



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE SAAD DAHLAB DE BLIDA 1

FACULTE DE TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT DE MECANIQUE



Mémoire une vue de l'obtention du diplôme de Master

Spécialité : Génie des matériaux

Sur le thème :

**Etude microstructure et
tribologique de l'oxydation
isotherme de composite de phase
MAX Ti₃SiC₂/SiC**

Présente par :

 Bouchelilet Ayoub

 Ounnas Mohamed Mounir

Encadré par :

- Dr. Adel Haddad

Année universitaire : 2021/2022

Remercîment

Cette thèse a été effectuée au laboratoire de science des matériaux, au niveau de l'université de blida 1, je tiens à remercier la responsable du laboratoire SDM Mm Hnifa de m'avoir accueilli au sein du laboratoire.

Au terme de notre travail, nous tenons à remercier sincèrement nos promoteurs **Dr. ADEL HADDAD** pour tous les conseils, support et l'aide qui nous ont apportés, afin de mener à bien ce travail dans les délais impartis.

Nous remercions aussi tous les enseignants du département Génie mécanique et particulièrement le grand professeur **M. HADJI** et **DR. NEMRI YACINE** **Dr. Y HADJI** et **Dr. CHIKER** et **Dr. BENAMOUR** pour tous leurs aides et soutiens qui ont servi à la réalisation de ce modeste travail.

Merci à toute ma famille qui ne cesse de soutenir et me motive à persévérer dans mon travail.

Un grand merci également à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation.

Dédicace

*Je tiens c'est avec grande plaisir que je dédie ce
modeste travail :*

A l'être le plus cher de mes vies mes mères

*A celui qui m'a fait de nous un homme, mes
pères*

A mes chers frères

Mes chères sœurs

A tous mes amis de promotion de 2^{-ème} année

*Master génie des matériaux ET
particulièrement*

R. Sihem et M. AMEL et G. IMAD EDDINE

B. ABDERZAK ...B. FETEHALLAH...A. YUCEF

*TOUTE PERSONNE QUI OCCUPE UNE
PLACE DANS MON CŒUR*

*A TOUS MES CHERS AMIS JE
DEDIE CE MODESTE TRAVAIL*

Tables Des Matières

Introduction générale	3
Chapitre 01 : Recherches bibliographiques sur les phases MAX	
1.introduction.....	4
I.2 Historique.....	5
I.3 Structure des phases MAX.....	6
I.3.1 Familles des phase MAX.....	9
I.3.2 liaison des phases MAX.....	10
I.3.2.a liaison covalente.....	10
I.3.2.b liaison ionique.....	11
I.3.2.c liaison métallique.....	11
I.3.3 Microstructure.....	11
I.4. Propriétés des phases MAX.....	12
I.4.1 propriétés électrique.....	13
I.4.2 propriétés mécanique	13
I.4.3 propriétés chimique	14
I.5. Synthèse des phases Max	14
I.5.1 Le Frittage	14
I.5.2 les procédés des Frittage	15
I.5.2.1 frittage en phase solide	15
I.5.2.2frittages en phase liquide.....	16
I.5.2.3 frottage réactif	17

I.5.2.4 frittages sous pression mécanique.....	17
I.5.2.4- a technique du pressage à chaude unidirectionnel	17
I.5.2.4- b technique du pressage isostatique à chaude.....	17
I.5.2.4- c technique du Spark plasma Sintering.....	18
I.6 conclusion.....	19

Chapitre II Etat de L'art

II.1 L'oxydation.....	21
II.2 structures et caractéristique des couches d'oxydes formées.....	21
II.3 L'oxydation de Ti_3SiC_2	21
II.4 synthèses de tribologie.....	25
II.4.1 introductions.....	25
II.4.2 tribologies	25
II.4.3 système tribologique	26
II.4.4 les principaux modes d'usure.....	27
II.4.4.1 l'usure par abrasion.....	27
II.4.4.2 l'usure par adhésion ou grippage.....	27
II.4.4.3 l'usure par fatigue.....	28
II.4.4.4 l'usure par réactions tribochimique.....	29

II.4.5 tribologies des céramiques.....	29
II.4.6 frottement et usure des céramiques.....	29
II.4.7 tribologies des matériaux lamellaires	29
II.4.8 comportement tribologique des matériaux lamellaires.....	30

Chapitre III : partie expérimentale

III.1 introduction	32
III.2 Matériaux étudiés.....	32
III.2.1 matériaux utilisés.....	32
III.3 pénétration.....	33
III.4 oxydations.....	33
III.4.1 caractérisations du four utilisé.....	34
III.4.2 oxydations des échantillons.....	35
III.5 la tribologie.....	36
III.6 le polissage.....	37
III.7 Microstructure optique.....	39.40

Chapitre VI : Interprétation

VI-1 introduction.....	41
VI-2 observation microscopique.....	41
VI-3 traitement d'oxydation 800°.....	42
VI-4 traitement d'oxydation à 900°.....	42
VI-5 traitement d'oxydation à 1000°	43
VI-6 traitement d'oxydation à 1100°.....	44

VI-7 évolution de l'épaisseur de sa couche en fonction T.....	45
VI.8 grains de masse.....	45
VI.9 les diagrammes de tribologie	47
V.I.9.1 Diagramme tribologique d'échantillon de traitement 800°C.....	47
VI.9.2 Diagramme tribologique d'échantillon de traitement 900°C.....	48
Conclusion générale.....	54

Liste des figures :

Chapitre I

Figure I.1 : Tableau périodique représente les différents éléments pouvant constituer les phases max

Figure I.2 : Les trois mailles élémentaires (211, 312 et 413) des phases MAX

Figure I.3 : Enchainements des plans pour la structure 211, 312 et 413 orientées suivant l'axe (1120). Une maille [élémentaire est dessinée dans chaque schéma 3]

Figure I.4 : structure nano lamellaire du Ti_3SiC_2 la face fracturée(a). (b) ce principe de déformation se rapproche de celui d'un jeu de carte sollicité parallèlement aux plans de cartes

Figure I.5 : Empreinte de micro-dureté à 500 g montrant la structure lamellaire du Ti_3Si_2

Figure I.6 : variations de la résistivité électrique en fonction de la température des phases MAX

Figure I.7 : courbes déformation-contrainte de Ti_3Si_2 à déférence température pour déférentes tailles de grains

Figure I.8 : le principe de frittage en phase solide

Figure I.9 : déférentes stade d'évolution de la microstructure au cours du frittage

Figure I.10 : Schéma des contributions respectives des trois grandes étapes de cette frittage

Figure I.11 : La technique SPS « Spark plasma sintering »

Chapitre II

Figure II.1 : Observations MEB en électrons rétrodiffusées au même grandissement d'échantillon de Ti_2SiC_2 oxydés à 1125 C pendant 9h sous air comportant – sous forme d'inclusion noire dans Ti_3Si_2 - b) du Tic dans Ti_3SiC_2 d'après (BARSOU et AL,2003)

Figure II.2 : Couches d'oxydes généralement formées en surface de Ti_3SiC_2 après oxydation sous air a) entre 500 et 800°C, b) à 900 et 1000°C, c) à 1100 et 1200°C

Figure II.3 : Synoptique générale d'un système tribologique

Figure II.4 : schéma des quatre modes d'usure abrasive

Figure II.5 : illustration de l'usure par fatigue

Figure II.6 : illustration de l'usure par fatigue

Les figures Chapitre III

Figure III.1 : les échantillons e phase Ti_3SiC_2

Figure III.2 : balance de précision 10^{-4} (g)

Figure III.3 : four électrique à moufle

Figure III.4 : les échantillons après le traitement

Figure III.5 : représente les cycles de traitement thermique en fonction de la température

Figure III.6 : polisseuse mécanique

Figure III.7 : les moyennes utilisées

Figure III.8 : les échantillons dans le moule

Figure III.9 : pin-on-disc tribomètre

Figure III.10 : microscope optique

CHAPITRE IV

Figure VI.1 : microstructure d'échantillons à Témoin

Figure VI.2 : microstructure d'échantillons à $T=800^{\circ}C$

Figure VI.3 : microstructure d'échantillons à $T=900^{\circ}C$

Figure VI.4 : microstructure d'échantillons à $T=1000^{\circ}$

Figure VI.5 : microstructure d'échantillons à $T=1100^{\circ}C$

Figure VI.6 : évolution de l'épaisseur de la couche en fonction de la température d'oxydation

Figure VI.7 : grain de masse en fonction de la température de traitement

Figure VI.8 : diagramme de tribologique Ti_3SiC_2 à $T= 800^{\circ}C$

Figure VI.9 : diagramme de tribologique Ti_3SiC_2 à $T= 900^{\circ}C$

Liste des tableaux

Tableau I.1 : valeurs des paramètres de maille de quelques phases MAX

Tableau I.2 : les différences catégories des phases MAX synthétisées

Tableau I.3 : conclusion sur les propriétés générale

Tableau II.1 : coefficient de dilatation thermique (CDT) des phases max étudiées des oxydes formés

Tableau III.2 : les paramètres des tests tribologiques

Tableau VI.1 : représente les masses des échantillons avant et après traitement d'oxydation

Introduction générale :

Les phases MAX sont des matériaux céramiques qui constituent une nouvelle classe de matériaux nanolumellaires qui ont été longtemps négligés mais depuis une dizaine d'années elles étaient largement cellulaires étudiées à cause de leurs propriétés mécaniques et électriques. Pour leurs propriétés thermiques, chimiques et électriques ils ont de nombreux points communs avec les carbures et les nitrures telle qu'un module de Young élevé cependant ils n'ont pas leurs fragilités moins ils sont leurre du-il s particulière de deux types de liaison dans leurs structures nanolamillaires. Le Ti_3SiC_2 , est la phase MAX la mieux caractérisée à ce jour, bien que de nombreuses questions subsistent sur les différentes facettes de son comportement

Une résistance à l'oxydation est nécessaire pour un matériau susceptible d'être utilisé à l'air à haute température. Ces matériaux les plus résistants à l'oxydation sont les oxydes mais ils présentent le désavantage d'être sensibles aux chocs thermiques. La résistance d'un matériau à l'oxydation dépend des capacités de créer en surface une couche protectrice d'oxyde imperméable. Peu d'éléments forment des couches d'oxyde suffisamment protectrices pour être appliquées comme barrière d'oxydation à des températures supérieures à 1000 °C. Les oxydes les plus connus ayant ces propriétés sont l'aluminium, le silicium, le chrome. Les superalliages utilisés aujourd'hui dans les moteurs d'avions sont des alliages à base de nickel mais ils contiennent suffisamment de chrome pour les rendre résistants à l'oxydation. En présence d'oxygène se forment à leur surface une couche mince d'oxyde de chrome (C12031), protectrice et suffisamment adhérente, jusqu'à 1000 °C. Soulignons que c'est en ajoutant du chrome à l'alliage que celui-ci devient inoxydable.

Le but de cette recherche est de comprendre le travail qui consiste à faire une étude microstructure de l'oxydation isotherme d'un composite phase MAX, ce dernier qui est classé parmi la famille des céramiques mais il a un comportement intermédiaire entre métaux et la céramique et voir le comportement tribologique de ce composite après une oxydation isotherme et voir la couche formée et ses propriétés tribologiques.

Ce mémoire est organisé selon quatre chapitres :

- Le premier chapitre c'est la recherche bibliographique et résume aussi les connaissances actuelles concernant les phases MAX, il dresse les principales propriétés des phases MAX et leurs différentes techniques pour les élaborer.
- Le deuxième chapitre présente sur l'état de l'art qui contient l'oxydation de phase MAX et leur comportement tribologique.
- Le troisième chapitre portera sur le protocole expérimental ainsi que sur les différentes techniques utilisant : le four, la machine de découpage, la polisseuse et la technique de la pesée, la tribologie et dernièrement la microscopie optique.
- Le quatrième chapitre pour objectif de présenter les résultats expérimentaux et l'interprétation.

