RÉPUBLIQUE ALGERIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHESCIENTIFIQUE





UNIVERSITÉ SAAD DAHLEB BLIDA1 FACULTÉ DU TECHNOLOGIE DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE

MÉMOIRE DE MASTER

SPÉCIALITÉ GÉNIE MÉCANIQUE OPTION INGENIEURIE DES MATÉRIAUX ET SURFACES

THÈME

Elaboration et caractérisation d'un matériau a matrice métalique (Al₂O₃/alliage d'aluminium)

PRÉSENTÉ PAR
DJELLALI Ilhem
BOURADA Loukman
HADJ-IKHLEF Abderrezak

ENCADRE PAR: Mr BACHA Nacer e

Année 2020-2021

Remerciements

Nous remercie Dieu de nous avoir donné le courage et la patience pour mener à bien notre travail

.Nos profonds remerciements et nos sincères salutations à: Notre promoteur : **Mr N.BACHA** pour sa grande disponibilité, son engagement, sa rigueur scientifique, sa collaboration intellectuelle et ses commentaires qui nous ont permis d'enrichir notre démarche et notre réflexion.

Nos amis, qui nous a aidés dans la réalisation de ce travail. A tout le personnel de département de mécanique et à son tête le grand chef de département **Mr M.TEMAR**.

DJELLAI Ilhem BOURADA Loukman HADJIKHLEF Abderezzak.

ملخص

ملخص يمكن تصنيف (CMMf) إلى عائلتين كبيرتين (CMMp) مركبات مقواة بجزينات ، و (CMMf) وهي مركبات معززة بالياف أحادية الشعيرات المستمرة او الياف قصيرة التيلة (من نوع الشعيرات) .

التطبيق الرئيسي (CMM) هو مقاومة التاكل في التأكل والاحتكاك . في الواقع ، فإن العمر التشغيلي لأجزاء التأكل التي تحتوي على اجزاء (CMM) تضاعف ثلاث مرات مقارنة بالسبائك التقليدية

الهدف من هذا العمل هو إجراء دراسة على مواد المصفوفة المعدنية وتطويرها في مختبر LTSM. سيكون التركيز على المواد المركبة القائمة على الألمنيوم أو سبائك الألومنيوم المقواة بجزيئات الألومينا.

سيتم تحضير مواد المصفوفة المعدنية بالمسبك من خلال دراسة خصائصها الميكانيكية والبنية الدقيقة بدلالة النسبة المؤية التعزيزات المضافة

Resumé

On peut elasser les CMM en deux grandes familles : les CMMP, composites renforcés par des paricules, et les CMMF qui sont des composites renforcées par des fibres monofilaments continues ou des fibres courtes discontinues (de type Whiskers).

La principale application des CMM est la résistance à l'usure aussi bien en abrasion, en érosion qu'en frottement. En effet, la durée de vie des pièces d'usure comportant des CMM est en général triplée par rapport aux alliages conventionnels.

L'objectif de ce travail est de faire une étude sur les matériaux à matrice métallique et les élaborer au laboratoire LTSM. L'accent sera mis sur les matériaux composites à base d'aluminium ou d'alliage d'aluminium renforcés par des particules d'alumine.

Les matériaux à matrice métallique seront préparés par fonderie en étudiant leurs caractéristiques mécaniques et microstructures en fonction du pourcentage de renfort ajouté

Abstract

The materials CMM can be classified into two broad families: PCMMS, particle reinforced composite, and ICMMS, which are composites, reinforced by continuous monofilament fibers or short staple fibers (Whiskers type).

The main application of CMM is resistance to wear in both abrasion, erosion and friction. In fact, the service life of wear parts with CMM is generally tripled compared to conventional alloys.

The objective of this work is to do a study on metal matrix materials and develop them at the LTSM laboratory. The focus will be on composite materials based on aluminum or aluminum alloy reinforced with particles of alumina.

The metal matrix materials will be prepared by foundry by studying their mechanical characteristics and microstructures according to the percentage of reinforcement added.

Liste des figures

Partie I: Analyse bibliographique

Char	oitre	I

Figure I.1 : Morphologie des renforts discontinus (G=180). (a) particules,	
(b) trichites, (c) fibres courtes	04
Figure I.2: Formes des mèches continues (G=200). (a) monofilamentaire,	
(b) multifilamentaire	04
Figure I.3 : Exemples de diverses morphologies et tailles des particules	07
Figure I.4: Effet des particules de TiB sur le module de Young des matériaux composites à matrice de Titane Figure I.5: La limite d'élasticité des CMTi renforcé par 10% TiB en volume à	9
une température de 810°C	10
Chapitre II.	
Figure II.1 : Schéma d'élaboration par infiltration spontanée	15
Figure II.2: Principe de l'infiltration sous pression	16
Figure II.3 : Caractéristiques de déformation des poudres de départ utilisées dans	
la technique de l'alliage mécanique	18
Figure II.4 : Schéma de l'évolution de la microstructure de la combinaison des pou	dres
ductile-fragile durant le broyage à haute énergie	18

Chapitre III

Partie II : Expérimentation

Chapitre	IV
----------	----

Figure IV.1: Diffractogramme de la poudre de l'Al ₂ O ₃	27
Figure IV.2: Morphologie des particules d'alumine	27
Figure IV.3 : Le Creuset en acier	29
Figure IV.4: Perçage du creuset	29
Figure IV.5 : Four de fusion à bascule	29
Figure IV.6: Microscope optique (MO)	31
Chapitre V	
Figure V.1 : Creuset en acier	33
Figure V.2 : Perçage du creuset	33
Figure V.3 : Détails de la conception du guide	33
Figure V.4 : Guide avec l'arbre et l'hélice de mélange.	34
Figure V.5: Lesmoules	34
Figure V.6 : La coulée	35
Figure V.7: Micrographie du MMC Al-Al ₂ O _{3p} (90% Al-10% renfort)200	36
Figure V.8 : Micrographie du MMC Al-Al ₂ O _{3p} (80% Al - 20% renfort) 200X	37
Figure V.9: Micrographie du MMC Al-Al ₂ O ₃ p (70% Al - 30% renfort)400X	38
Figure V.10 : Contrainte-déformation AL	40
Figure V.11: Contrainte-déformation AL-Al ₂ O ₃ (10%)	40
Figure V.12 : Contrainte-déformation AL-Al ₂ O ₃ (20%)	40
Figure V.13: Contrainte-déformation AL-Al ₂ O ₃ (20%)	40

Liste des tableaux

Partie I : Analyse bibliographique

Chapitre I	
Tableau I.1 : Caractéristiques des renforts utilisés dans les CMM	05
Tableau I.2: Alliages de magnésium les plus couramment utilisés comme ma	trice 08
Tableau I.3: propriétés mécaniques des CMMg à particules	09
Chapitre III	
Tableau III.1 Séries des alliages d'aluminium	22
Tableau III.2: matrices des matériaux composites à base d'aluminium	23
Partie II. Expérimentation	
Chapitre IV	
Tableau IV.1: Quelques propriétés du l'alumine	27
Tableau IV.2 : Quelques propriétés mécanique de l'aluminium	29
Chapitre V	
Tableau V.1. Valeurs de microdureté des échantillons	39
Tableau V.2. Propriétés mécaniques.de Al-Al2O3	41

Sommaire

Introduction	01
Partie 1 : Synthèse bibliographique	
Chapitre I : Composites à matrice métallique renforcée par des particules	
I.1. Introduction	03
I.2. Présentation des composites à matrice métallique	03
I.3. Composites à matrice métallique renforcée par des particules	05
I.3.1. Particules	06
I.3.2. Matrices	08
a. Composites à matrice de magnésium	08
b. Composites à matrice de titane	09
c. Composites à matrice d'aluminium	10
I.4. Propriétés générales des CMMp	11
Chapitre II : Méthodes d'élaboration des CMMp	
II.1. Introduction	12
II.2. Elaboration à partir d'une matrice à l'état liquide	13
II.2.1. procédés de l'incorporation	13
II.2.2. Infiltration	14
II.3. Elaboration à partir d'une matrice à l'état solide	16
II.3.1. Métallurgie des poudres	17
II.3.1.1. Mélange de poudres	17
a. Mélange conventionnel	17
b. Technique de l'alliage mécanique (mécano-synthèse)	17
II.3.1.2. Mise en forme	19
II.3.1.3. Frittage	19
Chapitre III. Le composite Al-Al ₂ O ₃ p	
III.1. Introduction	20
III.2. Composites Al-Al ₂ O ₃ p	20

Sommaire

III.2.1. Renfort en oxyde d'aluminium « Al ₂ O ₃ »	_
III.2.2. Matrice en alliage d'aluminium	
III.3. Influence des caractéristiques des particules sur les propriétés générales des	
composites Al-Al ₂ O _{3p}	
Partie II : Expérimentation	
Chapitre IV: Matières premières et techniques expérimentales	
IV.1. Introduction	
IV.2. Matières premières	
IV.2.1. L'alumine « Al ₂ O ₃ »	
IV.2.1. Aluminium	
IV.3. Montage d'élaboration	
a. Le creuset	
b. Le four de fusion a bascule	
IV.4. Techniques de caractérisation	
 Caractérisation microstructurale 	
a. Préparation des surfaces à analyser : Polissage	
b. Ataque chimique	
c. Analyse par microscopie optique (MO)	
Chapitre V : Résultats et discussions	
V.1. Introduction	
V.2. Accessoires de coulée	
a) Le creusetb) Système de mélange	
c) Les moules	
V.3. Élaboration du matériau composite à matrice métallique	
V.4. Analyse de la microstructure	
V.5. Essai de dureté	
V.6. Essai de Traction	
Conclusion général	

Introduction

La recherche permanente des performances techniques, jointe au besoin d'amélioration et d'allégement de certaines structures, a conduit les chercheurs et les techniciens à développer des matériaux spécifiques qu'on ne trouve pas directement dans la nature. Les matériaux composites à matrice métallique renforcée par des particules céramiques sont des matériaux qui ont été développés pour leur ténacité assurée par la matrice métallique et leurs résistances et dureté que leurs confèrent les renforts particulaires.

Parmi ces matériaux, les composites à matrice d'aluminium renforcée par des particules d'alumine « Al₂O₃» ont fait l'objet de nombreuses études. Ces composites ont l'avantage de présenter une excellente combinaison de propriétés, résultant de l'association de leurs constituants, telles que l'amélioration des caractéristiques mécaniques à hautes températures et les propriétés tribologiques. Grace à ces propriétés améliorées, les composites Al-Al₂O₃ sont largement utilisés dans l'automobile, les mines, l'aérospatial, la défense et d'autres industries.

