicium et des traitements thermiques sur son état microstructural ».
- 5- « élaboration et caractérisation d'un composite a matrice d'aluminium renforce par du SiC », mémoire de master, université de mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.
- 6- **Nikhil gupta** « metal matrix composites : Materials manufacturing and engineering ».
- 7- **BerthelotJ-M.**Matériauxcomposites.EditionsEyrolles,2010.
- 8- Optimisation de la configuration des tubes en matériaux composites sous pression.2018/2019.
- 9- **Nabil charmoune** « matériaux composites d'aluminium carbone : architecture spécifique et propriétés thermique adaptatives » thèse de doctorat.
- 10- Elaboration et caractérisation microstructurale d'un CMMp à matrice de fer et particules de phase MAX.2016/2017.
- 11- **Damien Ducret**, « Elasticité anisotrope et endommagement des matériaux composites, caractérisation ultrasonore et modélisation micromécanique » Thèse de doctorat, institut national des sciences appliquées, Lyon, 2000.
- 12- **ROUAM Kamila**, « Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique d'un stratifié renforcé par des fibres naturelles », Mémoire de Magister l'université M'HAMED BOUGARA – BOUMERDES ; 2013/2014.
- 13- **www.rapiddirect.com**« What's Composite Material? Types and Uses ».
- 14- **Toumi Wafa** « Optimisation de la configuration des tubes en matériaux composites sous pression », mémoire de master, université de Biskra, 2019.
- 15- **Bourhan kechaou** « Corrélation entre propriétés diélectriques et mécaniques du composite à matrice époxyde renforcée par des fibres de verre E » Thèse, Ecole centrale de Lyon ,2003.

- 16- METRANE NOUREDDINE.** Contribution à l'étude du comportement d'un matériau composite à base de fibres de carbone pour la réalisation de prothèses orthopédiques (ONAAAPH Annaba).2018/2019.
- 17- Michel Dupeux,** « Aide-mémoire science des matériaux », Dunod, Paris, 2004.
- 18- A. AL-Maghribi,** « Comportement des matériaux composites à fibres courtes : applications à l'impact basse vitesse », thèse de doctorat, l'université Paul Sabatier, 2008.
- 19- J.M. Berthelot.** « Composite Matériels. Mechanical Behavior and Structural Analysis », New York ,1999.
- 20- Clyne, T.W. withers 1995** an introduction to metal matrix composites cambridge university press.
- 21- Lionel gendre.** Université paris-saclay 2011.
- 22- Gay D Hoa S.V S. W 2003** composite materials design and application book.
- 23- KAOUCHE Naima.** « Prise en compte du vieillissement et de l'endommagement dans le dimensionnement de structures en matériaux composites.2016/2017 ».
- 24- <https://metalblog.ctif.com>** « les composites à matrice métallique pour résister à l'usure ».
- 25- Moumen, T.** les composites. Université ibn Khaldoun Tiaret faculté des sciences de la matière.
- 26- Benha lima, S. 2020** « étude des matériaux composites renforcés par fibres de verre tissés » mémoire de master université des sciences et de la technologie d'Oran Mohamed Boudiaf.
- 27- New refractory MAB phases and their 2D derivatives 2020.**
- 28- Lu J, Kota S, Barsoum MW,** et al. Structure atomique et défauts de réseau dans les borures de métaux de transition ternaires nanolaminés. Mater Res Lett.juil. 2017 ;5 (4) :235– 241.
- 29- Ade M, Hillebrecht H.** Borures ternaires Cr₂AlB₂, Cr₃AlB₄, et Cr₄AlB₆ : Les premiers membres de la série (CrB₂) nCrAl avec n = 1, 2, 3 et un concept unificateur pour les borures ternaires en tant que phases MAB. Inorg Chem. 2015 ;54(13) :6122–6135.
- 30- Messaoud, S., & Jbara, A. S. (2022).** Electronic-structural, thermo-electric, and thermo-mechanical properties of M₂AC and M₂AB (M = Nb or Mo, A = Al or Ga) compounds. Université de M'sila, Algérie.
- 31-Zou, M., Bao, L., Yang, A., Duan, Y., Peng, M., Cao, Y., & Li, M. (2023).** Structural, elastic, mechanical, electronic, damage tolerance, fracture toughness, and optical properties of Cr–Al–B MAB phases studied by first-principles calculations. Journal of Materials Research, 38,

Références bibliographiques

1396–1409.

32-Gherdis, I. E. (2022). « Élaboration et étude microstructurale et tribologique d'un composite (Al/phase MAB Fe_2AlB_2). Mémoire de Master, Université Saad Dahlab de Blida, Algérie ».

33- mémoire fin d'étude Mr A. DAIMELLAH 2005/2006.

34- A. J. McAlister and J. L. Murray, “The (Al–Mn) Aluminum-Manganese system,” J. Phase Equilibria, vol. 8, no. 5, pp. 438–447, 1987.

35- S. Li, G. Song, K. Kwakernaak, S. van der Zwaag, and W. G. Sloof, “Multiple crack healing of a Ti 2AlC ceramic,” J. Eur. Ceram. Soc., vol. 32, no. 8, pp. 1813– 1820, 2012.

36- S. Li, H. Li, Y. Zhou, and H. Zhai, “Mechanism for abnormal thermal shock behavior of Cr_2AlC ,” J. Eur. Ceram. Soc., vol. 34, no. 5, pp. 1083–1088, 2014.

37- Rouffignac, P. (2007). Histoire des céramiques et des procédés de frittage. Techniques de l'Ingénieur.

38- <https://material-properties.org/fr>

39- Boudiaf, A. (2021). Étude du comportement mécanique d'un composite métallique élaboré par frittage SPS. Mémoire de Master, Université Mohamed Khider de Biskra, Algérie.

40- J. S. HIRSCHORN, “Introduction to powder metallurgy”, APMI, New-York, (1969), 341P.

41- DR HADDAD adel, “cour de master 1 génie des matériaux Université Saad Dahlab de Blida, Algérie” 2024.

42- K.Inoue, “Electric-discharge sintering”. (1966), U.S Patent, 3, 241, 956.

43- Munir, Z. A., Anselmi-Tamburini, U., & Ohyanagi, M. (2006). The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials : a review of the spark plasma sintering method. Journal of Materials Science, 41(3), 763-777.

44- Propriétés et applications des céramiques thermomécaniques, de **Philippe Boch, Hermès,** Paris (2001).

45- C.Li, L. Kang, Y. Zhu, Q. Wang, X. Zhao, H. He, D. Tian, J. Liu, Lowtemperature Atmosphere-free Molten Salt Synthesis of NIR-shielding CsxWO_3 , Nano Adv, 2 (47–52), 2017.

46- J.P. Zuniga, M. Abdou, S.K. Gupta, Y. Mao, Molten-Salt Synthesis of Complex Metal Oxide Nanoparticles, journal of visualized experiments, 140 (1-7), 2018.

47-T. X. Wang, S. Z. Liu, J. Chen, Molten salt synthesis of SrTiO_3 nanocrystalline TiO_2 as a precursor, Powder Technology- Elsevier, 205 (289–291), 2011.