On termine cette étude, par une conclusion générale.

Chapitre I :

**Recherche bibliographique sur les
phases MAX**

Chapitre I : Recherche bibliographique sur les phases MAX

Introduction :

La famille des phases dites MAX est constituée de céramiques nano lamellaires découvertes à l'origine par Jeitschko.W et Nowotny dans les années soixante, on peut étudiées depuis leur redécouverte il y auelque année, notamment par l'équipe du professeur Barsoum de l'université drexel de Philadelphie, a amorcé leur étude intensive. Ces céramiques possèdent des propriétés intéressantes, intermédiaires entre les métaux et les céramiques.

La particularité des phases MAX réside dans leurs propriétés exceptionnelles qui résultent de leur structure nano lamellaire et peuvent être résumées comme la combinaison des propriétés des métaux et des céramiques. Les phases MAX sont généralement rigides, faible densité, habitude a la déformation plastique à haute température, stable chimiquement, sont une très bonne résistance contre L'oxydation, sont de bons conducteurs électrique et thermiques et sont résistantes à la corrosion et à l'usure.

Souvent étudiées pour d'éventuelles application à haute température, les phases MAX ont fait l'objet de nombreux travaux afin d'évaluer leur résistance à l'oxydation. S'il est communément admis que cette classe de matériaux présente des propriétés en oxydation prometteuses, des divergences ont néanmoins pu être constatées quant à la nature et à la teneur des produits d'oxydation, mais également au niveau des cinétiques d'oxydation. Les microstructures des échantillons ou encore la nature de l'atmosphère employée lors des essais d'oxydation sont susceptibles d'affecter les processus mis en jeu au cours de l'oxydation.

Chapitre I : Recherche bibliographique sur les phases MAX

I.2. Historique :

Pour la première fois, dans les années 1960-1970 Nowotny et son équipe ont synthétisé des phases de type H, de composition chimique M_2AX où :

M est un métal de transition appartenant aux groupes 3 (sc), 4 (Ti, Zr, Hf), 5 (V, Nb, Ta) ou 6 (Cr, Mo).

A un élément des groupe A2 (Cd), 13 (Al, Ga, In, Ti), 14 (Si, Ge, Sn, Pb), 15 (P, As) ou 16 (S)

X du carbone ou l'azote N

Après la découverte d'autres ternaire en savoir le Ti_2SiC_2 et Ti_3AlC_2 la formule chimique devient alors $M_{n+1}AX_n$. L'indice n varie de 1 à 3 par valeurs entiers et les structures M_2AX , M_2AX_2 ET M_2AX_3 sont nommées respectivement 211, 312 et 413, plus récemment, une étude mentionne l'existence de la famille 615 par l'analyse du Ta_6AlC_5 . [1]

Ce n'est pas qu'en 1996, que la phase MAX Ti_3SiC_2 a été synthétisée et étudiée dans le cadre d'un programme de recherche mené par le professeur M. W. Barsby, grâce à la technique de compression isostatique à haute température (HIP), depuis, les chercheurs ont confirmé que les propriétés des phases MAX sont voisines de celles des céramique (dureté élevée, très haute température de décomposition, rigidité à température élevée). Tout en ayant les caractéristiques des métaux (bonne conductivité électrique et thermique, usinabilité, ductilité et tolérance à l'endommagement) [1]4

Les phases MAX tiennent leur nom de leur composition chimique $M_{n+1}AX_n$ ou L'indice n varie de 1 à 3 et les structures M_2AX , M_3AX_2 ET M_4AX_3 correspondent sont nommées respectivement phase Max ; 211, 312 et 413.

Figure I.1. Tableau périodique représente les différents éléments pouvant constituer les phases max. [6]

1.3. Structure des phases max

Les phases max présentent une structure à maille hexagonale dont le groupe d'espace est P63/mmc. Leur maille est schématisée sur la figure 2.2. La notation cristallographique utilisée est celle de bravais-Miller, la maille élémentaire peut être simplement décrit par des empilements succédés couches d'octaèdres M6X et d'une couche d'élément.

Sur la figure 2.2 les trois structures se différencient par leur nombre de couches d'octaèdres séparant les couches A : on compte 1 octaèdre (2 couches de M) pour la 211, 2 octaèdres (3 couches M) pour 312 et 3 octaèdres (4 couches de M) pour la 413. [2]

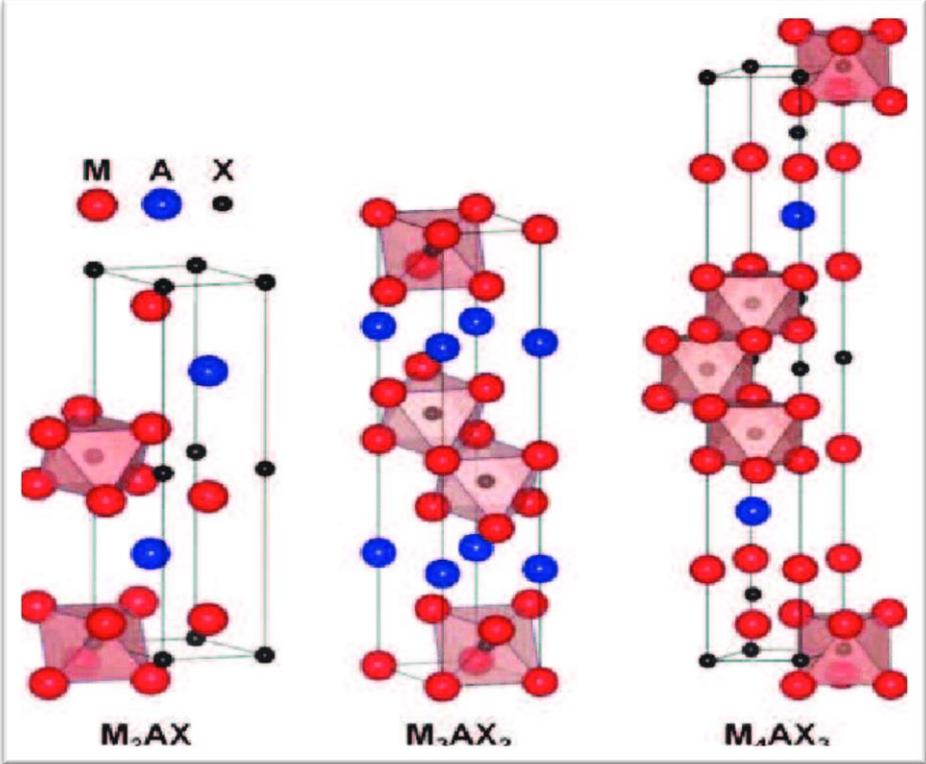


Figure.I.2. Les trois mailles élémentaires (211, 312 et 413) des phases MAX. [3]

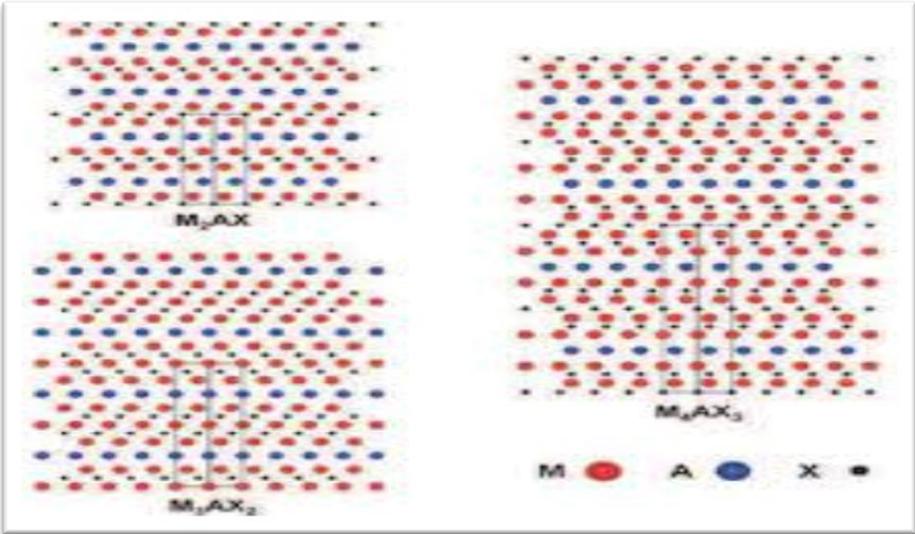


Figure I.3.Enchainements des plans pour les structures 211, 312 et 413 orientées suivant l'axe (1120). Une maille élémentaire est dessinée dans chaque schéma.[3]

Chapitre I : Recherche bibliographique sur les phases MAX

Les paramètres de maille mesuré par déférence méthode une anisotropie cristalline très important ($c/a > 3$). Tableau 1..1. La combinaison de cette dernière avec l'aspect lamellaire lié aux différents types des liaison inter-planaires, suggère que les mécanismes de déformation des phases Max sont proches de ceux des matériaux lamellaires comme le graphite [4]. Ces mécanismes sont détaillés plus loin.

Tableau I.1. Valeurs des paramètres de maille de quelques phases MAX

<i>Phase</i>	<i>Paramètre a (Å)</i>	<i>Paramètre c (Å)</i>	<i>Rapport a/c</i>
Ti_2AlN	2,99	13,61	4,55
Ti_2AlC	3,04	13,60	4,47
Cr_2AlC	2,86	12,80	4,47
Ti_2SC	3,22	11,20	3,47
Ti_3SiC_2	3,07	17,67	5,75
Ti_3AlC_2	3,08	18,58	6,03
Ti_3SnC_2	3,14	18,65	5,93
$(V_{0,5}Cr_{0,5})_3AlC_2$	2,89	17,73	6,13
$Ta_3Al_{0,6}Sn_{0,4}C_2$	3,09	19,13	6,19
Ti_4AlN_3	2,99	23,37	7,78
Ti_4SiC_3	3,05	22,67	7,43
Ti_4GaC_3	3,05	23,37	7,66
Ti_4GeC_3	3,08	22,85	7,41
$Alpha Ta_4AlC_3$	3,11	24,12	7,75
$Bêta -Ta_4AlC_3$	3,09	23,70	7,66
Nb_4AlC_3	3,13	24,12	7,70

1.3.1. Familles des phases Max :

En somme. À ce jour, le nombre de phases MAX répertorié et stables thermodynamiquement dépasse (60). Et à l'heure actuelle, les pôles d'intérêt s'orientent vers la synthèse de nouvelles phases MAX du fait que beaucoup d'élément peuvent être combinés entre eux.

Tableau I.2. Les différence catégories des phases MAX synthétisées

<i>Catégorie 211</i>	<i>Catégorie 312</i>	<i>Catégorie 413</i>
Ti_2CdC , Sc_2InC , Ti_2AlC , Ti_2GaC , Ti_2InC , Ti_2TiC V_2AlC , V_2GaC , Ti_2AlN , Ti_2GaN , Ti_2InN V_2GaN , Cr_2GaN , Ti_2GeC , Ti_2SnC , Ti_2PbC , V_2GeC , Cr_2AlC , Cr_2GeC , V_2PC , V_2ASC , Ti_2SC , Zr_2InC , Zr_2TiC , Nb_2AlC , Nb_2GaC , Nb_2InC , Mo_2GaC , Zr_2InN , Zr_2TiN ,	Ti_3AlC_2 Ti_3GaC_2 , Ti_3InC_2 V_3AlC_2 Ti_3SiC_2 Ti_3GeC_2 Ti_3SnC_2 Ta_3AlC_2 Zr_3AlC_2	Ti_3AlN_2 V_4AlC_3 Ti_4GaC_3 Ti_4SiC_3 Ti_4GeC_3 Nb_4AlC_3 Ta_4AlC_3

1.3.2. Les liaisons des phases Max :

Tous comme les phases MAX correspondants aux phases MAX, on peut trouver les trois types de liaison interatomique dans ces dernières ; métalliques, ionique et covalentes.