Á l'heure actuelle, plusieurs techniques d'élaboration des composites à particules sont utilisées telles que la métallurgie des poudres, le moulage-forgeage (squeezecasting), la métallurgie classique et l'infiltration. Le choix d'une méthode par rapport à l'autre dépend des matières premières utilisées, des propriétés recherchées, du coût de revient ainsi que de la future utilisation de ces matériaux. Quelque soit la technique utilisée, le but est de produire un composite qui puisse répondre favorablement aux exigences techniques tout en maintenant un prix compétitif.

Dans ce présent travail, le but est d'élaborer un composite à matrice d'aluminium renforcée par des particules d'Alumine « Al-Al₂O₃ » à l'aide de la technique de l'infiltration. Celle-ci consiste à faire fondre l'aluminium et le mettre en contact avec le renfort à l'état de poudre. La pénétration du métal liquide dans les vides laissés par les particules du renfort, est favorisée par les forces de gravité et de capillarité comme c'est le cas de l'infiltration spontanée. Une pression extérieure est également utilisée pour 1

Introduction

aider l'écoulement du liquide dans la porosité : c'est le cas de l'infiltration sous pression. Pour assurer un contact intime du liant et des particules, on a immergé des particules directement dans le bain du métal en fusion. L'autre technique utilisée pour assurer le contact intime entre l'aluminium et l'alumine c'est le procédé du frittage en phase liquide :les deux poudres sont mélangées et comprimées à froid puis traitées à température pour former la phase liquide .

Le matériau ainsi obtenu sera caractérisé par microscopie optique . Une étude de l'interface nous a permis d'évaluer la meilleure technique d'élaboration.

Ce présent manuscrit est structuré en deux parties : une synthèse bibliographique, englobant trois chapitres, et une partie expérimentale scindée en deux autres chapitres.

Les généralités sur les composites à matrice métallique renforcée par des particules (CMMp) font l'objet du chapitre I. Le chapitre II porte sur les techniques d'élaboration des CMMp. Trois techniques y sont exposées à savoir la technique de l'incorporation, celles de l'infiltration et de la métallurgie des poudres. Le chapitre III est consacré aux composites Al-Al₂O₃, en s'intéressant à ses constituants, aux problèmes de leur élaboration et les méthodes proposées pour les surmonter. Les matières premières rentrant dans la composition de notre composite ainsi que les techniques expérimentales mises en œuvre au cours de notre investigation sont exposées au chapitre IV. Dans le dernier chapitre sont regroupés les résultats portant sur l'élaboration et la caractérisation microstructurale du produit élaboré. Le manuscrit est achevé par une conclusion générale et des perspectives.

Chapitre I

Composites à matrice métallique renforcée par des particules

I.1. Introduction

Les matériaux composites sont des matériaux qui associent deux ou plusieurs matières différentes, appartenant parfois à 2 classes distinctes, pour obtenir une combinaison de propriétés qui tire avantage de chacun.

Il existe aujourd'hui un grand nombre de ces matériaux que l'on classe généralement en trois familles en fonction de la nature de la matrice : les composites à matrices organiques (CMO), les composites à matrices céramiques (CMC) et les composites à matrices métalliques (CMM).

I.2. Présentation des composites à matrice métallique

Les composites à matrice métallique (CMM) ont été développés à partir des années 1960-1965 aux Etats-Unis et en France. À cette date, les applications envisagées étaient exclusivement orientées vers l'aéronautique et l'espace. Ce n'est qu'aux années 80 que les recherches dans ce domaine ont été élargies pour d'autres applications industrielles. Ces matériaux ont l'avantage de présenter de meilleures propriétés spécifiques par rapport aux métaux monolithiques. Toutefois, leur ténacité est inférieure à celle des alliages non renforcés et ils sont plus chers à l'heure actuelle.

Les CMM sont en général composés d'au moins deux composantes: l'une est la matrice métallique et le second est le renfort. Dans tous les cas, la matrice est définie comme un métal, mais le métal pur est rarement utilisé: il est généralement un alliage [1]. Les matrices les plus couramment répandues sont à base d'aluminium vu la faible densité de ce dernier. Les renforts utilisés sont généralement des céramiques (carbures, oxydes, borures). Ils se présentent sous trois types, tout d'abord, nous avons un renfort discontinu, un renfort dont toutes les dimensions sont très inférieures à celle du composite (Fig. I.1), ensuite, il y a un renfort continu si au moins une dimension estsupérieure ou

Chapitre I. Composites à matrice métallique renforcée par desparticules

égale à celle du composite (Fig. I.2). Nous appelons un composite à renforts hybrides si celui-ci contient des renforts continus et discontinus. Le tableau I.1 regroupe les caractéristiques de ces renforts. Selon la forme du renfort, les CMMpeuvent classés en trois groupes : les CMM à particules (CMM_p), à fibres (CMM_f) et hybrides (CMM_h). Dans ce qui suit, nous allons nous intéressés aux composites à matrice métallique renforcée par des particules (CMM_p).

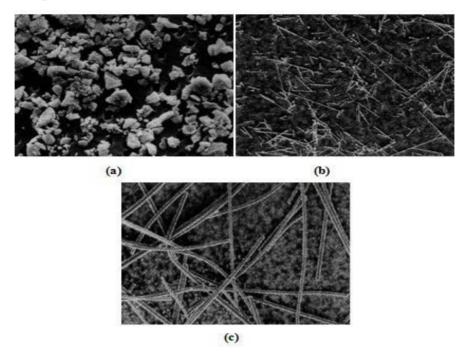


Figure I.1 : Morphologie des renforts discontinus (G=180). (a) particules, (b) trichites, (c) fibres courtes [2].

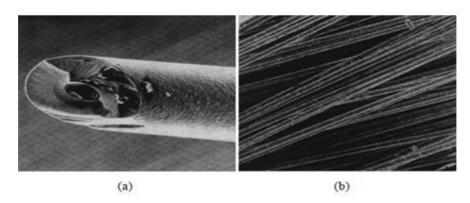


Figure I.2 : Formes des mèches continues (G=200). (a) monofilamentaire, (b) multifilamentaire.[2].

Tableau I.1 : Caractéristiques des renforts utilisés dans les CMM [2].

Type de renfort	Nature chimique	Densité à 20°C	Diamètre (µm)	Module d'Young (Gpa)	Résistance à la rupture(Gpa)
	SiC	3,2	5 à 50	480	
D	TiC	4,7	5 à 10	310 à 380	
Particules	Ba ₄ C	2,5	5	390	
	Al ₂ O ₃	3,9	3 à30	390	
T-1-1-4	SiC	3,2	0,1 à 0,5	400 à 700	3 à 14
Trichites	K2On(TiO2)	3,3	0,2 à 0,5	280	17
Name and Address of the Control of t	Al ₂ O ₃	3,3	3	300	2
Fibres courtes	$Al_2O_3 + SiO_2$	2,7	3	158	2,5
The state of the s	PCS-SiC (1)	2,55	15	196	2,75
	PTCS-SiC(2)	2,4	8 à 12	200	2,8
Mèches	Al ₂ O ₃ α	3,9	20	379	1,4
	Al ₂ O ₃ -SiO ₂	3,2	17	200	1,5
multifilamentaires	Carbone HR (3)	1,76	7	230	3,53
	Carbone HM (4)	1,81	6	392	2,74
	Acier	7,74	13	196	4,12
Mala	Bore	2,49	140	392	3,5
Mèches	SiC	3	140	427	3,5
monofilamentaires	Acier	7,8	150	200	2,2

⁽¹⁾ SiC produit à partir de précurseurs polycarbosilane

I.3. Composites à matrice métallique renforcée par des particules

Comme leur nom l'indique, ces composites sont constitués d'une matrice en alliage métallique et d'un renfort en particule. Ils sont conçus pour avoir la ténacité de la matrice en alliage métallique et la dureté, la rigidité et la résistance des particules dures. Ces composites présentent une isotropie de propriétés par rapport aux composites à fibres. Ces matériaux attirent une considérable attention, et cela à cause de :

- la disponibilité d'une gamme de renfort à des couts compétitifs ;
- la réussite du développement des procédés de fabrication à produire des composites à matrice métallique renforcées par des particules avec des microstructures et des propriétés reproductibles ;
- la disponibilité des procédés de fabrication qui peuvent être utilisés pour élaborer ces matériaux.

En outre, l'utilisation des renforts discontinus minimise les problèmes associés à la fabrication des composites à matrice métallique renforcée par les renforts continus tel que l'endommagement des fibres, hétérogénéité de la microstructure et les réactions d'interface.

⁽²⁾ SiC produit à partir de précurseurs polytitanocarbosilane

⁽³⁾ Carbone haute résistance

⁽⁴⁾ Carbone haut module

I.3.1. Particules

Les particules les plus utilisées comme renfort sont généralement descéramiques telles que les carbures métalliques (SiC, TaC, TiC, WC, B₄C), les nitrures métalliques (TaN, ZrN, Si₃N₄, TiN), les borures métalliques (TaB₂, ZrB₂, TiB₂, BM) et les oxydes métalliques (ZrO₂, Al₂O₃, ThO₂) [4]. Elles se caractérisent par la nature des liaisons chimiques entre les éléments (essentiellement des liaisons ioniques ou covalentes) et leurs structures cristallines. La force des liaisons ioniques et covalentes confère à ces matériaux des modules de Young, des contraintes de ruptures et des duretés assez élevés. Ils présentent aussi une bonne résistance à l'oxydation et à lacorrosion à hautes températures. Ils sont néanmoins fragiles et présentent de faibles coefficients de dilatation. Elles permettent d'assurer aux CMM_p une meilleure tenue mécanique, c'est-à-dire une bonne rigidité et une bonne résistance, et d'améliorer lespropriétés thermiques.

Les particules céramiques sont en général de formes polyédriques ou irrégulières et de tailles différentes (figure I.3). Ces caractéristiques élémentaires dépendent de leurs procédés de fabrication. Diverses techniques permettent l'élaboration des particules céramiques, parmi lesquelles on citera le procédé sol-gel, le broyage et le procédé SHS (Self-propagating High temperature Synhtesis).