Liaison covalente :

Elle se manifeste dans les phases MAX par la liaison entre les atomes M et X, c'est la liaison le plus forte dans la structure des phases MAX

Chapitre I : Recherche bibliographique sur les phases MAX

Liaison ionique :

Il est clair que les liaisons dans les blocs MX ont un caractère covalent vu la faible différence d'électronégativité ΔX entre les éléments M et X (liaison covalente prédominante pour $\Delta X < 1,7$), [5] par contre, on ne trouve jamais une céramique avec un caractère covalent 100%. Donc il y a des liaisons ioniques dans le système M-X

Liaison métallique :

Cette liaison est représentée dans la structure des phases MAX, cette dernière liaison est généralement la responsable de la bonne conductivité électrique de type métallique affichée par les phases MAX.

1.3.3. Microstructure :

Ont étudié les structures finales obtenues lors de la synthèse du Ti_3SiC_2 par pressage isostatique à chaud. Ils ont obtenu trois types de microstructures différents en faisant varier la température et le temps de maintien :

- Une microstructure à grains fins (autour du micron, notée FG).
- Une microstructure à gros grains (entre quelques dizaines et quelques centaines de microns, notée CG).
- Une microstructure intermédiaire avec de gros grains dans une matrice de grains fins. Le passage entre ces différentes microstructures semble
- Se faire de façon continue, et plus on augmente le temps et la température, plus les grains obtenus

Les études sur les propriétés mécaniques de ce matériau tiennent souvent compte de la distinction entre les structures à gros grains et à grains fins en étudiant les deux cas. La porosité peut être réduite de façon importante dans ce matériau, qui a par ailleurs une grande résistance à la présence des défauts comme on le verra dans la suite. Aucune étude à notre connaissance à ce jour n'a montré la présence de microfissures dans la structure.

Les phases MAX sont des céramiques nano lamellaires. La figure 1.7. a montré une image de cette structure sur une surface fracturée de Ti_3SiC_2 . Cette image présente

Chapitre I : Recherche bibliographique sur les phases MAX

la structure lamelles flexibles de ce matériau et montre sa propension à se délaminer. Cette structure peut être comparée à celle d'un jeu de carte déformée comme celui schématisé sur la figure.1.6. B chaque lamelle visible dans la structure étant elle-même composé de feuilletés [7]

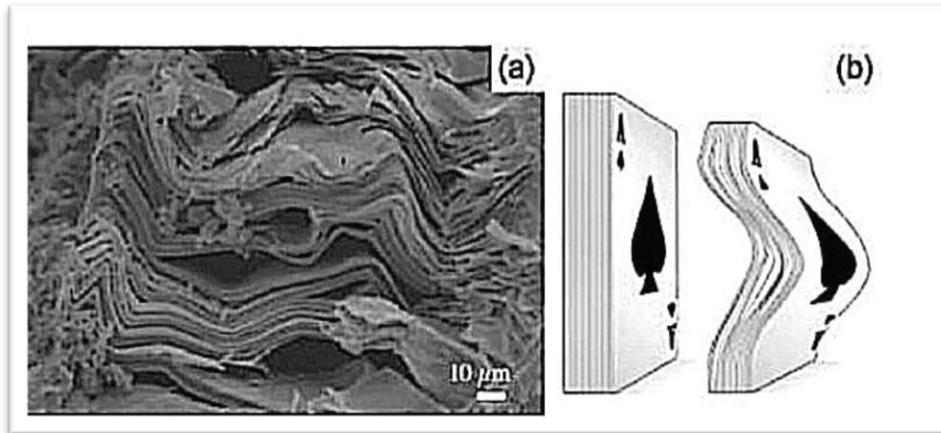


Figure 1.4. Structure nano lamellaire du Ti_3SiC_2 la face fracturée(a), (b) ce principe de déformation se rapproche de celui d'un jeu de carte sollicité parallèlement aux plans des cartes.[8]

Dans la Figure 1.6 qui est ci-dessous montre empreinte de micro-dureté Vickers effectuée en appliquant une charge de 500 g, pendant 10 s sur un grain de Ti_3SiC_2

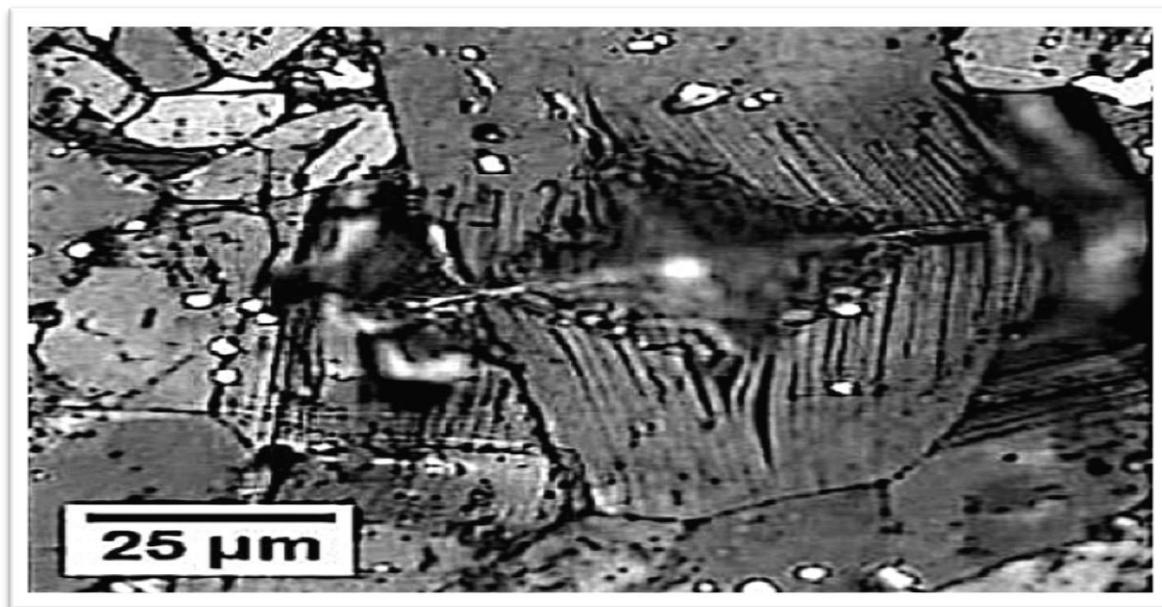


Figure1.5 : Empreinte de micro-dureté à 500 g montrant la structure lamellaire du Ti_3SiC_2 [8]

Chapitre I : Recherche bibliographique sur les phases MAX

1.4 propriétés des phases MAX :

Ces carbures et nitrures possèdent une combinaison inhabituelle des propriétés chimiques, électrique et mécaniques...etc.

La particularité des phases Max est qu'elles combinent les propriétés caractéristiques des céramiques et certaines propriétés usuelles des métaux. Les propriétés d'une phases $M_{n+1}A X_n$ présentent également souvent des similitudes avec la phase MAX correspondante.

1.4.1 propriétés électriques :

Les céramique MAX sont des bons conducteurs électriques : comme Ti_3SiC_2 et Ti_3AlC_2 , sont meilleurs conducteurs que le métal de Ti lui-même. La résistivité électrique des phases MAX (ρ) ressemble à celles des M et des MX, elle est comme les conducteurs métalliques la résistivité augmente linéairement avec l'augmentation de la température, on remarque sur la (figure 1 .6) que la résistivité du Ti_3SiC_2 présente une meilleure conductivité électrique par rapport au Ti_3AlC_2 , ces derniers sont de bons conducteurs électriques par rapport Titane (Ti).

A l'exception de Ti_4AlN_3 , les résistivités des composés contenant du Ti sont moins élevées que celles du titane par et de Tic

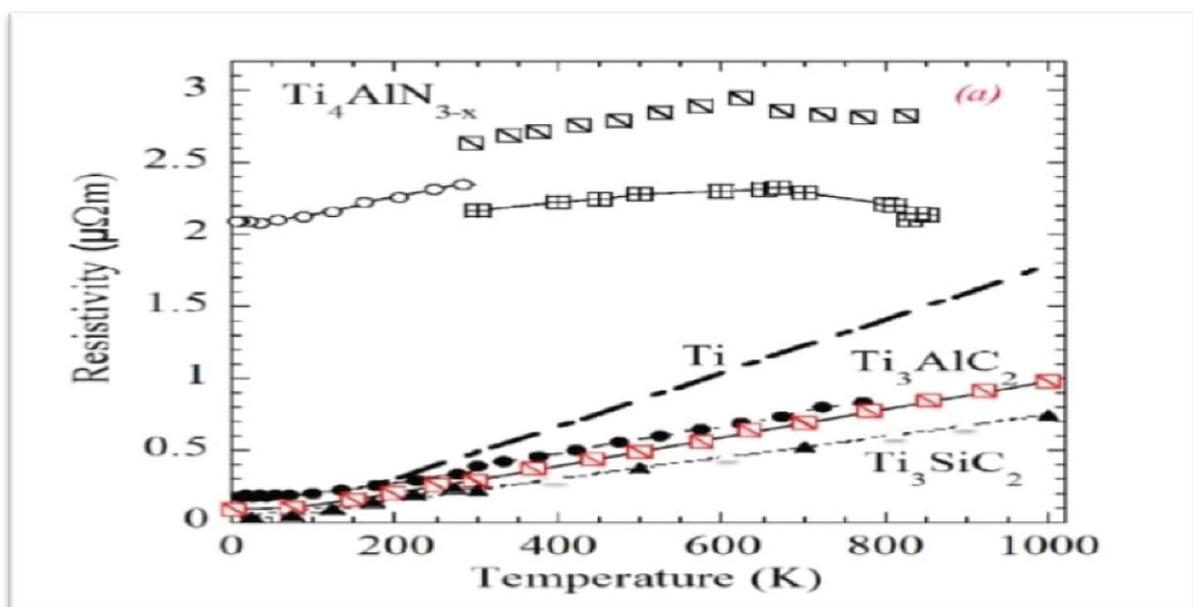


Figure 1. 6 : variation de la résistivité électrique en fonction de la température des phases MAX.

Chapitre I : Recherche bibliographique sur les phases MAX

1.4.2 Les propriétés mécaniques :

Les propriétés mécaniques des phases MAX sont étonnantes. La majorité des études effectuées sur la phase Ti_3SiC_2 . Comme la plupart des matériaux, les propriétés mécaniques de Ti_3SiC_2 dépendent de la taille des grains. Dans les prochains paragraphes, on fera a deux types microstructure déférentes : microstructure à petites grains (FG : Fine grains) et gros grains (CG : Coarse grains).

Les courbes déformation-contrainte typiques à la phases Ti_3SiC_2 (déformation par compression) à déférentes températures sont reproduites sur la (figure 1 .9).20 A température ambiante et pour une vitesse de déformation $5,10^{-3} s^{-1}$, le rupture est fragile la contrainte à la rupture est fonction de la taille de grains : pour microstructure à petites grains elle a lieu à environ 1 GPa et pour celles à gros grains à environ 700 Mpa. A 1200 C il apparait une zone non linière dans la courbes déformation-contrainte suivie d'une région de durcissement. A 1300, la réponse déformation-contrainte en compression, présent trois étapes, dénotées

Respectivement A, B, C dans (figure 1.9) (A) un régime élastique (B) une étape de déformation

Inélastique, ou régime de durcissement apparent, et (C), un adoucissement avant rupture. A plus Élevées températures, l'étendue du régime d'adoucissement est plus importante que celui du régime de durcissement. Les allongements à la rupture sont alors supérieurs à 15 %.

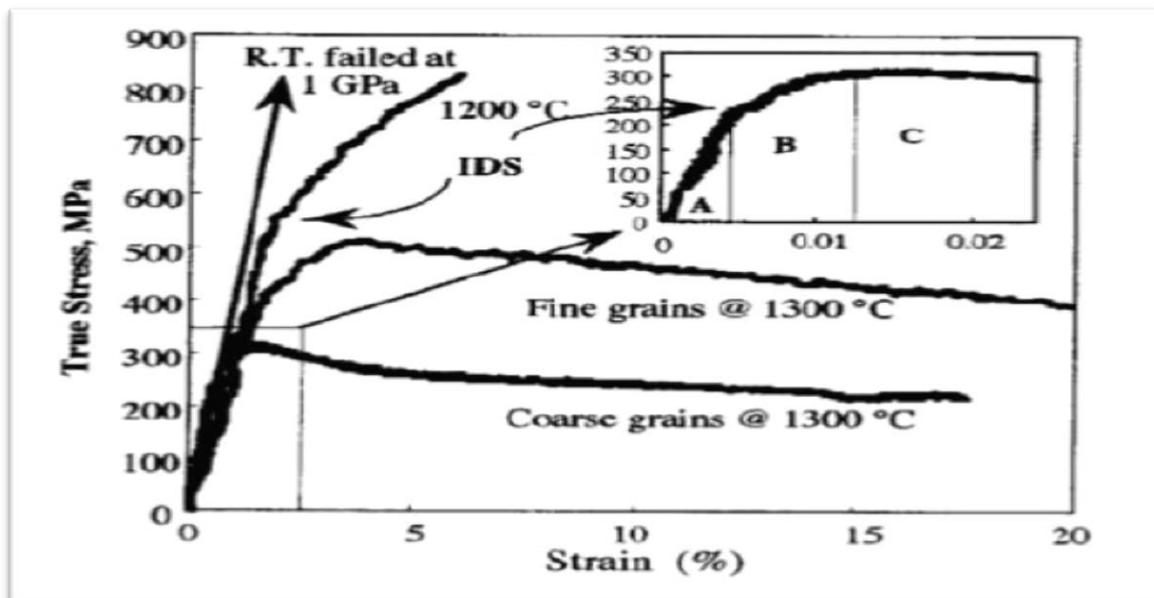


Figure 1.7 : courbes déformations-contrainte de Ti_3SiC_2 à déférentes températures pour déférentes tailles de grains.[9]

On remarquera ici l'apparition de 3 régimes en compression.

Chapitre I : Recherche bibliographique sur les phases MAX

1.4.3. Les propriétés chimiques :

La résistance à l'oxydation est indispensable pour un matériau destiné à des applications sous air et haute température. Cette propriété est connue chez les oxydes, dans une moindre mesure, les céramiques (carbures, nitrures) mais, qui présentent de faible résistance aux chocs thermiques aussi, la capacité du matériau à développer une couche d'oxyde protectrice, telle que l'alumine Al_2O_3 et la chromite Cr_2O_3 , qui sert de barrière contre la diffusion de l'oxygène. Ainsi, les phases MAX, celles contenant de l'Al et du Cr (système Ti-Al-C, Cr-Al-C, V-Al-C) présentent une bonne résistance à l'oxydation dans les gammes de température 500-1300 C, et une bonne tenue à la corrosion dans des milieux acides et basiques est

Également révélée. Contrairement aux matériaux métalliques et céramiques, le nombre d'études menées sur la résistance de ces matériaux à la corrosion en milieu aqueux, du moins celles dont nous avons connaissance est relativement faible

1.5. Synthèse des phases MAX :

Différentes techniques de synthèse utilisées classiquement par les céramistes sont mises en œuvre pour fabriquer les phases max.

La plupart des techniques ne sont pas si facilement mises en forme : cette étape se fait donc en même temps que la synthèse du matériau dense basée sur le principe de frittage

1.5.1 le Frittage :

Le frittage est un procédé de fabrication des pièces consistant à chauffer une poudre sans la mener jusqu'à la fusion. Sous l'effet de la chaleur, les grains se soudent entre eux, ce qui forme la cohésion de la pièce

Et aussi on dit que :

- Le frittage est la consolidation par action de la chaleur d'un agglomérat granulaire plus ou moins compact, avec ou sans fusion d'un ou de plusieurs de ses constituants.[10]

A la lecture des différentes définitions, on remarque que deux types de frittage existent :

- Le frittage en phase solide (si tous les constituants restent en phase solide).
- Le frittage en phase liquide (si au moins l'un des constituants est en phase liquide et l'un au moins reste en phase solide).

I.5.2 les procédés de frittage

I.5.2.1 Le frittage en phase solide :

La poudre est chauffée à haute température mais aucun des constituants ne fond. Les liaisons entre les particules se font principalement par déplacement d'atomes, on parle de diffusion de matière à l'état solide. La force motrice de ce processus spontané, activée par la température, est la réduction de la grande énergie de surface présente dans le matériau au début du frittage.

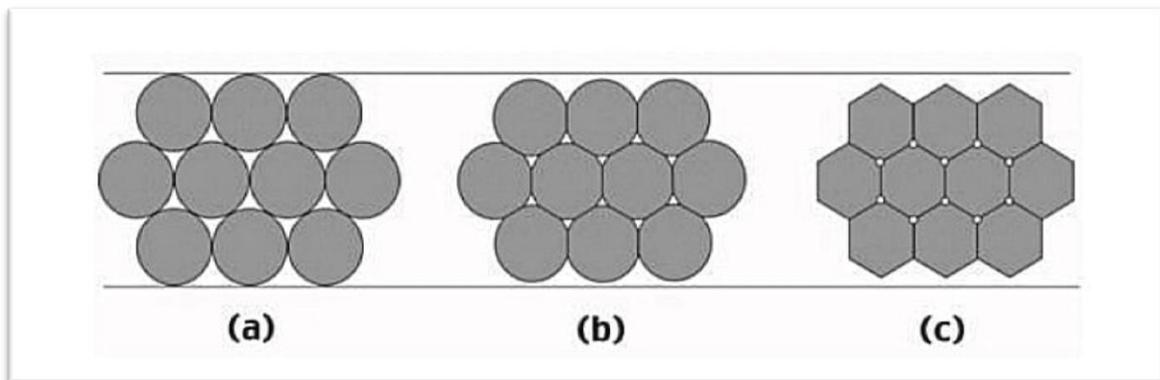


Figure 1.8 : le principe de frittage en phase solide

Cette réduction est opérée par différents mécanismes de transfert de matière, selon le système en question. On parle de frittage actif lorsque l'atmosphère du frittage interagit avec le matériau[]

D'une manière générale, au cours du frittage, deux phénomènes sont en compétition **la densification** et **la croissance des grains**. Trois stades sont généralement distingués au cours du frittage :

- ⇒ Le stade initial
- ⇒ Le stade intermédiaire
- ⇒ Le stade final

Et nous pouvons l'expliquer à travers **la figure 1.10**

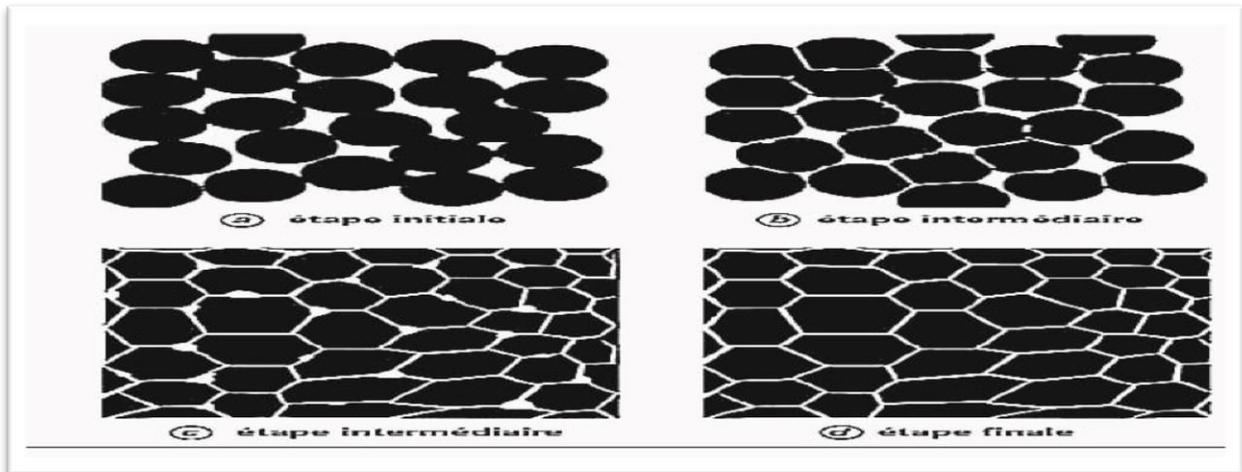


Figure 1.9 : différentes stades d'évolution de la microstructure au cours du frittage

1.5.2.2. Frittage en phase liquide

Procédé d'élaboration des matériaux à partir d'une poudre ayant au moins deux constituants. La température de fusion de l'un des deux doit être inférieure à la température de frittage. Dans le but de permettre l'apparition de la phase liquide qui densifiera le comprimé. Les mécanismes mis en jeu font intervenir des phénomènes de fusion, de mise en solution, de diffusion, d'écoulement liquide par capillarité, de réarrangement des particules solides et l'élimination de la porosité.

Lors de frittage en présence d'une phase liquide, on distingue trois étapes principales correspondant successivement au réarrangement, à la dissolution-précipitation et à la coalescence des grains [12]

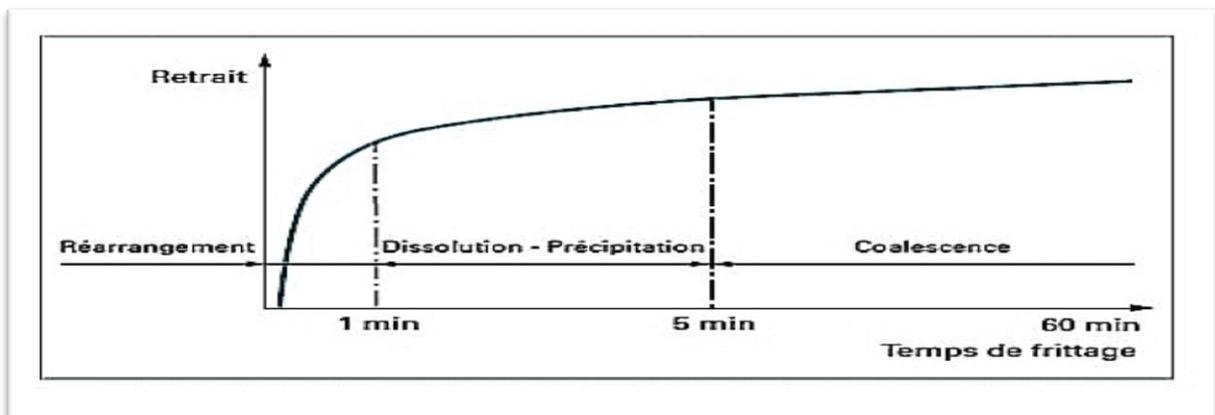


Figure 1.10. Schéma des contributions respectives des trois grandes étapes du frittage

1.5.2.3. Frittage réactif :

Ce type de frittage se réalise en provoquant une réaction chimique entre les différentes poudres d'un mélange à hautes températures. Il est aussi possible de produire un frittage réactif entre la poudre et un liquide ou un gaz, c'est un produit exothermique il consiste à obtenir après traitement thermique un produit fritté de structure chimique différente.

1.5.2.4 Le frittage sous pression mécanique :

Le frittage sous contraintes est effectué quand on veut obtenir une densification plus complétée on utilise une température plus basse. Pour appliquer la pression on peut mettre en œuvre la compaction en matrice ou la compaction isostatique. Les contraintes appliquées activent la diffusion aux contacts particulaire à des températures relativement basses par rapport au frittage conventionnel et peuvent, pour les métaux, entraîner une déformation plastique. Les dislocations ainsi créées accélèrent encore les phénomènes de diffusion.