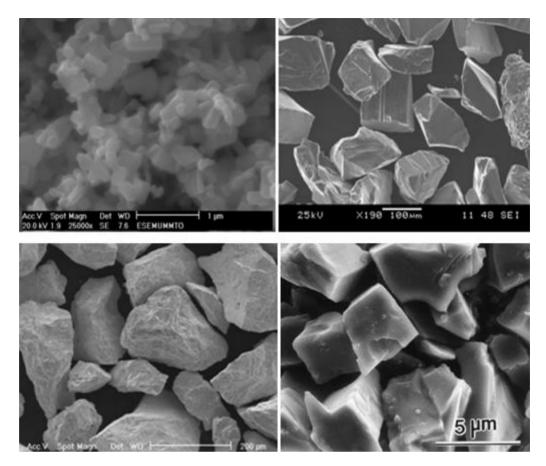


Figure I.3. Exemples de diverses morphologies et tailles des particules. [7]

Broyage

Le broyage est une technique basée sur la fragmentation des particules par choc. Il permet l'obtention des poudres de morphologies variées et de tailles pouvant atteindre des dizaines de microns. La fracturation des poudres est assurée par des broyeurs dotés d'une enceinte fermée contenant des éléments broyant (billes ou galets), animés d'un mouvement rotatif ou vibratoire.

Procédé SHS

La synthèse par combustion auto-propagée à haute température (Self propagating High-Temperature Synthèsis) est une réaction de combustion qui se produit dans certains mélanges de poudres comprimés et portés à une température favorable au déclenchement d'une réaction chimique de synthèse entre les éléments enprésence.

I.3.2. Matrices

Quand à la matrice, Les métaux et alliages légers tels que le magnésium, le titane, l'aluminium et leurs alliages sont les matériaux les plus utilisés pour ces composites. D'autres métaux sont utilisés pour leur haut point de fusion. Les plus fréquents sont le cuivre et les superalliages à base de fer de nickel ou de cobalt.

a. Composites à matrice de magnésium

La faible densité du magnésium et ses alliages ainsi que sa basse température defusion en font un candidat intéressant comme matrice pour les structures très sensibles aux incidences de masses élevées (satellites) [2]. On le retrouve renfoncé soit par des particules de SiC ou bien de Al₂O₃.

Le renfort de particules SiC permet d'augmenter les modules d'élasticité et les propriétés statiques (Rm, Rp0,2) et le renfort de particules d'alumine permet d'accroître la résistance à l'usure. Dans les tableaux I.2 et I.3 sont donnés respectivement les alliages de magnésium les plus couramment utilisés comme matrice pour les matériaux composites ainsi que les propriétés mécaniques des CMMg.

Tableau I.2: Alliages de magnésium les plus couramment utilisés comme matrice [4].

Designation	composition chimique	
WE54	Mg, 3.0% terres rares, 5.1%, 0.5%Zr	
AE42	Mg, 4.2% Al, 2.5% terres rares, 0.3% Mn	
AZ31	Mg, 3% Al, 1% Zn	
AZ61	Mg, 6% Al, 1% Zn	
AZ91	Mg, 9% Al, 0.6% Zn	
QE22	Mg, 2.5% Ag, 2.0% Nd, 0.6% Zr	
ZC63	Mg, 6%Zn, 3%Cu	
ZE41A	Mg, 4.2%Zn, 1.2% terres rares, 0.7%Zr	

	1 1	1	\mathcal{E}_{-1}	
Matériau	Limite	Résistance à la	Allongement A	Module de
	élastique R _e	rupture $R_p(MPa)$	(%)	Young E (GPa)
	(MPa)			_
ZC 63.12%SiCp	220	240	0,6	63
Т6				
ZC 63	158	232	4,5	44

Tableau I.3: propriétés mécaniques des CMMg à particules [4].

b. Composites à matrice de titane

Les alliages de titane présentent des caractéristiques mécaniques spécifiques élevées à l'ambiante et à hautes températures, mais leur module d'élasticité est de l'ordre de 120 GPa. [2]. Les études des composites à matrice de titane CMTi ont donc cherché à augmenter le niveau de rigidité des alliages de titane sans dégrader les caractéristiques mécaniques de la matrice. Les renforts utilisés sont principalement les borures et les carbures de titane (TiB, TiC) [4]. Sur la figure I.4 est montré l'effet de la teneur en particule de TiB sur le module de Young des CMTi.

Les propriétés mécaniques à haute température de ces composites sont élevées par rapport à celles des aciers de résistance à chaud, la figure I.5 montre la limite d'élasticité à une température de 810°C du CMTi renforcé par 10% TiB en volume.

Les matériaux composites à matrice de titane sont prévus pour la fabrication des soupapes d'admission et d'échappement et des biellettes de moteurs à combustion interne et les engrenages. Les pièces mentionnées, en plus d'avoir de très bonnes propriétés mécaniques, sont caractérisées par des coûts de production raisonnables en comparaison avec celles produites en alliage de titane et peuvent être compétitives aux pièces en aciers.

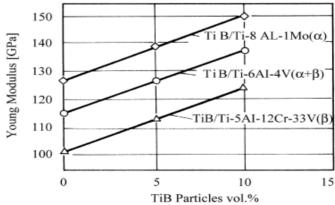


Figure I.4 : Effet des particules de TiB sur le module de Young des matériaux composites à matrice de Titane [4].

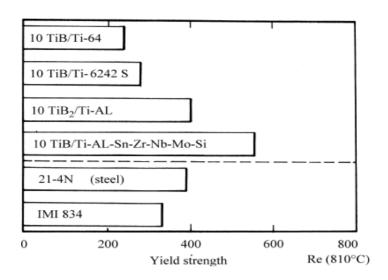


Figure I.5: La limite d'élasticité des CMTi renforcé par 10% TiB en volume à une température de 810°C [4].

c. Composite à matrice d'aluminium

Parmi les différentes matrices métalliques disponibles, l'aluminium et ses alliages restent les matériaux les plus utilisés pour ces composites. Ils sont à renfort de particules SiC ou Al₂O₃. Les composites à matrice aluminium (CMAl) ont des rapports module de Young/densité largement supérieurs à ceux des aciers ou des alliages de titane. Le module d'élasticité des CMAl obéit à la loi des mélanges et dépend, de ce fait, de la fraction volumique des renforts.

Les propriétés mécaniques de ces matériaux dépendent des propriétés de la matrice, de la mutuelle mouillabilité à l'interface et de la quantité ainsi que les dimensions des particules. Ce type de matériaux sont généralement fabriqués par la métallurgie des poudres, en appliquant la technique de l'alliage mécanique, aussi bien que par la technique de moulage forgeage (squeeze casting).

I.4. Propriétés générales des CMMp

D'une manière générale, à cause de la présence de particules de renfort très dures, les CMMp montrent une excellente combinaison de propriétés. Ces matériaux résistent à l'usure, aussi bien en abrasion qu'en érosion ou en frottement.

Par rapport aux alliages d'aluminium, le module d'Young et la limite d'élasticité sont plus élevés, de l'ordre de 10 à 15 %. Comparés aux aciers, les CMMp offrent beaucoup d'intérêt.

Leur densité est plus faible (principal critère de choix). Ramenés à l'unité de masse volumique, la limite d'élasticité et le module d'Young sont plus élevés et la résistance à l'usure est meilleure.

De plus, les CMMp présentent un intérêt certain à cause de leurs propriétés ajustables presque à volonté. Selon la morphologie des particules et leur répartition, ilest possible de faire varier les propriétés dans des proportions intéressantes. C'est le cas, par exemple, de la majorité des propriétés physiques telles que le coefficient de dilatation thermique, la diffusivité thermique, la résistance électrique, etc.

Chapitre II

Méthodes d'élaboration des CMM_p

II.1. Introduction

De nos jours, de nombreux chercheurs semblent intéresser par le développement et la création de nouveaux procédés d'élaboration des CMM_p, ce qui a entrainé une augmentation sensible du nombre de publications. L'arrivé à un procédé qui assure de meilleures propriétés de ces matériaux tout en réduisant les coûts de fabrication reste l'un des principaux objectifs de ces chercheurs.

Les procédés les plus utilisés pour l'élaboration des CMM_p peuvent se déclinersuivant deux catégories en fonction de l'état du matériau de la matrice lors de la fabrication :

- sous forme liquide (procédés de fonderie, infiltration) ;
- sous forme solide (métallurgie des poudres) ;

Chacune de ces techniques possède ses avantages et ses inconvénients, donc le choix d'une méthode par rapport à l'autre dépend des matières premières utilisées, despropriétés recherchées, du coût de revient ainsi que de la future utilisation de ces matériaux.

De manière générale, quelle que soit la méthode choisie, elle devra respecter certains impératifs nécessaires pour l'obtention des CMM_p de hautes performances :

- assurer une bonne mouillabilité des particules par le métal de la matrice,
- garantir un taux minimal de porosité,
- assurer un contrôle des réactions interfaciales matrice/particule,
- assurer une bonne distribution des particules.

II.2. Élaboration à partir d'une matrice à l'état liquide

II.2.1. Procédés de l'incorporation

Ces procédés sont les plus simples et les plus économiques méthodes de fabrication des CMM_p. Ils permettent l'incorporation des particules dans le métal liquide moyennant un brassage. Le brassage s'effectue sous atmosphère protectrice (vide ou gaz neutre) pour éviter toute interaction avec le métal liquide. Il existe plusieurs technologies de brassage : le brassage mécanique (développé par Alcan), le brassage électromagnétique (utilisation d'un four à induction) et le brassageélectromagnétique assisté par ultrasons [6]. Après le brassage, le composite est coulé en lingot et ensuite mise en forme d'une manière analogue aux méthodes de mise en forme des alliages non renforcés.

Plusieurs approches ont été utilisées pour produire les particules céramiques dans l'alliage fondu. Il s'agit de :

- injection de poudres entrainées dans un gaz porteur inerte dans le métal fondu à l'aide d'un pistolet d'injection ;
- addition de particules céramiques dans le jet du métal fondu au moment duremplissage du moule ;
- addition de particules dans le métal fondu à travers un vortex introduit par l'agitation mécanique ;
- addition de particules dans le métal fondu suivie immédiatement par un brassage ;
- forcer les particules dans le métal fondu à l'aide d'une tige à mouvement alternatif ;
- dispersion des fines particules dans le métal fondu par l'action centrifuge ;
- injection de particules dans le métal fondu tant que le ce dernier est continuellement irradié par ultrason.

Malgré leur simplicité, ces procédés rencontrent certaines difficultés lors de l'introduction du renfort dans la matrice en fusion. En effet, la différence de densité entre le renfort et la matrice ainsi que la mauvaise mouillabilité des particules en céramiques par les alliages fondus peuvent poser des problèmes de ségrégation.

Pour contourner ces problèmes et assurer l'efficacité de ce procédé, quelques critères sont à respecter lors de l'incorporation des particules. Ces critères sont les suivants :

- éviter la sédimentation ou la flottaison des particules dans le liquide lorsqu'il est dans le four ou pendant la coulée ;
- contrôler la réactivité des particules avec le métal liquide, afin d'éviter la formation de composés intermétalliques, à l'interface métal/matrice, qui sont généralement fragiles ;
- augmenter la mouillabilité des particules par le métal liquide et cela soit par l'ajout des éléments d'alliages ou par l'utilisation des revêtements métalliques. Idéalement, le revêtement doit être de faible épaisseur et non fragile pour assurer une bonne adhérence et ne pas détériorer les propriétés du composite ;
- dégazer le métal liquide pour éviter l'apparition de porosités au cours du traitement thermique.

II.2.2. Infiltration

Parmi toutes les techniques d'élaboration des CMM_p, celle de l'infiltration d'un métal liquide dans une préforme de particule reste la seule technique qui convient le mieux à la fabrication des CMM_p à haute fraction volumique (> 50%) [7], [8]. Elle permet d'obtenir des composites de forme précise et de bonne qualité de surface avec une distribution uniforme des renforts et une haute stabilité dimensionnelle [9].

Cette technique se décompose en deux étapes, d'abord la réalisation d'une préforme à base des particules de renfort par compression à froid, suivie ou non par un frittage, tel que cela se pratique couramment en métallurgie des poudres, puis l'infiltration du métal liquide dans cette préforme pour remplir toute la porosité. La facilité de l'infiltration dépend de plusieurs facteurs tels que la composition de l'alliage, la nature de la céramique de la préforme, la tension de surface entre le liquide et les particules, les réactions interfaciales, l'atmosphère environnante, la pression appliquée et de la température et le temps [1].

L'infiltration du métal liquide dans la préforme peut s'effectuer avec ou sans pression. Dans le cas de l'infiltration spontanée (sans pression), l'écoulement du liquide entre les particules est favorisé par les forces de gravité et de capillarité (Fig. II.1) [3]. Ce mode

de l'infiltration minimise considérablement les risques de la déformation plastique ou de la rupture de la préforme pendant le traitement. Cependant, la mauvaise mouillabilité des renforts en céramiques par la matrice en alliages légers constitue le point critique de ce mode. Contrairement à l'infiltration spontanée, l'infiltration sous pression consiste à utilisée une pression mécanique (Fig. II.2.a) ou gazeuse (Fig. II.2.b) pour forcer le métal liquide à pénétrer dans la préforme en particules et améliorer ainsi la mouillabilité. Les compagnies P-Cast et Cercast utilisent ce mode de l'infiltration [3].

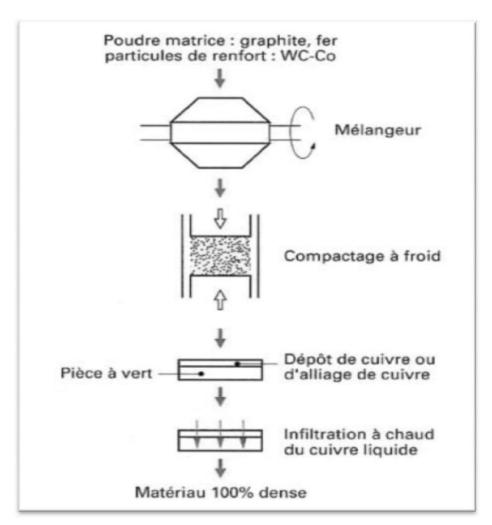


Figure II.1: Schéma d'élaboration par infiltration spontanée [3].

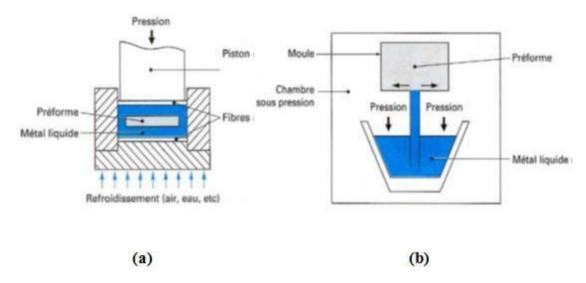


Figure II.2: Principe de l'infiltration sous pression [3].

II.3. Élaboration à partir d'une matrice à l'état solide

II.3.1. Métallurgie des poudres

La métallurgie des poudres (MDP) est un ensemble de procédés technologiques permettant la réalisation de composant de formes prédéterminées à partir de poudres dont la granulométrie et la constitution sont maitrisées [10].

Cette méthode est la technique la plus utilisée pour la fabrication des CMM_p avec n'importe quel type de particules et matrice métallique et cela à cause de nombreux avantages qu'elle montre. Par cette méthode la répartition uniforme des particules est facilement réalisée. D'autre part, le processus à l'état solide minimise les réactions entre la matrice métallique et les particules, ce qui augmente la liaison entre ces derniers [11]. Malgré ces avantages, cette technique souffre de certains inconvénients qui sont généralement :

- la lenteur des procédés ;
- les risques d'incendies, surtout avec les poudres métalliques trop petites ;
- le coût élevé, ce qui limite ces procédés à la production de pièces de hautes performances et de faibles dimensions [3].

Les différentes étapes de ce procédé sont : le mélange de poudres, la mise en forme etle frittage.

II.3.1.1. Mélange de poudres

Afin d'assurer une répartition homogène des poudres du renfort et de la matrice, une opération de mélangeage semble être nécessaire. Pour cela, deux options sont utilisées: le mélange conventionnel des poudres ou la mécano-synthèse.

a. Mélange conventionnel

Les poudres métalliques et de renfort sont mélangées dans un cylindre rotatif (type broyeur à sec autogène) ou équipé d'un agitateur mécanique (type malaxeur) pendant un certain temps. Pendant cette phase, le temps de brassage, la forme du brasseur et l'atmosphère sont des éléments à étudier, car ils conditionnent la qualité de la répartition des particules. Les particules du renfort sont généralement plus petites que celles du métal, ce qui favorise l'élimination des porosités aux interfaces métal- particule. Les particules de petites dimensions ont tendance à s'agglomérer, pour éviter que cela se produise, l'utilisation d'un liant ou de l'eau avec de faibles quantités d'additifs devient nécessaire.

b. Technique de l'alliage mécanique (mécano-synthèse)

Cette technique particulière de la métallurgie des poudres est de nos jours l'une des méthodes les plus employées pour la fabrication des CMM_p avec de fines particules. Le mélange des particules de céramique et des poudres métalliques est effectué dans un broyeur à bille à haute énergie [4], [12]. Les billes sont en alumine ou en acier inoxydable afin de limiter les interactions chimiques ou les oxydations imprévues. Au cours du broyage, les poudres métalliques se déforme plastiquement par la force de l'impact bille-poudre-bille et deviennent sous forme de lamelles, tandis que les particules en céramiques se fragmentent (Fig. II.3). Les particules réduites en fragment tendent à s'introduire et s'emprisonner entre les lamelles des poudres métalliques (Fig. II.4.a). Par déformation plastiques successives, les lamelles se raffinent, l'espacement interlamellaire diminue et les fragments en céramiques se disposentuniformément dans la matrice métallique. Pour éviter la contamination des poudres métalliques et des particules en céramique, l'opération de broyage est effectuée à sec (sans liant) [12], et sous gaz inerte tel que l'argon ou l'hélium.

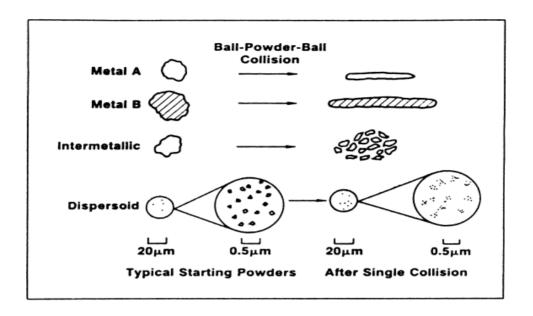


Figure II.3 : Caractéristiques de déformation des poudres de départ utilisées dans la technique de l'alliage mécanique [12]

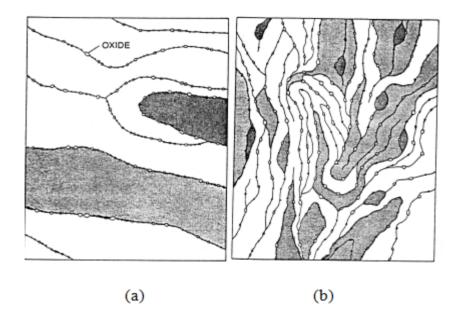


Figure II.4 : Schéma de l'évolution de la microstructure de la combinaison despoudres ductile-fragile durant le broyage à haute énergie [12].

II.3.1.2. Mise en forme

Le principal procédé de mise en forme à partir des poudres est le compactage. La technique consiste essentiellement à compacter, sous pression, une masse de poudre contenant habituellement une petite quantité d'eau ou de liant afin de lui donner une forme précise. La compaction maximale et la quantité minimale d'espaces vides sont obtenues à l'aide d'un mélange approprié de grains fins et de grains plus grossiers. Pour cela la compaction uniaxiale, la compaction isostatique et la compression à chaud sont les trois procédés les plus utilisés.

II.3.1.3. Frittage

Bien qu'il n'est pas facile de donner une définition simple et complète du frittage, il peut être défini comme le processus de traitement thermique qui permet à un système pulvérulent d'évoluer vers un état de compacité maximale, c'est-à-dire vers un état de porosité presque nulle et de conférer ainsi au compact des propriétés mécaniques convenables. Au cours du frittage, la forme de la pièce est conservée contrairement à son volume qui diminue en général (phénomène du retrait) [14].

Le frittage est caractérisé essentiellement par des transports d'atomes par diffusion. Ce transport est activé par des énergies motrices, et aboutit à de nouveau arrangements des atomes. On convient de considérer plusieurs types d'énergies motrices :

- Energie de surface ;
- Energie motrices liée aux défauts aux voisinages des surfaces courbes ;
- Energie motrice liée aux équilibres entre phase fluide et phase solide.