1.5.2.4.a Technique du pressage à chaude unidirectionnel {HP} :

Le pressage à chaude unidirectionnel (Hot Presse – HP) peut également être utilisé est moins lourd à mettre en œuvre. La poudre, après avoir été mélangée est préalablement pressée à froid afin de former un solide plus facile à manipuler ce solide est placé dans un moule rectangulaire fermé par un piston. Comme dans le cas du pressage isostatique, la montée en température se fait à une vitesse définie par l'opérateur. La charge de pressage est appliquée mécaniquement

sur le piston à une vitesse et jusqu'à une valeur choisie. Elle est maintenue le temps voulu, puis enlevée à une certaine vitesse. Le refroidissement après enlèvement de la charge se fait naturellement [13]

1.5.2.4.b technique du pressage isostatique à chaude {HIP} :

La compression isostatique à chaude (C.I.C.) ou high isostatique (H.I.P.) est utilisée pour densifier des poudres pulvérulentes ou préalablement compactées. Permet d'appliquer la même pression dans toutes les directions pour le frittage de la céramique. Cette technique est abondamment utilisée pour le frittage réactif de phases MAX. la poudre initiale est constituée d'un mélange des différentes poudres des éléments de départ (par exemple Ti, Si et C, ou bien

Ti, Si et C) dans les proportions stœchiométriques du matériau final. Ces poudres sont mélangées pendant quelques heures à l'aide de billes d'alumine dans un mélangeur rotatif [14]

Chapitre I : Recherche bibliographique sur les phases MAX

1.5.2.4 c. Technique du Spark plasma Sintering « SPS » :

Lors de SPS, l'échauffement ne vient pas de l'extérieur comme HP, mais est plutôt causé par l'effet joule sur l'ensemble "filière-piston-échantillon". Selon l'intensité du courant pulsé, des cycles thermiques très courts de l'ordre de quelques minutes sont possibles. De plus, l'application d'une pression pouvant atteindre 100 MPA permet de réduire le cycle thermique

du frittage, ce qui peut réduire le phénomène de croissance des particules et maintenir la taille des nano grains. A noter qu'il existe d'autres types de synthèse de dépôt, comme CVD "Chemical vapor deposition", le PVD "physical vapor deposition" et le PLD "Pulsed laser deposition"[15].

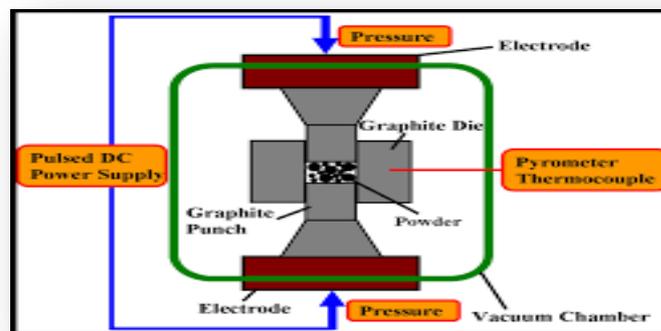


Figure 1.11 la technique SPS « Spark plasma sintering »

Chapitre I : Recherche bibliographique sur les phases MAX

I.6 Conclusion sur les propriétés générales :

Les phases MAX sont des matériaux de structure nano-lamellaire à maille cristallographique hexagonale aux propriétés physiques, chimiques et mécaniques remarquablement exceptionnelles. Cela dit leurs propriétés peuvent être résumées comme étant une forte combinaison des propriétés méritent donc qu'on leur porte attention

Propriétés métalliques	Propriétés céramique
<ul style="list-style-type: none">- Excellents conducteurs électrique et thermique- très résistants aux chocs thermiques- Tolérants à l'endommagement- facilement usinables- faible dureté- ténacité élevée	<ul style="list-style-type: none">- Bonne résistance à l'oxydation- Bonne résistance aux acides et aux bases- Bonne résistance à la fatigue- Réfractaires à haute température (<1300°C).- Conservation de l'essentiel des propriétés mécanique à haute température- Grande rigidité et faible densité

Tableau I.3 : conclusion sur les propriétés générale

Chapitre II:

l'oxydation des phases

MAX

Chapitre II : Etat de L'art

II.1 Oxydation :

Souvent étudiées pour de possibles applications à des températures élevées, les phases MAX ont fait l'objet de nombreuses études pour évaluer leur résistance à l'oxydation. S'il est reconnu que cette classe de matériaux présente des propriétés prometteuses en termes d'oxydation, alors il n'y a pas de désaccord sur la nature et la teneur en produits iso-oxydants, mais plus. La microstructure de l'échantillon et même la nature de l'atmosphère utilisée lors des tests d'oxydation peuvent affecter les processus impliqués dans le processus d'oxydation [16]

II.2 Structures et caractéristiques des couches d'oxydes formées :

Les nombreux travaux réalisés afin de déterminer la résistance à l'oxydation sous air des phases MAX échouées dans cette étude bibliographique mettent évidence le une oxydation compétitive éléments max. Celle-ci se produit par diffusion interne d'anions O^{2-} et par une diffusion externe de cations métalliques (Cr^{3+} , Ti^{4+} , Al^{3+} , Si^{4+}) Ainsi, à haute température, l'oxydation sous air de Ti_3SiC_2 conduit à l'obtention de couches denses ou poreuses de TiO_2 , mais aussi de couches de SiO_2 , tandis que l'oxydation de Ti_2AlC et Ti_3AlC_2 , conduit à la formation de couches d' Al_2O_3 en surface des échantillons. En revanche, dans le cas de la phase MAX Cr_2AlC , l'aluminium est souvent mis en évidence en comme élément unique susceptible de s'oxyder, la chromine Cr_2O_3 , n'étant présente que sous forme d'inclusions ponctuelles' au sein d'une dense couche [16].

III. 3 L'oxydation de Ti_3SiC_2 :

Pour des températures intermédiaires (jusqu'à $800^\circ C$), l'oxydation de Ti_3SiC_2 conduit à une couche d'oxyde de surface contenant des cristaux de TiO_2 et SiO_2 . Le TiO_2 se présente sous forme de rutil et d'anatase. Bien que le rapport anatase/rutil soit relativement élevé à $500^\circ C$, celui-ci tend à diminuer avec le temps d'exposition et/ou la température. Les travaux de Zhang et al. Des tests d'émission acoustique de particules subissant des périodes d'oxydation et de refroidissement isothermes ont indiqué que des microfissures se sont formées pendant le plateau isotherme à des températures d'oxydation.

Élevées. Entre 500 et $800^\circ C$ et la propagation de ces fissures de refroidissement. Celles-ci sont dues à la contrainte créée au sein de la couche d'oxyde composée de TiO_2 et SiO_2 ; la contrainte créée par la transition rutil-anatase entre 500 et $800^\circ C$ peut être induite par la dilatation thermique entre les deux allotropes TiO_2 . Différences de coefficients à expliquer

(Tableau 2-1). Par conséquent, le nombre d'événements acoustiques diminue avec l'augmentation de la température, et il n'y a pas fissuration a été observée à $900^\circ C$ uniquement en l'absence d'anatase.

Chapitre II : Etat de L'art

A ces températures, contrairement à TiO_2 , SiO_2 n'est pas détectable par diffraction des rayons X observée au sein de la couche de TiO_2 formée. En fait, Pang et al. Il a été démontré que le SiO_2 existe sous une forme amorphe.[16]

	TiO 2 Ana ta se	TiO 2 Rut il e	Si O 2	$\gamma -$ Al2 O3	$\alpha -$ Al2 O3	AL2Ti O5	Cr2 O3	Ti3Si C2	Cr2Al C	Ti2Al C	Ti3Al C2
CDT(X10 'K ⁻¹)	3.8- 20.4	7.1- 9.2	12. 3	12.6- 38.9	7.9- 8.8	-2.7- 20.5	7.5	9.1	12-13	7.1	9.0

Tableau II-1 coefficient de dilatation thermique (CDT) des phases max étudiées des oxydes formés, les plages de valeurs étendues renseignées étant liées à l'anisotropie de ces matériaux

Oxydation du Ti_3SiC_2 à haute température ($T > 800^\circ C$) : conduit toujours à la formation de couches contenant SiO_2 et TiO_2 dans l'air : au contact du MAX, mais aussi formation de couche externe TiO_2 rutile. La troisième couche riche en SiO_2 est parfois mise en évidence à l'interface entre la couche externe de TiO_2 et la couche interne $TiO_2 + SiO_2$, Les échantillons ont été observés comme amorphes en surface. Une forme existe (S.L YOUNG ET AL.2003) La nature et l'épaisseur de la couche d'oxyde sont indépendantes de la taille des grains de la phase MAX [GARSCUM ET AL.,2003]. D'autre part, comme le montrent les travaux de Barsoum et AL., la nature et le taux de la deuxième phase présente dans la phase MAX affectent de manière significative l'épaisseur de la couche d'oxyde formée. Les observations de Ti_3SiC_2 avec TIC ou SIC sont présentées dans (les figures 2-1). A noter la surprenante différence d'épaisseur des oxydes formés en surface dans les mêmes conditions d'oxydation

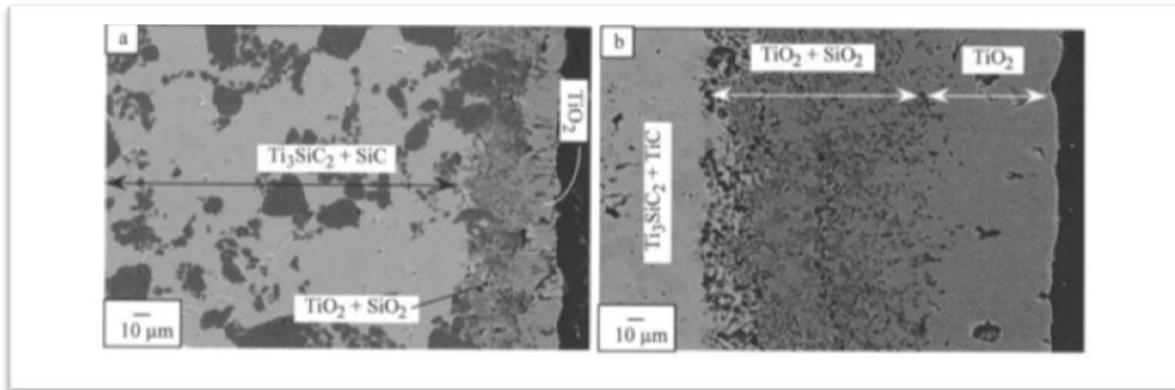


Figure II.1 : observations MEB en électrons rétrodiffusés au même grandissement d'échantillon de Ti_3SiC_2 oxydés à 1125 C pendant 9h sous air comportant – sous forme d'inclusions noire dans Ti_3Si_2 - b) du Tic dans Ti_3SiC_2 d'après (BARSOUM et AL.,2003)

Ainsi, la phase MAX riche TIC favorise la formation de TiO_2 un oxyde plus favorable à la diffusion de l'oxygène que SiO_2 , tandis que la phase MAX riche en SIC favorise la formation de la couche positive. Dense et plus protecteur au SiO_2 , l'étude du mécanisme d'oxydation à l'aide de marqueurs de surface a permis de mettre en évidence en externe la diffusion [16]

Du titane (à l'origine de la formation de la couche de TiO_2) et la diffusion de l'oxygène (à l'origine de la couche comprenant TiO_2 et SiO_2 Ce mécanisme de diffusion a été confirmé par de nombreuses études

Une hypothèse sur la morphologie des couches consiste à prendre en compte le gradient d'oxygène lors du processus d'oxydation. Par conséquent, dans la première étape d'oxydation,