Deux types de frittage sont généralement distingués : le frittage en phase solide et le frittage en phase liquide. Ces deux types de frittage font appel à deux concepts différents : mouillabilité et viscosité pour le frittage en phase liquide, défauts ponctuels pour le frittage en phase solide [14].

Chapitre III

Composite Al-Al₂O₃p

III.1. Introduction

L'aluminium et ses alliages sont largement utilisés dans de différents domaines de l'industrie : domaine de transports, de la construction, de l'emballage et le domaine électrique. Cela est dû à leur excellente combinaison de faible densité et conductivité thermique élevée, leur rapport résistance mécanique à la masse est élevé ainsi que leur bonne résistance à l'oxydation et la corrosion. Cependant, ils souffrent de mauvaises propriétés de résistance à hautes températures et tribologiques. Pour surmonter cela, des phases dures « renforts » telles que les particules SiC ou Al₂O₃ sont introduites dans la matrice d'aluminium pour leur résistance spécifique élevée, leur dureté, leur résistance à l'usure et à la fatigue ainsi que leur température d'utilisation élevée. Les composites à matrice d'aluminium (Al) renforcée par des particules d'alumine (Al₂O₃) feront une étude détaillée dans la suite de ce chapitre.

III.2. Composites Al- Al₂O₃

Généralement, la méthode in situ la plus courante d'obtention des composites Al_2O_3 est la méthode de coulée . Il est basé sur la réaction de réduction de l'oxyde métallique introduit dans la fonte d'aluminium.

C'était supposé que ces composites en poudre Al₂O₃ sont les plus convient pour un traitement ultérieur par des méthodes de fabrication additive.

Liu et al. ^{6, 7} ont rapporté l'effet d'une pression hydrostatique superposée sur la déformation et la rupture de MMC Al/Al2O3 (10 à 30% de particules). À 300 MPa de pression superposée, la réduction de la surface est passée de 10 % à 80 % et la déformation de rupture a été quadruplée. Ainsi, une augmentation très significative de la ductilité a été obtenue. Le principal mécanisme d'augmentation de la ductilité est la suppression de la génération de vides et de la fissuration des particules d'alumine.

III.2.1. Renfort en oxyde d'aluminium «Al₂O₃»

L'oxyde d'aluminium «Al₂O₃», aussi connu sous le nom de ALUMINE le composant Al₂O₃ de la composition chimique d'une roche, exprimée en pourcentages d'oxydes, même si les minéraux porteurs d'aluminium n'ont pas cette formule chimique. On dit par exemple de la bauxite, le principal minerai d'aluminium, qu'elle est riche en alumine.

L'alumine est principalement utilisée comme source d'aluminium, comme abrasif en raison de sa dureté de 9,0 sur l'échelle de Mohs (comparable à celle du carbure de tungstène), et comme matériau réfractaire en raison de son point de fusion élevé (atteignant 2050°C)

L'alumine ou l'oxyde d'aluminium (Al₂O₃) dans ses différents niveaux de pureté est le matériau céramique de haute performance le plus utilisé. CeramTec offre une large gamme en types de matériaux possédant différents profils de propriétés adaptables via un type de matrice voulue.

Il existe en variétés à grain grossier comme à grain fin. La céramique haute performance en oxyde d'aluminium (Al₂O₃) trouve ses applications par exemple dans les gros outils de façonnage, substrats et noyaux de résistance de l'industrie électronique, dalles pour la protection anti-usure et la balistique, guide-fils de l'ingénierie textile, disques d'étanchéité et de régulation pour robinets et vannes, dissipateurs thermiques pour systèmes d'éclairage, tubes de protection des processus thermiques ou supports de catalyseur pour l'industrie chimique.

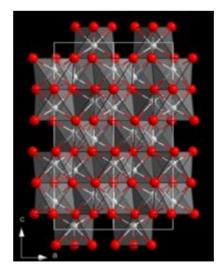


Figure III.1: Structure cristalline de l'alumine

III.2.2. Matrice en alliage d'aluminium

Après l'oxygène et le silicium, l'aluminium est le troisième élément le plus abondant dans la croûte terrestre (environ 7,5% en masse) et son extraction est peu coûteuse.

À l'état solide, l'aluminium se cristallise dans un réseau cubique à faces centrées (CFC) et ne subit pas de transformation allotropique. Sa caractéristique la plus importante est sa légèreté (masse atomique 26,98 g.mol⁻¹), ce qui confère aux composites à matrice d'aluminium une faible densité. Sa température de fusion est relativement basse comparée à celles des éléments structuraux, elle vaut 660°C. Tandis que son point d'ébullition est d'environ 2467°C.

L'aluminium non allié possède des propriétés mécaniques très réduites. Pour les améliorer, on ajoute des éléments entrant en solution solide et/ou formant des précipités hors solution solide pour former des alliages d'aluminium. D'après la nature de l'addition principale et la méthode d'obtention, on classe ces alliages en différentes séries.

Tableau III.1 : Séries des alliages d'aluminium

Alliages	Alliages corroyés	Alliages moulés
Aluminium pur	Série 1xxx	Série 1xxxx
Alliage aluminium-cuivre	Série 2xxx	Série 2xxxx
Alliage aluminium-manganèse	Série 3xxx	Série 3xxxx
Alliage aluminium-silicium	\	Série 4xxxx
Alliage aluminium-magnésium	Série 5xxx	\
Alliage aluminium-magnésium-silicium	Série 6xxx	\
Alliage aluminium-zinc-magnésium (soit avec ou sans cuivre).	Série 7xxx	Série 7xxxx
Alliage aluminium-lithium	Série 8xxx	

Dans le tableau III.3 sont répertoriés les alliages les plus utilisés comme matrice de matériaux composites.

Tableau III.2: matrices des matériaux composites à base d'aluminium.

Désignation d'alliage	Composition chimique	Littératures
2014	0,50-1,2% Si, 0,7% Fe, 3,9-5,0% Cu, 0,40% Mn, 0,20-0,8% Mg, 0,1% Cr, 0,25% Zn, 0,15% Ti	[11, 22, 23, 24]
2024	Al, 0.5% Si, 0,50% Fe, 3,8-4.9% Cu, 0,30-0.9% Mn, 1,2-1,8% Mg, 0,1% Cr, 0,25% Zn, 0,15% Ti	[24, 25, 26, 27, 28, 29]
2080	Al, 4,0%Cu, 1,5%Mg, 0,5%Mn, 0,3%Fe	[30]
A356	Al, 6,5-7,5% Si, 0,6% Fe, 0,25% Cu, 0,35% Mn, 0,2-0,45% Mg, 0,35% Zn, 0,25% Ti.	[26, 31, 32, 33, 34]
6061	Al, 0,40-0,8% Si, 0,7% Fe, 0,15-0,40% Cu, 0,15% Mn, 0,8-1,2% Mg, 0,04-0,35% Cr, 0,25% Zn, 0,15% Ti	[22, 35, 36, 37, 38, 39]

❖ 2xxx : Al-Cu et Al-Cu-Mg

Caractéristiques mécaniques élevées à l'état T6 (supérieures à celles de l'acier doux), bonne tenue à chaud, mais résistance aux agents atmosphériques moins bonne que celle des alliages sans cuivre. Soudables uniquement par des techniques particulières comme le soudage par faisceau d'électrons.

❖ 4xxxx (type A 356) et Al-Si-Mg

Présentent de bonnes propriétés pour la coulée en sable et en coquille, une bonne aptitude à donner des pièces étanches au soudage, une bonne stabilité dimensionnelle et résistance à la corrosion. Il convient pour un très grand nombre de pièces exigeant une résistance mécanique élevée.

❖ 6xxx : Al-Mg-Si

Caractéristiques mécaniques moyennes, inférieures à celles des alliages 2xxx et 7xxx, mais très bonne aptitude à la transformation à chaud et à la mise en œuvre à froid, comportement satisfaisant aux agents atmosphériques, et bonne aptitude ausoudage.

III.3. Influence des caractéristiques des particules sur les propriétés générales des composites Al-Al₂O_{3p}

D'une façon générale, les composites Al- Al₂O_{3p} ont l'avantage de présenter de bonnes propriétés, et cela à cause de la présence des particules du l'alumine dans la matrice d'aluminium. L'incorporation des particules de l'Al₂O₃ augmente le module élastique de 35 à 50% et la résistance élastique de 56 à 65%, à température ambiante. À haute température (447°C), le module et la résistance élastique sont augmentés d'environ 35 à 66% et 55%, respectivement [16]. Ces matériaux sont surtout utilisés pour leur excellente résistance à l'usure.

En fait, ces propriétés sont susceptibles de varier d'une façon relativement importante en fonction de nombreux facteurs notamment en fonction des caractéristiques des particules (fraction massique ou volumique et la taille des particules).

De nombreuses recherches ont été menées dans ce sujet. N. L. Han et al. [16], dans leur investigation, ont montré que le composite Al- Al₂O_{3p} contenant de grosses particules (43µm) montre un haut module élastique mais une faible résistance à la traction par rapport au composite contenant de fines particules (10µm). Les effets de la fraction volumique des particules de l'Al2O3 sur les propriétés en traction du composite Al- Al₂O₃ ont été étudiés par Song Min [17]. Cet auteur note que les résistances élastique et à la rupture augmentent avec l'augmentation de la fraction volumique, par contre l'allongement diminue. Par comparaison entre trois composites renforcés, respectivement, par des particules de tailles différentes (0,7µm, 15µm et 30 µm), Zaklina Gnjidic et al. [18] ont montré que les meilleures propriétés en compression sont obtenues par les composites renforcés par des particules de taille de 15µm. Y.Sahin [15], quant à lui, c'est recherches ont été menés sur l'influence de la fraction massique des particules du Al₂O₃ sur la dureté et la densité de ces composites. Cet auteur a trouvé que la variation de ces dernières est proportionnelle à la fraction massique. Tjong et al. [19], ont trouvé que la résistance au fluage des composites renforcés par des grosses particules (10 et 20 µm) est presque identique à celle de l'aluminium non renforcé, et elle est deux à trois fois moins que celle de l'aluminium pour ceux renforcés par des fines particules (3,5 µm).

L'influence des caractéristiques des particules du Al₂O₃ sur le comportement en usure des composites Al- Al₂O₃ est un autre point qui est largement étudié. Y. Sahin et al. [20], ont montré que le taux d'usure de ces composites diminue avec l'augmentation de la quantité des particules du Al₂O₃. Les composites à grosses particules et hautes fraction volumiques montrent de meilleures résistances à l'usure abrasive, S. Kumar et al. [21]. Sheu et al. [22], dans leur étude ont trouvé que pour un composite contenant la même fraction volumique, le taux d'usure abrasive diminue avec l'augmentation de la taille des particules. Des résultats similaires ont été observéspar Kassim et al. [23].

Les propriétés du composite sont directement liées à celles de l'interface matrice/renfort. Pour cette raison, notamment dans les CMC, on fait appel à un troisième constituant, l'inter- phase, qui protège le renfort lors de l'élaboration et limite la propagation d'une fissure à travers le matériau

Parmi les caractéristiques des composites on peut citer une densité faible (2–3), des propriétés mécaniques élevées (résistance à la rupture, ténacité, rigidité) même à haute température (matrices céramiques ou carbone), des propriétés de friction (matrices carbone et organiques).

Chapitre IV

Matières premières et techniques expérimentales

IV.1. Introduction

Le quatrième chapitre de cette étude se divise en deux parties. Dans la première, nous présenterons les matériaux de l'étude «renfort et matrice». La seconde exposera les différentes techniques expérimentales, moyens d'élaboration et de caractérisation, les essais de dureté, et les observations métallographiques par microscope optique.

IV.2. Matières premières

Un matériau composite est constitué de deux (02) ou plusieurs phases, de nature différentes, se complétant et permettant d'aboutir à un matériau à performances supérieures à celles des composant pris séparément. L'une des phases est la matrice (phase continue) dont le rôle est de transmettre les charges au renfort et de le protéger vis à vis des agressions extérieures et l'autre est le renfort (phase discontinue) qui sertà apporter au matériau des performances mécaniques élevées.

Au cours de ce travail, l'alumine et l'aluminium seront respectivement utilisés comme renfort et matrice lors de l'élaboration de notre matériau composite.

IV.2.1. L'alumine « Al₂O₃ »

L'alumine, ou oxyde d'aluminium, est un composé chimique de formule Al_2O_3 . Il s'agit d'un solide blanc inodore insoluble dans l'eau. Il en existe plusieurs polymorphes, le principal étant l'alumine α , trigonale-rhomboédrique, qui existe dans le milieu naturel sous la forme du minéral appelé corindon.

L'alumine «Al₂O₃» présente une excellente combinaison des propriétés physique et mécanique : un haut point de fusion, une faible densité, une grande dureté, un module de Young élevé et une bonne résistance à la corrosion (tableau IV.1), ce qui fait de lui un matériau très utilisé comme renfort pour les matériaux composites.

Matériau	Masse	Températur	Dureté	Ténacité	Module de	Coefficient de
	Volumique	ede fusion	(vickers)	(MPa.	Young (GPa)	dilatation
	(g/cm3)	(°C)		$m^{1/2}$)	_	linéique
						$(8 \ 10^{-6} \ \text{K}^{-1})$
Λ1 ₂ Ω ₂	3.0	2050	1800	3.5	400	20 à 800

Tableau IV.1: Quelques propriétés du l'alumine [2].

L'alumine est utilisé dans des applications très diverses. Environ 90 % de la quantité globale est utilisé pour produire de l'aluminium, généralement par électrolyse (procédé Hall-Héroult), le reste étant essentiellement utilisé dans des applications tirant profit de sa résistance chimique, thermique et électrique. La figure VI-1 montre un diffractogramme aux rayons-X de l'alumine.

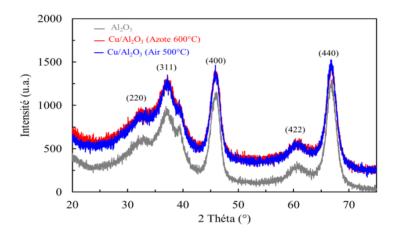


Figure IV.1: Diffractogramme de la poudre de l'Al2O3

L'observation de cette poudre au microscope électronique à balayage, en mode électron secondaire, montre que celle-ci est sous forme de particules polyédriques (figure IV.2).

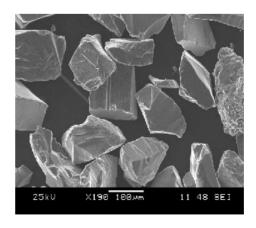


Figure IV.2: Morphologie des particules d'alumine. [7]

IV.2.2. Aluminium

L'aluminium est un élément du groupe III de la classification de Mendeleïev. Son nombre atomique Z=13, sa masse atomique M=26,97 g/mol, sa température de fusion est 660° C et celle d'ébullitionest 2467° C. Il se cristallise dans un réseau CFC de paramètre a=4,0412 A°. Sa caractéristique physique la plus importante est la faible densité 2,7g/cm³.

Grâce à sa structure CFC, l'aluminium pur est très bien déformable à froid et à chaud, de ce fait, il est très malléable (allongement à la rupture 30 à 40%), peut tenace et de faible dureté. Ces caractéristiques mécaniques intrinsèques sont répertoriées dans le tableau ci-dessous. Du côté propriétés chimique, L'aluminium est un métal très oxydable, il se distingue par sa résistance à la corrosion élevée grâce à la formation d'une couche protectrice d'alumine sur sa surface.

Tableau IV.2 : Quelques propriétés mécanique de l'aluminium

Matériau	Module de	Module de	Allongement à	Coefficient de
Iviateriau	Young (GPa)	torsion (GPa)	la rupture (%)	poisson
Al	66,6	25 à 26	30 à 40	0,33 à 0,35

Dans notre étude l'aluminium utilisé comme matrice est sous forme massif.

IV.3. Montage d'élaboration

a. Le creuset

On a réalisé un creuset avec un tube en acier au carbone d'un diamètre de 80 mm et d'une hauteur de 120 mm comme le montre la figure IV. 3. Le creuset en acier est percé sur son flan supérieur pour accrocher une anse afin de le retirer facilement du four comme le montre IV-4.





Figure IV-3.: Creuset en acier

Figure IV-4: Perçage du creuset

b. Le Four de fusion à bascule

Le four de fusion à bascule, montré à la figure IV-5 est constitué d'un creuset en graphite isolée thermiquement et protégé extérieurement par une carcasse métallique. La chambre est équipée de résistances chauffantes qui assurent le chauffage du four et l'échantillon qu'il contient, d'un thermocouple qui permet la mesure instantanée de la température. Un tube en céramique traversant le four de part en part, permet le traitement de petits échantillons sous gaz neutre afin d'éviter toute oxydation. La régulation de la température et de la vitesse de chauffe est assurée par un régulateur électronique. Le four est alimenté par une tension de 380V et permet d'atteindre une température de1200°C.



Figure IV.5: Four de fusion à bascule

IV.4. Techniques de caractérisation

* Caractérisation microstructurale

Pour mettre en évidence la structure et la morphologie de la matière première de notre composite et de déterminer et quantifier les composés formés, nos échantillons ont subi les opérations suivantes :

a. Préparation des surfaces à analyser par polissage

Le polissage est une opération qui consiste à rendre la surface à analyser plane, brillante et dénuée de toute rayure. Le polissage de notre composite a été très délicat vu la différence de dureté entre la matrice d'aluminium et l'alumine. L'opération est menée selon la procédure suivante :

- polissage au papier abrasif avec les grades successifs 400, 600, 800, 1200, 2000.

L'opération est effectuée sur une polisseuse électrique de type « Struers », à deux disques, munie d'un dispositif d'arrosage permanent d'eau afin d'éviter tout échauffement local suite au frottement. Le passage d'un papier à l'autre nécessite une rotation de 90° de l'échantillon, afin d'éliminer les rayures laissées par le papier abrasif précédent. La vitesse de rotation des disques est de 300tr/mn.

-Á l'issue du cette opération finale, l'échantillon est lavé puis séché.

b. Attaque chimique

Dans un bécher, on a préparé le réactif «Tucher's reagent» dont la formule est: $45\text{mlHCL} + 15\text{ml HNO}_3 + 15\text{ml HF}(48\%) + 25\text{ml H}_2\text{O}$

c. Analyse par microscopie optique (MO)

Les analyses métallographiques ont été réalisées afin de mettre en évidence la structure de nos échantillons. Pour ce faire, nous avons utilisé un microscope optique, montré à la figure IV-6, de type Carl Zeiss Axiovert 100 équipé d'une caméra numérique de marque Sony permettant l'acquisition des photos sur ordinateur. Ce microscope est équipé de trois objectifs de grossissement 10, 20 et 40 X et de deux oculaires avec un grossissement de 10 X



Figure IV.6 microscope optique (MO)

Chapitre V

Résultats et discussions

V.1. Introduction

L'alumine « Al₂O₃» est un matériau très recherché en raison de ses bonnes caractéristiques mécaniques, physique et chimique (grande dureté, module de Young élevé, haut point de fusion, faible densité et bonne résistance à la corrosion). Mélangé à un alliage d'aluminium, le composite Al-Al₂O₃ obtenu conjugue les propriétés de la céramique Al₂O₃ et celle de la matrice d'aluminium Al. Ce composite est largement utilisé dans l'automobile, les mines, l'aérospatial, la défense et d'autres industries.

De nombreuses techniques, telles que la métallurgie des poudres, le moulageforgeage, l'incorporation, l'infiltration...etc., sont utilisées pour la fabrication de ces composites.

> Dans cette étude, nous allons opter pour la technique de l'incorporation. Celle-ci consiste à faire fondre l'aluminium puis le renforcé par l'alumine.

Ce présent chapitre regroupe les résultats portant sur l'élaboration et la caractérisation microstructurale du composite Al-Al₂O₃.

V.2. Accessoires de coulée

a. Le creuset

On a réalisé un creuset avec un tube en acier au carbone d'un diamètre de 80 mm et d'une hauteur de 120 mm comme le montre la figure V.1. Le creuset en acier est percé sur son flan supérieur pour accrocher une anse afin de le retirer facilement du four comme le montre V-2.

Chapitre IV Matières premières et techniques expérimentales





Figure V-1.: Creuset en acier

Figure V-2: Perçage du creuset

b. Système de mélange

Afin de nous assurer que le renfort et le métal (ou l'alliage) constituant la matrice soient mélangés de façon homogène dans le creuset. Nous avons aussi réalisé un guide tubulaire qui accueillera l'arbre et l'hélice qui serviront à mélanger le liquide en fusion avant la coulée. Le guide tubulaire est placé sur la porte horizontal du four à l'aide de deux vis. Un perçage fileté dans le tube renferme une vis de blocage pour éviter l'arbre avec son hélice ne touche le fond du creuset. La figure V.3 montre les détails de la conception du guide.