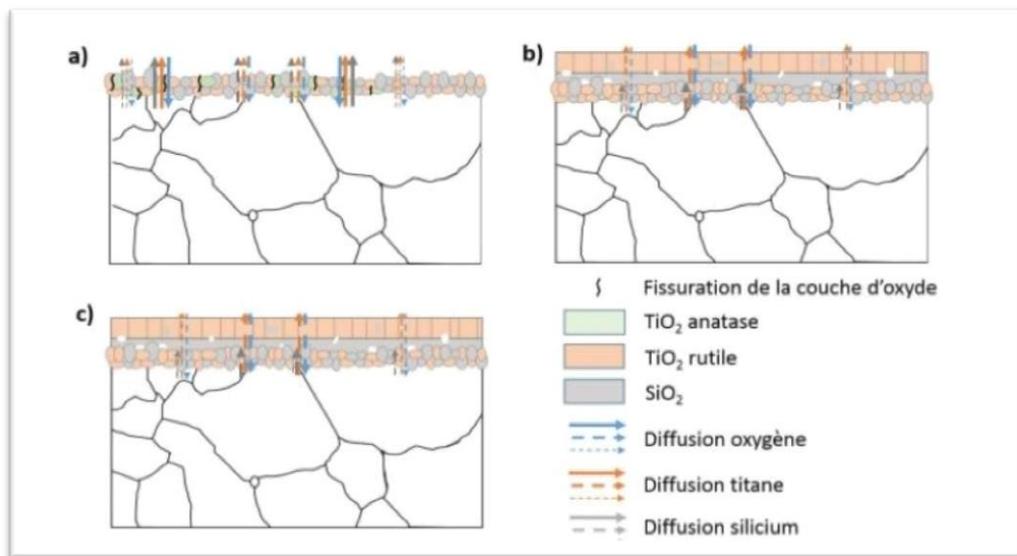
Il n'y a pas de gradient, permettant ainsi la Co-formation d'îlots de TiO_2 et SiO_2 fur et à mesure que la couche s'épaissit, la diffusion externe du titane est

Facilitée par la présence d'ions titane interstitiels, qui est le point de départ de la formation de la couche externe de TiO_2 . Dans le même temps, la pression partielle d'oxygène tend à diminuer à l'interface oxyde/phase MAX, favorisant la formation de SiO_2 gazeux plutôt que l'additif SiO_2 . Lors de la diffusion de SiO_2 à travers la couche d'oxyde, la pression partielle d'oxygène augmente, permettant la formation d'inclusions de SiO_2 au niveau de la couche interne, compris des niveaux élevés de TiO_2 , et à l'intérieur de la couche interface/col, où la teneur en TiO_2 est réduite, De plus, de nombreux pores se forment au sein de la couche interne, qui sont générés par la diffusion externe et interne des ions et la formation d'espèces gazeuses telles que CO, CO_2 et SiO_2 . Un résumé des différentes structures de

Chapitre II : Etat de L'art

couches d'oxyde généralement rencontrées sur les surfaces Ti_3SiC_2 (Figure II.2) . Les 3 types de flèches indiquées sur cette figure (flèches pleines, tirets épais et tirets fins) mettent en évidence

Les différentes vitesses de diffusion des ions au sein de la couche d'oxyde. A la diffusion couramment rencontrée aux joints de grains (diffusion rapide - flèches pointillées épaisses) et en volume de grains (diffusion plus lente - flèches pointillées fines), s'ajoute la forte diffusion des micro-oxydes ciselé paris (flèches pleines). Et les chemins de diffusion préférentiels favorisent l'apparition de l'interface entre l'élément A et les matériaux oxydes [16]



Les trois types de flèches utilisé indiquent une oxydation favorisée par la présence de joints de grain ou de fissures à travers la couche d'oxydes- on notera la présence de pores au sein des couches d'oxydes illustrée en b) et c).

II.4 Synthèses de tribologie

II.4.1 Introduction :

Les études tribologiques concernent essentiellement l'étude des surfaces en contact ont pour Objet la compréhension des phénomènes irréversibles générés dans les contacts dynamiques afin D'augmenter la durée de vie des mécanismes, des outils et des dispositifs tribologiques, par une Conception et un choix convenable des matériaux.

II.4.2 Tribologie :

Étymologiquement, le mot tribologie vient du grec τριβος λόγος qui signifie science du frottement. La tribologie est donc une discipline regroupant sciences et technologies s'intéressant aux interactions entre surfaces en contact [17]. Elle traite des problèmes de contact, de frottement, d'usure et de lubrification.

II.4.3 Système tribologique :

Un système tribologique se définit comme un système mécanique, formé de deux matériaux antagonistes en contact, animés de mouvements relatifs. Ces deux solides évoluent dans un milieu ambiant et peuvent être séparés par un film intercalaire appelé troisième corps. Sur le plan tribologique, le troisième corps est un opérateur qui transmet la charge (ou portance) d'un premier corps sur l'autre et accommode en s'écoulant (débit) d'une façon dissipative (frottement) l'essentiel de la différence de vitesse entre deux corps.

Les troisièmes corps séparent partiellement ou entièrement les premières compils sont introduits dans le contact ou bien par entraînement cinématique (lubrifiants solides ou liquides) (**Figure II.4**).

L'interface d'un tel système devient alors le siège de phénomènes dissipatifs d'énergie, regroupés Soule terme générique de frottement.

La quantification de ces énergies est d'un intérêt capital car elles conditionnent les échauffements à l'interface, elles modifient la micro et la macro-géométrie du contact (dégradations par usure conduisant à la détérioration du système).

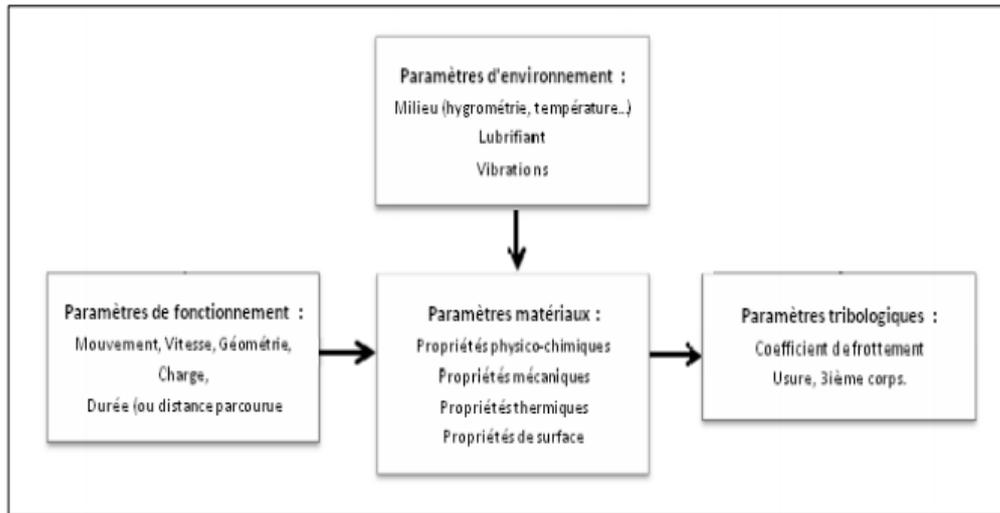


Figure II.3: synoptique générale d'un système tribologique [31]

II.4.4 Les principaux mode d'usure :

L'usure est un processus complexe, qui correspond à l'endommagement des surfaces en contact. Elle peut être une détérioration physique, une attaque chimique selon l'environnement dans lequel le matériau se trouve et dépend aussi de ses propriétés. Elle peut être générée par plusieurs mécanismes physiques, chimiques ou mécaniques indépendants ou non. Quatre modes d'usure différents sont couramment proposés [18, 19, 20] .

II.4.4.1 L'usure par abrasion :

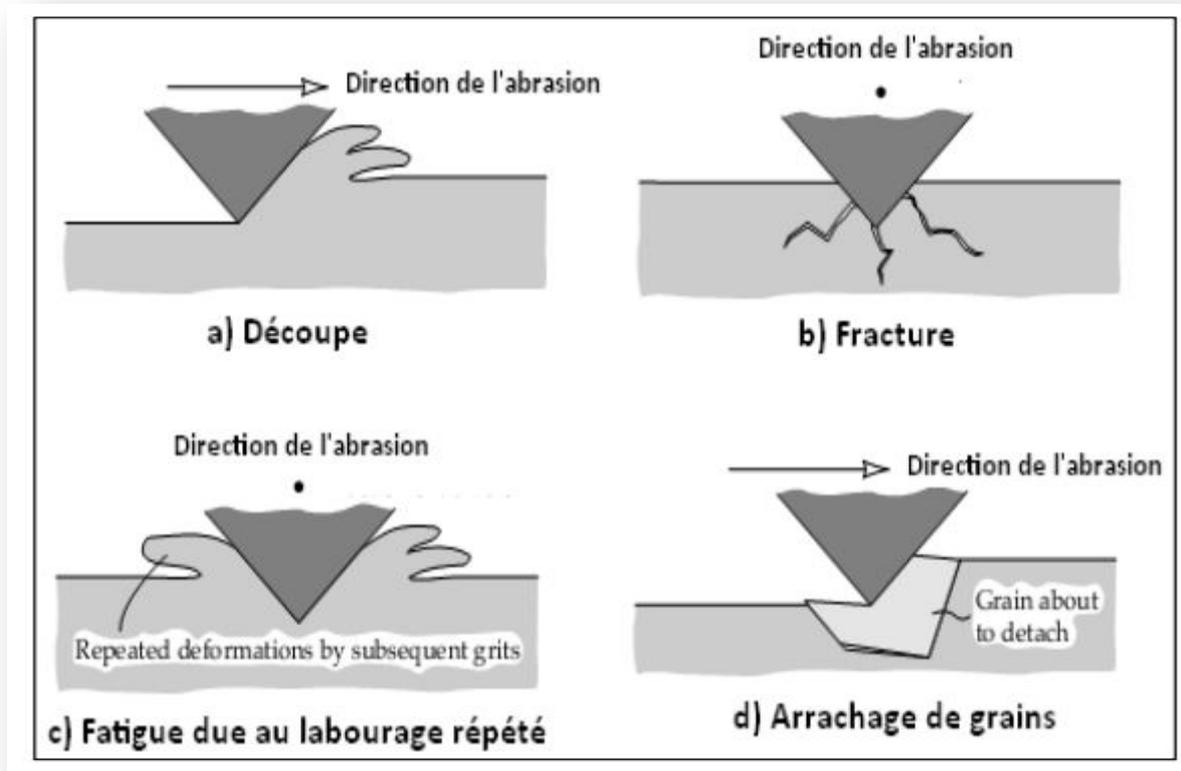
Initialement, il est a pensé que l'usure par abrasion par grains ayant été détachés de l'une des deux surfaces ou aspérités dures, ressemblait au processus de coupe sur les machines-outils. Toutefois, l'examen microscopique a révélé que cette aspérité peut dégrader la surface du solide selon différents mécanismes présentés sur la figure II.5

La sévérité du contact dépend des propriétés et de la géométrie des matériaux en contact [21].

Chapitre II : Etat de L'art

La nature de l'usure abrasive est précisée par le mode d'acheminement de l'aspérité dans le contact : soit l'aspérité est fixée à l'une des surfaces, et l'on parle alors d'abrasion à deux corps, soit l'aspérité est mobile par rapport aux deux surfaces, et l'on parle alors d'abrasion à trois corps.

Figure II.4 : Schéma des quatre modes d'usure abrasive [30]



II.4.4.2 L'usure par adhésion ou grippage :

Elle se caractérise par la formation des micros-jonctions (microsoudures) au niveau des contacts entre les surfaces frottantes. Dans le cas de jonctions faibles, le cisaillement se produit à l'interface (Figure II-4). Lorsque les jonctions sont fortes, la rupture se produit au sein du matériau le plus mou qui est transféré sur le matériau le plus dur.

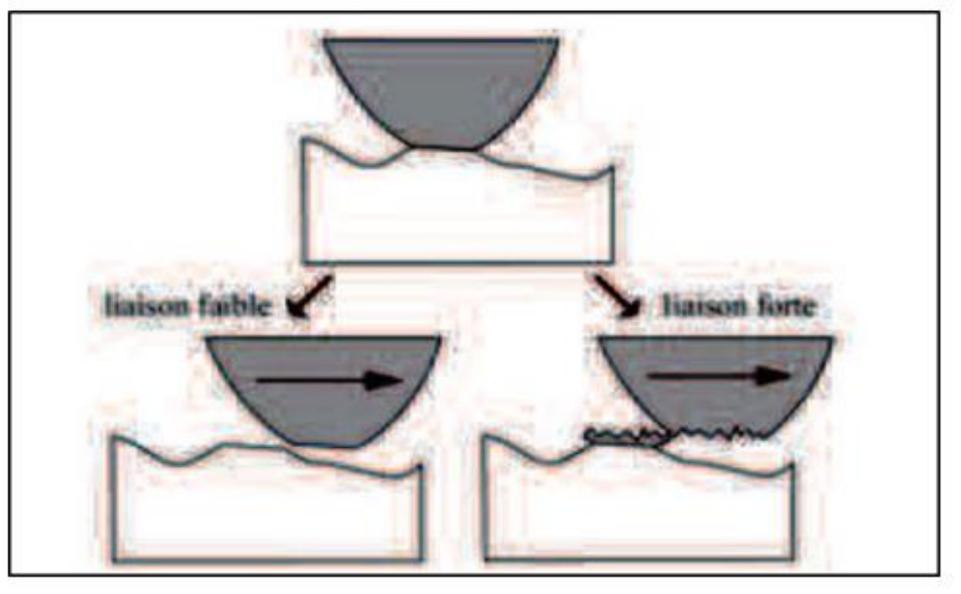


Figure II.5 : Illustration de l'usure par fatigue [29]

II.4.4.3 L'usure par fatigue :

Elle est liée à l'action d'un mouvement cyclique et à la capacité des matériaux à absorber les énergies de déformation et les contraintes thermiques générées par frottement. L'usure par fatigue se manifeste par des fissures, des écailles et des changements de la structure métallurgique.

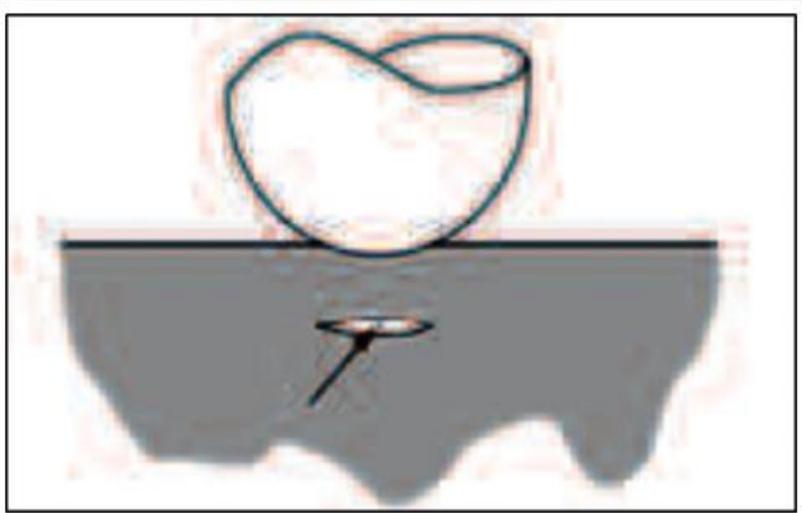


Figure II.6: Illustration de l'usure par fatigue [29]

Chapitre II : Etat de L'art

II.4.4.4 L'usure par réactions tribochimiques [22] :

C'est un système à trois composantes, où interviennent la réactivité chimique entre les surfaces, la réactivité chimique avec le milieu environnant (lubrifiant...) et la réactivité physico-chimique avec les réactivités chimique avec le milieu environnant (lubrifiant...) et la réactivité physico-chimique avec les débris. Dans de nombreux cas de réactions tribochimiques, un film protecteur (tribofilm) est généré sur les surfaces frottantes.

C'est par exemple le cas des additifs anti-usure comme le dithiophosphate de zinc (ZDDP) [23,24]. Un film protecteur constitué de phosphates se forme sur les surfaces par réaction tribochimiques entre l'oxyde de fer natif et les éléments de décomposition de l'additif [25]

II.4.5 Tribologie des céramiques :

Les céramiques sont une classe spéciale de matériaux qui comprennent un grand nombre de composés inorganiques réfractaires dures, qui sont formés par chauffage du matériau de base sous forme de poudre à une température élevée lors du frittage où la réaction à l'état solide se produit. Le résultat de ce processus est un matériau qui possède une grande dureté, bonne résistance chimique et une grande résistance à l'usure plus importante que celle de la plupart des métaux [26].

II.4.6 Frottement et usure des céramiques :

La structure des céramiques leur confère souvent une dureté élevée, une bonne résistance à l'oxydation et parfois une résistance à l'usure bien supérieure à celle de la plupart des métaux. Le Si_3N_4 est par exemple utilisé avantageusement dans certains roulements à billes à la place de l'acier, non seulement pour ses propriétés intrinsèques de tenue en température, mais également pour ses propriétés de réduction d'usure. La caractérisation tribologique des céramiques est complexe. Elle dépend, comme pour tous les matériaux, de leurs compositions et propriétés, des conditions de glissement (vitesse, charge, température), de l'environnement et du type d'antagoniste [26].

II.4.7 Tribologie des matériaux lamellaires

Les phases MAX ont une structure nano lamellaire, Un certain nombre de céramiques ont une telle structure (graphite, mica, MoS_2 , etc.), et certaines ; de ces

Céramiques ont des propriétés lubrifiantes intéressantes. Cette partie s'intéresse aux mécanismes mis en jeu lors du frottement de ces matériaux lamellaires [26].

Chapitre II : Etat de L'art

II.4.8 Comportement tribologique de matériaux lamellaires :

En l'absence de lubrification, la plupart des contacts solides entraînent une adhésion qui peut être importante entre les surfaces. Cette adhésion induit presque toujours de fortes valeurs du coefficient de frottement, puisque la majorité des matériaux résiste au cisaillement parallèlement à leur surface aussi efficacement qu'à la compression perpendiculairement à cette surface.

Les matériaux lamellaires présentent des caractéristiques mécaniques anisotropes du fait de leur structure en feuillets : cette anisotropie peut induire l'existence de plans de cisaillement faiblement résistants, permettant le mouvement relatif des feuillets les uns par rapport aux autres à des contraintes de cisaillement relativement faibles. Cette propriété assure alors une faible valeur du coefficient de frottement [27]. Pourtant, très peu de matériaux lamellaires présentent des propriétés lubrifiantes intéressantes. Un matériau lamellaire peut être considéré comme un lubrifiant solide s'il présente les trois caractéristiques suivantes :

- la structure lamellaire se déforme à des niveaux de contrainte de cisaillement relativement Faibles,
- le matériau adhère fortement à la surface antagoniste,
- aucune décomposition ou dégradation chimique n'intervient à la température et sous L'environnement de travail.

Dans le cas du mica, les forces entre les feuillets sont des forces électrostatiques fortes qui rendent plus difficile un cisaillement entre eux. Le talc, quant à lui, n'adhère que très peu Aux surfaces qu'il sépare, il peut donc être facilement évacué du contact lors du glissement :

Ce phénomène expliquerait ses moins bonnes caractéristiques en frottement par rapport au graphite, qui forme un film de transfert très adhérent sur les surfaces en contact [28]. Ces Raisons justifient le fatigue le talc et le mica n'entrent pas dans la liste des lubrifiants Solides utilisables.

Chapitre III :

Technique expérimentale

Chapitre III : Technique expérimentale

III.1 Introduction :

Cette section se concentrera sur les techniques expérimentales et l'équipement utilisé pour le développement, dirigée par le docteur Adel Haddad.

Le travail consiste à faire une étude microstructure de l'oxydation isotherme d'une composite phase max ce dernier qui classé parmi à famille des céramiques mais il a un comportement intermédiaire entres métaux et la ceramiques et voir le comportement tribologique de se composite après une oxydation isotherme et voir la couche formée ses propriétés tribologique

III.2 Matériau étudié

Le matériau étudié est la phase MAX Ti_3SiC_2

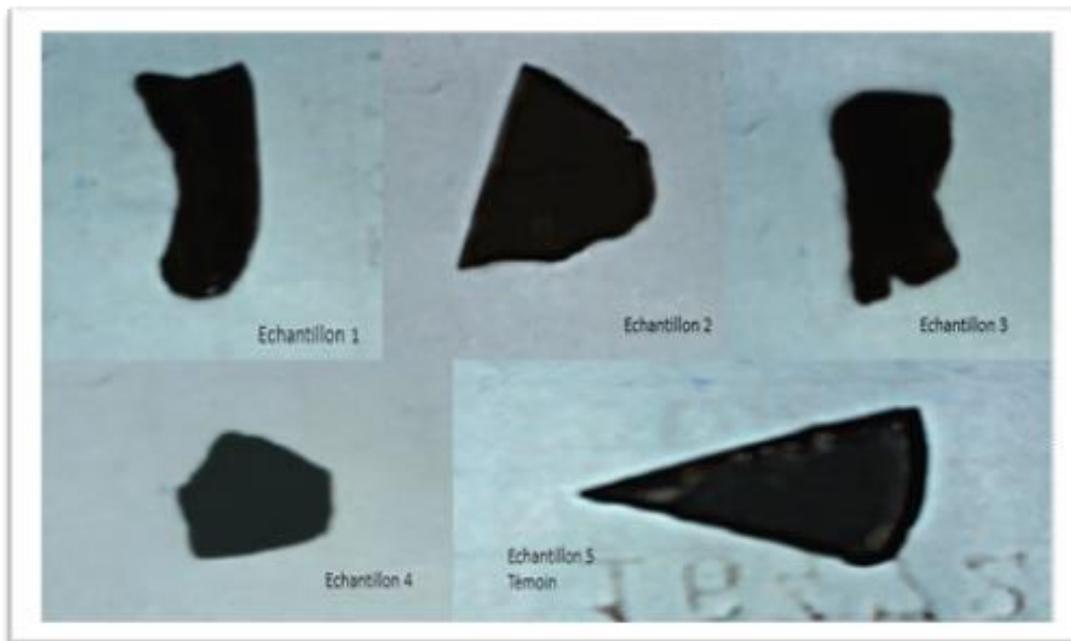


Figure III.1 : les échantillons de phase Ti_3SiC_2

III.2.1 matériau utilisé :

Le matériau utilisé pour notre étude est un composite de Ti_3SiC_2/SiC reçu de la part de MAX/Mxene resache group Drexel Université USA de la part de Pr M.W Barsoum ce matériau a été synthetisé par procédé HP au final l'échantillon contient 70 % de phase MAX Ti_3SiC_2 et 30% de la phase secondaire SiC

Chapitre III : Technique expérimentale

III.3 la pesée :

Après les découpages, les échantillons ont été pesés à l'aide d'une balance de précision de 10^{-4} (g) au niveau de laboratoire études et recherches en technologie industrielles (LERTI) au sein de l'université Blida 1