Figure V.3: Détails de la conception du guide.

La figure V.4 montre le guide avec l'arbre et l'hélice montés ensemble.



Figure V.4: Guide avec l'arbre et l'hélice de mélange.

c. Les moules

Pour les besoins de nos caractérisations des produits moulés, nous avions besoin d'éprouvettes en forme de médaillon pour la caractérisation en microscopie optique et pour les mesures de dureté. Pours les essais de traction, nous avions besoin d'éprouvettes parallélépipédiques qui seront par la suite usinées pour rectifier leurs côtes à des valeurs choisies. La figure V.5 montre les différentes formes de moules utilisés.

Les moules étaient constitués de plâtre car c'était le matériau le plus à façonner et le plus rapide à sécher. Le séchage des moules en plâtre a été fait dans une étude à 100° C durant une nuit.



Figure V.5: Les moules

V.3. Élaboration du matériau composite à matrice métallique

La technique d'élaboration utilisée pour l'obtention de notre composite est celle de l'incorporation. Cette technique comporte trois étapes, d'abord la fusion de la matrice, puis l'addition des particules à des taux variables de 10-20et 30%.

La charge d'aluminium sous forme de lingots initialement, a été découpé en morceaux afin de faciliter leur incorporation dans le creuset. La température initiale du four a été fixée à 900 °C afin de faciliter plus rapidement la fusion de l'aluminium car ce dernier est recouvert au départ d'une fine couche d'alumine qui retarde sa fusion. Une fois la charge d'aluminium fondue, on a ajouter avec précaution le renfort d'alumine. Le pourcentage d'alumine ajouté dépend du taux fixé au départ et de la masse de la charge d'aluminium. La vitesse de rotation de l'arbre muni de son hélice était choisie entre 200 - 500 tr/minutes selon renseignements issus de la bibliographie. Le temps de malaxage était fixé à 10 minutes pour les différentes vitesses appliquées et taux du renfort incorporé. A l'aide d'une louche, les moules étaient par la suite rempli pour la fabrication des éprouvettes. La figure V.6 montre le déroulement de ces opérations.



Figure V.6: La coulée

L'ensemble est ensuite coulé dans les moules et soumis au refroidissement à l'air libre. Dans notre cas, à cause de l'absence de disponibilité d'une fraiseuse, les essais de traction des pièces coulées étaient réalisées sur des éprouvettes brutes de coulée issues du moule.

Après refroidissement des moules, les échantillons sont découpés, à l'aide d'une scie métallique et polies. Après polissage, l'échantillon obtenu par cette technique est observée au microscope optique ou soumis au test de dureté.

V.4. Analyse de la microstructure

L'observation optique de l'alliages Al-Al₂O_{3p} (90% alliage d'aluminium et 10% renfort) est montré sur la photo de la figure V.7.

La micrographie montre des particules d'alumine de couleur blanc brillant, incrustées dans la matrice de l'alliage d'aluminium qui apparait en brun clair. Les formes vermiculaires dispersés dans la matrice sont vraisemblablement une seconde phase que nous n'avons pas pu identifié. Ces phases secondaires sont dispersées de manière homogène dans toute la matrice. Parfois, on observe un gros tas de renfort amassé sous forme de cluster réparti aussi par ci par là dans toute la matrice.

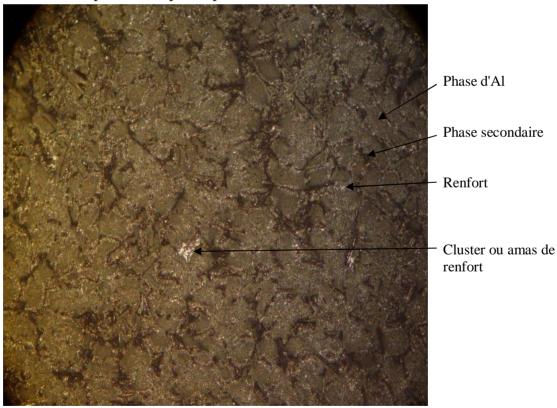


Figure V.7: Micrographie du MMC Al-Al $_2O_{3p}$ (90% Al-10% renfort) 200X

Chapitre V Résultats et discussions

Nous remarquons que les renforts se trouvent noyés dans la matrice mais aussi suivent les contours de la seconde phase. Nous avons l'impression que la seconde phase existe à cause de la présence du renfort. Les renforts paraissent fins et discrets dans la structure.

 \blacktriangleright L'observation au microscope du MMC Al-Al₂O_{3p} (80% Al - 20% renfort) est montré à la figure V.8.

La figure montre des particules d'alumine de couleur blanc brillant incrustées dans la matrice de l'alliage d'aluminium qui apparait en brun clair. La seconde phase apparait plus nettement dans cette photo.

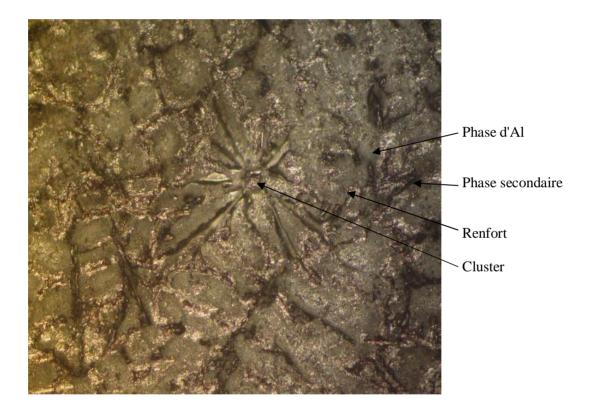


Figure V 8. Micrographie du MMC Al-Al₂O_{3p} (80% Al - 20% renfort) 200X

Ici, les renforts sont mieux répartis dans la matrice et paraissent se regrouper entre les secondes phases. Ici, ce qu'on a appelé 'seconde phase' apparaissent comme un clivage de plans cristallographiques à cause de la présence des renforts. Nous avons l'impression que la cristallisation de l'aluminium est en quelque sorte dictée par la présence plus ou moins prononcée des renforts.

Un bel exemple à notre remarque est la présence d'un cluster au centre de la photo et autour de lui ces fameux 'plans de clivage' qui sont construits comme une étoile autour du cluster. Il est possible qu'il y a présence de porosités.

L'observation au microscope optique du MMC Al-Al₂O_{3p} (70% alliage d'aluminium et 30% renfort) est montré à la figure V.9.

La photo prise au microscope à 400X a une mauvaise résolution car la surface de l'échantillon découpé n'était tout à fait plane. montre des particules d'alumine de couleur blanc pâle incrustées dans la matrice de l'alliage d'aluminium qui apparait en brun clair . Des phases 'secondaires' sont présentes dans la microstructure.

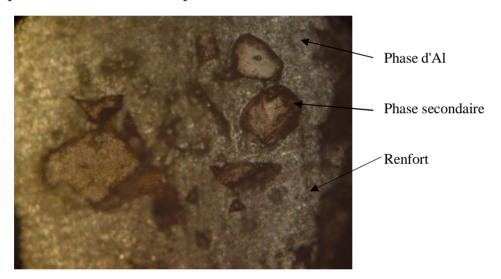


Figure V 9: Micrographie du MMC Al-Al₂O₃p (70% Al - 30% renfort) 400X

Le renfort dans ce MMC occupe une surface très importante dans la matrice d'Al jusqu'à la faire disparaître en surface. Ce qui est montré ici comme seconde phase est pour nous une inconnue. Le renfort paraît très reparti. C'est dire que le système que nous avons conçu a bien fonctionné.

Cependant, nous n'avons pas eu le temps d'étudier l'effet de la vitesse sur la répartition des renforts dans la matrice. Il est possible qu'une vitesse lente tend à grouper les renforts plutôt que de les disperser.

V.5. Essais de microdureté

L'étude expérimentale des propriétés mécaniques, telles que la microdureté, des MMC Al-Al₂O_{3p} peut contribuer à l'amélioration de leurs caractéristiques pour une large utilisation industrielle. Les C1, C2 et C3 représentent respectivement les valeurs de microduretés avec des charges de 10, 20 et 30 %.

Tableau V.1: Valeurs de microdureté des échantillons

	Valeur 1	Valeur 2	Valeur 3	Moyenne
	(HV ₂₀₀)	(HV ₂₀₀)	(HV ₂₀₀)	(HV ₂₀₀)
Al	255	309.7	352	305.57
C1(10%)	330	350	392.1	357.37
C2(20%)	308.6	364	490	387.54
C3(30%)	831.71	988	1068	962.57

Nous remarquons que la microdureté augmente très rapidement avec le pourcentage de renfort introduit dans la matrice. Il passe de $357.37~HV_{200}$ à $962.57~HV_{200}$ soit de plus de 269~%. Ce résultat est assez remarquable.

L'addition de l'alumine (α-Al2O3) renforce la dureté du matériau composite à matrice métallique à base d'aluminium renforcé par de l'alumine.

V.6. Essai de Traction

Les essais de traction ont été effectués avec des éprouvettes obtenues selon la norme sur une machine de la marque MTS/Criterion. Les propriétés en traction (contrainte élasticité et contrainte maximale) sont déterminées à partir des courbes contrainte-déformation

Les résultats obtenus de l'essai de traction sur les éprouvettes sont présentés dans les figures V.10, V.11, V.12 et V.13

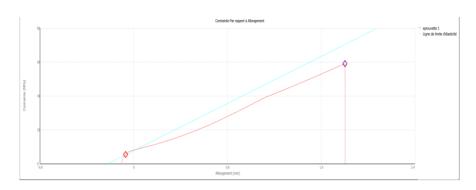


Figure V 10. Contrainte-déformation AL

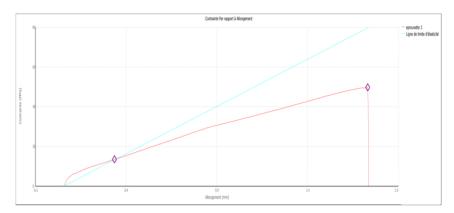


Figure V 11. Contrainte-déformation AL-Al₂O₃(10%)

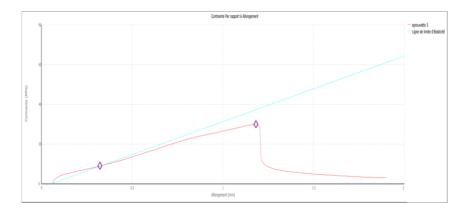


Figure V 12. Contrainte-déformation AL-Al₂O₃(20%)

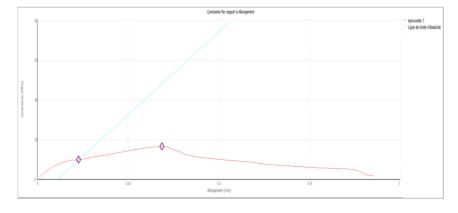


Figure V 13. Contrainte-déformation Al-Al₂O₃(30%)

Les résultats des propriétés mécaniques obtenues par essai de traction sur des éprouvettes sont présentés dans le tableau V.2.

Tableau V.2: Propriétés mécaniques.de Al-Al2O3

	Contrainte elastique (MPa)	Contrainte maximale (MPa)
Al sans renfort	5.413	58.986
Al-Al ₂ O ₃ (10%)	13.374	49.719
Al-Al ₂ O ₃ (20%)	8.890	29.996
Al-Al ₂ O ₃ (30%)	9.792	16.508

Nous remarquons d'après les résultats obtenus dans le tableau V.2 que le module d'élasticité et la contrainte maximale varient selon la fraction massique de renfort. Les valeurs de module d'élasticité augmentent graduellement à l'augmentation de fraction massique de renfort. D'autre part, les valeurs de la contrainte maximale des MMC ont sensiblement diminué par rapport au métal de référence. Il est probable qu'une augmentation de la porosité fine dans la matrice a diminué les contraintes à la rupture des MMC. Selon les conditions, notamment vitesse de malaxage et pourcentage de renfort, la présence accrue de gaz qui empêche l'imprégnation des particules par le métal liquide. Leur influence est telle, que les particules du renfort censées rester à l'intérieur du bain se détachent au contraire de ce dernier dès l'arrêt du malaxage .Elle décantent ensuite à la surface en formant des amas comme souligné par certains auteurs [27]. C'est ce qui est probablement déroulé dans cette première série d'expériences et a provoqué le manque de fluidité du métal constatée avant coulée.

A contrario, les valeurs de l'allongement ont suivi un chemin inverse en subissant une baisse de sa valeur. La réduction de la ductilité peut être attribuée principalement à l'accroissement de la fraction incorporée due aux qualités intrinsèques du renfort (dureté principalement) [24]. Il peut s'agir aussi d'une présence accrue de pores qui abaisse fortement la valeur de cette caractéristique. [25, 26].

Les propriétés du MMC ne dépendent pas uniquement du pourcentage de renfort introduit dans la matrice mais de la vitesse de malaxage du bain de fusion. Une valeur basse ou forte de ce paramètre combinée à une fraction élevée du renfort favorise l'augmentation de la porosité.

L'existence de groupements de particules qui sont largement visibles à certains endroits qui résultent de la présence du problème du non mouillage. Ce phénomène d'agglomération observé avant coulée génère une viscosité excessive dubain liquide.

Conclusion générale

Ce travail avait comme objectif l'étude d'un matériau composite à matrice métallique (MMC) d'aluminium renforcée par des particules d'alumine élaboré dans un four de fusion.

Nous avons choisi de brasser le métal liquide avec un moyen mécanique lors de l'incorporation du renfort juste avant la coulée. Les proportions des renforts étaient de 10 %, 20 % et 30 %. La microstructure ainsi que les caractéristiques mécaniques du MMC ont déterminées. Les principales conclusions que l'on peut de ce travail sont:

- l'addition de l'alumine (Al₂O₃) renforce les propriétés mécaniques de l'aluminium
- la micrographie montre des particules d'alumine de couleur blanc brillant, incrustées dans la matrice de l'alliage d'aluminium qui apparait en brun clair. Les formes vermiculaires dispersés dans la matrice sont vraisemblablement une seconde phase que nous n'avons pas pu identifié.
- il a été observé que les valeurs du module d'élasticité des matériaux composites à base des particules d'alumine se sont améliorées accompagné d'une légère diminution de la valeur de la contrainte maximale dû à l'augmentation du taux de particules.
- -la densité des renforts augmentent avec le pourcentage d'incorporation. Leur répartition uniforme est tributaire du brassage mécanique. Il existe certainement une vitesse optimale de brassage qui permet de minimiser la formation d'amas de renforts.
- la microdureté augmente très rapidement avec le pourcentage de renfort introduit dans la matrice. Il passe de 357.37 HV₂₀₀ à 357.37 HV₂₀₀ soit de plus de 269 %.
- les propriétés du MMC ne dépendent pas uniquement du pourcentage de renfort introduit dans la matrice mais de la vitesse de malaxage du bain de fusion. Une valeur basse ou forte de ce paramètre combinée à une fraction élevée du renfort favorise l'augmentation de la porosité.
- Selon les conditions, notamment vitesse de malaxage et pourcentage de renfort, la présence accrue de gaz qui empêche l'imprégnation des particules par le métal liquide. Il est possible qu'une vitesse lente tend à grouper les renforts plutôt que de les disperser.

Références bibliographiques

- [1]. M. Rosso: Ceramic and metal matrix composites: Routes and properties. Journal of Materials Processing Technology 175, pp. 364–375, 2006.
- [2].S. Dermarkar: Matériaux composites à matrice métallique. Techniques de l'Ingénieur, M250, 2001.
- [3]. J. Masounave, N. Villar: Elaboration des composites à particules. Techniques de l'Ingénieur, M2448, 2001.
- [4]. J. W. Kaczmar, K. Pietrzak, W. Wlosinski: The production and application ofmetal matrix composite matrials. Journal of Materials Processing Technology 106, pp.58-67,2000.
- [5].C.Suryanarayana:Structureandpropertiesofnanocrystallinematerials.Bull.Mater.S ci,Vol.17,No.4,pp.307-34,1994.
- [6]. A. Kremer: Etude du choix structurel d'outils coupants en diamant revêtu ou polycristallin massif pour l'usinage compétitif et environnemental des composites à matrice métallique et renfort céramique particulaire (CMMp Al/Al₂O₃). École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, Paris, 2009.
- [7].M. Montoya-Dávila, M.A. Pech-Canul, M.I. Pech-Canul: Effect of bi-and trimodal size distribution on the superficial hardness of Al/ Al₂O₃p composites preparedbypressurelessinfiltration.PowderTechnology176,pp66–71,2007.
- [8]. S. Ren, X. He, Xuanhui Qu, Y. Li: Effect of controlled interfacial reaction on the microstructure and properties of the Al₂O₃p/Al composites prepared by pressure less infiltration. Journal of Alloys and Compounds455,pp424–431,2008.
- [9]. L.A. Dobrzański, M. Kremzer, A.J. Nowak, A. Nagel: Composite materials based on porous ceramic preforming filtrated by aluminium alloy. Archives of Materials Science and Engineering, vol20, pp 95-98, 2007.
- [10].M. Eudier: Métallurgie des poudres. Techniques de l'Ingénieur, M860.
- [11]. H. Wanga, R. Zhanga, X. Hua, C. A. Wang, Y. Huang: Characterization of a powder metallurgy SiC/Cu–Al composite. Journal of materials processing technology, 197, pp 43–48, 2008

- [12].C. Suryanarayana: Mechanical alloying and milling. Progress in Materials Science, 46, pp 1-184, 2001.
- [13] A. Frachon: Modélisation et Simulation Numérique de la Compression en Matrice de Poudres Métalliques. Institut National Polytechnique de Grenoble. [14].D.B. Assollant, M.Soustelle, C.Monty, H.Pastor, J.M.Chaix: Chimie-physique du frittage. Hermes, Paris 1993.
- [15]. Y. Sahin: Preparation and some properties of Al₂O₃ particle reinforced aluminium alloy composites. Materials and Design, 24, pp 671–679, 2003.
- [16].N.L. Han, Z.G. Wang, G.D. Zhang: Effect Of Reinforcement Size On The Elevated-Temperature Tensile Properties And Low-Cycle Fatigue Behavior Of Particulate Al₂O₃/Al Composites. Composites Science and Technology, 57, pp1491-1499, 1997.
- [17].S. Min: Effects of volume fraction of SiC particles on mechanical properties of Al₂O₃/Al composites. Trans. Nonferrous Met. Soc. China, 19, pp 1400-1404, 2009.
- [18] Z. Gnjidic, D. Bozic, M. Mitkov: Their nfluence of Al₂O₃ particles on the compressive properties of metal matrix composites. Materials Characterization, 47, pp 129–138, 2001.
- [19]. S.C. Tjong, Z.Y. Ma: High-temperature creep behaviour of powder-metallurgyaluminiumcompositesreinforcedwithAl₂O₃particlesofvarioussizes.Compo sites Science and Technology, 59, pp 1117-1125, 1999.
- [20]. Y. Sahin, V. Kilicli: Abrasive wear behaviour of Al₂O₃p/Al alloy composite incomparisonwithausferriticductileiron.Wear271,pp2766–2774,2011.
- [21]. S. Kumar, V. Balasubramanian: Effect of reinforcement size and volume fraction on the abrasive wear behavior of AA 7075Al/Al₂O₃p P/M composites A statistical analysis. Tribology International, 43, pp 414–422, 2010.
- [22]. S.-Y. Sheu, S.-J. Lin, Particle size effect on the abrasion wears of 20 vol.% SiCp/7075 Al composites, Scripta Mater., 35, pp 1271–1276, 1996.
- [23]. S. Kassim Al-Rubaie, N.H. Yoshimura, M.B.J. Daniel, Two-body abrasive

wear of Al-Al₂O₃ composites, Wear 233-235, pp 444-454, 1999.

- [24] Silicon Carbide Ceramics, Structure and Properties of. Encyclopedia of Materials. 2001 Science and Technology.
- [25] Chao Li, Wang Y J, Qin Ke, Li Shu Long. 2016 The Research Status of the Wetting of Metal/Ceramic in the High Temperature Self-Lubricating Materials. International Journal of Materials Science and Applications. Vol. 5, No. 2, pp. 108-112.
- [26] Eustathopoulos N. 2015. Wetting by Liquid Metals. Application in Materials Processing Metals Vol. 5, pp 350-370.
- [27] Ourdjini A, Chew KC, Khoo BT. 2001. Settling of silicon carbide particles in cast metal matrix composite. Journal Materials Processing Technology. Vol.116, pp 72–76.