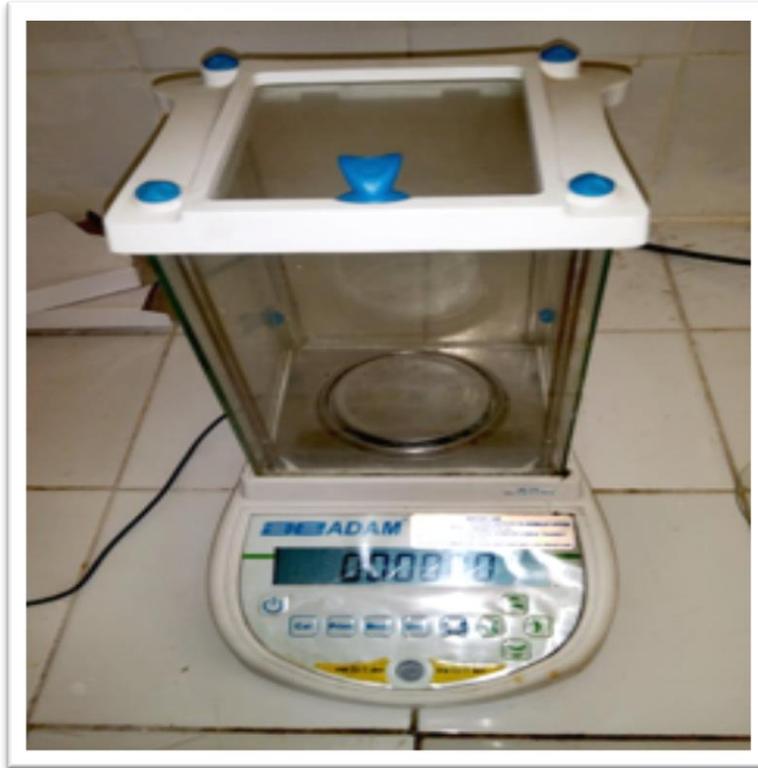


Figure III.2 : balance de précision 10^{-4} (g)

III.4. Oxydation

Pour l'oxydation des échantillons on a utilisé un four a moufle au niveau **de laboratoire pédagogique de département de génie mécanique de Science des Matériaux SDM de l'université de Blida I**



Figure III.3 : four électrique à moufle

III.4.1 Caractéristique du four utilisé :

- Température maximum 1100°C
- Arrêt automatique à l'ouverture de la porte
- Résistance à l'usure, sans poussière, moufle en céramique
- Cloison doublée pour garder les parois extérieures froides
- Choix du contrôleur de température
- 4 capacités disponible

Ces fours sont faits de moufles en céramiques enveloppés extérieurement par l'élément chauffant. L'intérieure de la chambre de chauffé reste totalement libre, sous l'encombrement des résistances. Cela évite d'endommager les éléments chauffants en chargeant les échantillons, mais cela les protège également de la corrosion par l'évaporation éventuelle de produits provenant des échantillons.

Cette méthode permet aussi d'avoir une parfaite stabilité de température à l'intérieure de la chambre.

Chapitre III : Technique expérimentale

III.4.2 Oxydation des échantillons :

Le traitement de l'oxydation a été accompli sur 4 échantillons de Ti_3SiC_2 (la 5 échantillon c'est un témoin) a des températures différentes :

- 1 ère échantillon a température 800°C
- 2 -ème échantillon a température 900°C
- 3 -ème échantillon a température 1000°C
- 4 -ème échantillon a température 1100°C

Cette expérience ça a duré 10heures pour chaque échantillon de la phase MAX Ti_3SiC_2

Puis laisser refroidir au four

Les échantillons après le traitement thermique :

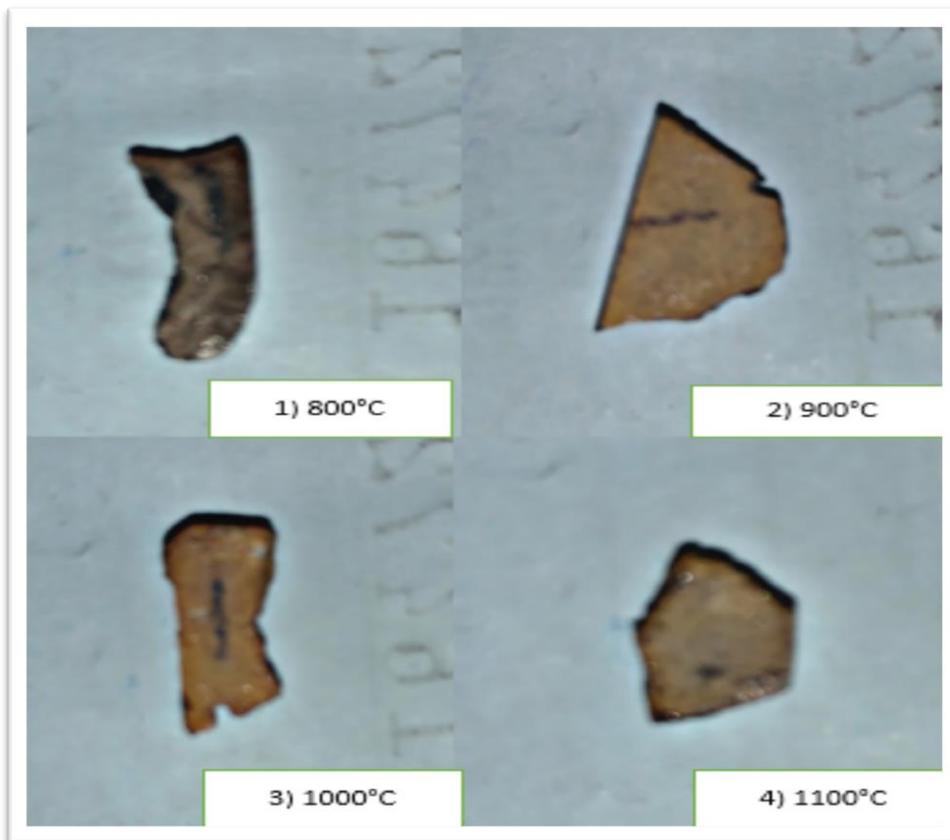


Figure III.4 : les échantillons après le traitement

Après le traitement d'oxydation, nous avons également pesée ces échantillons à l'aide aussi une balance de précision 10^{-4} (g)

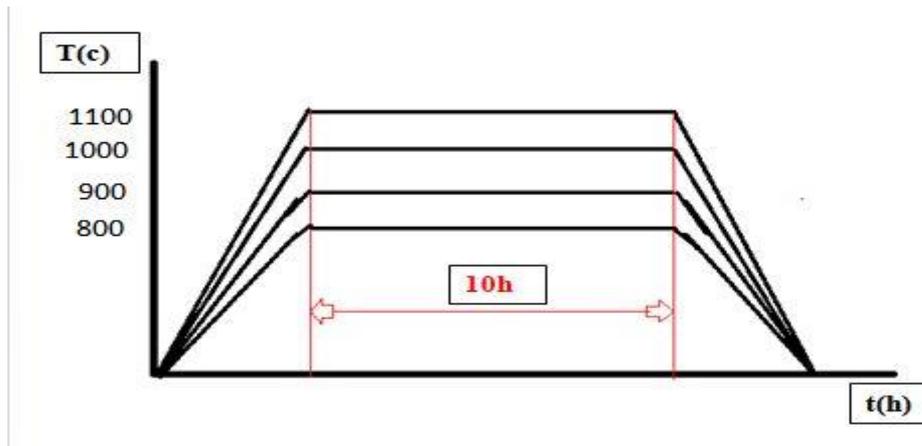


Figure III.5 : représente les cycles de traitement thermique en fonction de la température

III.5. La tribologie :

Notre étude consiste à passer des tests tribologiques sur différents échantillons en utilisant des billes d'aciers dans les mêmes conditions. Ces échantillons sont soumis à déplacement linéaire avec les billes pour une distance de 100 mètres.

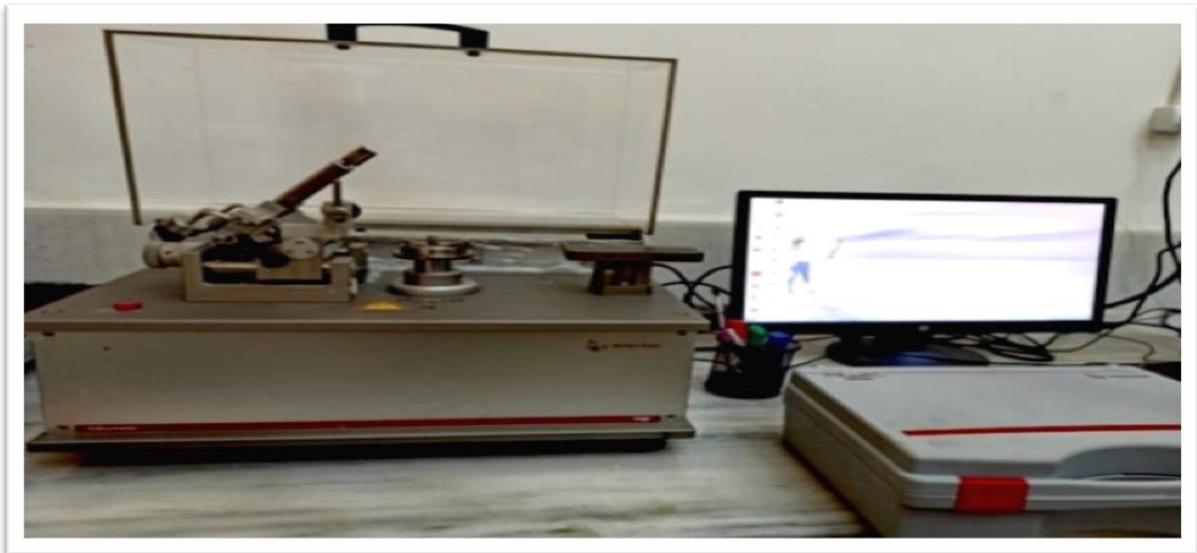


Figure III.9 : pin-on-disc tribomètre

Les essais tribologiques ont été passés en configuration pion-plan à l'aide d'un tribomètre de Marque - TRB3 ANTON PAAR et d'un logiciel d'acquisition sur pc au niveau de labo de recherche ERTI.

Et le **Tableau III.2** sont résumées les conditions des essais et les paramètres

Chapitre III : Technique expérimentale

Paramètres	Valeur
Vitesse de glissement (cm/s)	
Charges normal (N)	3
Distances de glissement (m)	100

Tableau III.1 : les paramètres des essais tribologiques

III.6. Préparation métallographique

III.6.1 Polissage :

Après traitement thermique on a mis chaque échantillon dans une résine à froid et vont subi des opérations de polissage avec une polisseuse mécanique rotative avec des papiers d'abrasif de la granulométrie de 400 à 4000 et lubrification à l'eau qui permettant de limiter l'échauffement de l'échantillon, au niveau de laboratoire SDM (université blida 1) pour l'obtention d'un très bon état de latéral d'échantillon



Figure III.6 : polisseuse mécanique

Cette expérience nécessite d'abord de se concentrer, puis sur les matériaux qui sont les suivants :



Figure III.7 : les moyennes utilisées

Et la figure suivante est expliqué plus sur le résultat et la forme des moules de cette Expérience



Figure III.8 : les échantillons dans le moule

Chapitre III : Technique expérimentale

III.7 microscope optique :

Microscope est une technique utilisée pour pouvoir des objets qu'on ne peut pas la voir avec loeil, on a utilisé un microscope optique équipé d'une caméra connectée à un ordinateur et permettant d'enregistrer la micrographie observée au niveau de laboratoire de recherche ERTI (université de blida 1)



Figure III.9 : microscope optique

Chapitre IV :
Interprétation

Chapitre IV :interprétation

IV-1 : Introduction :

Dans cette partie on va entamer les résultats obtenus après les traitements d'oxydation isotherme du composite Ti_3SiC_2/SiC dans différentes températures 800, 900, 1000 et 1100°C avec un temps de maintien de 10h puis refroidi dans four fermé.

IV-2 : Observation Microscopique

L'observation au microscope optique de l'échantillon témoin à révéler la présence de deux contrastes un contrat clair et des zones avec un contrat gris et des formes arrondies, Ce derniers correspond d'après la littérature a la phase Carbure de Silicium (SiC) et l'autre phase a la phase MAX Ti_3SiC_2

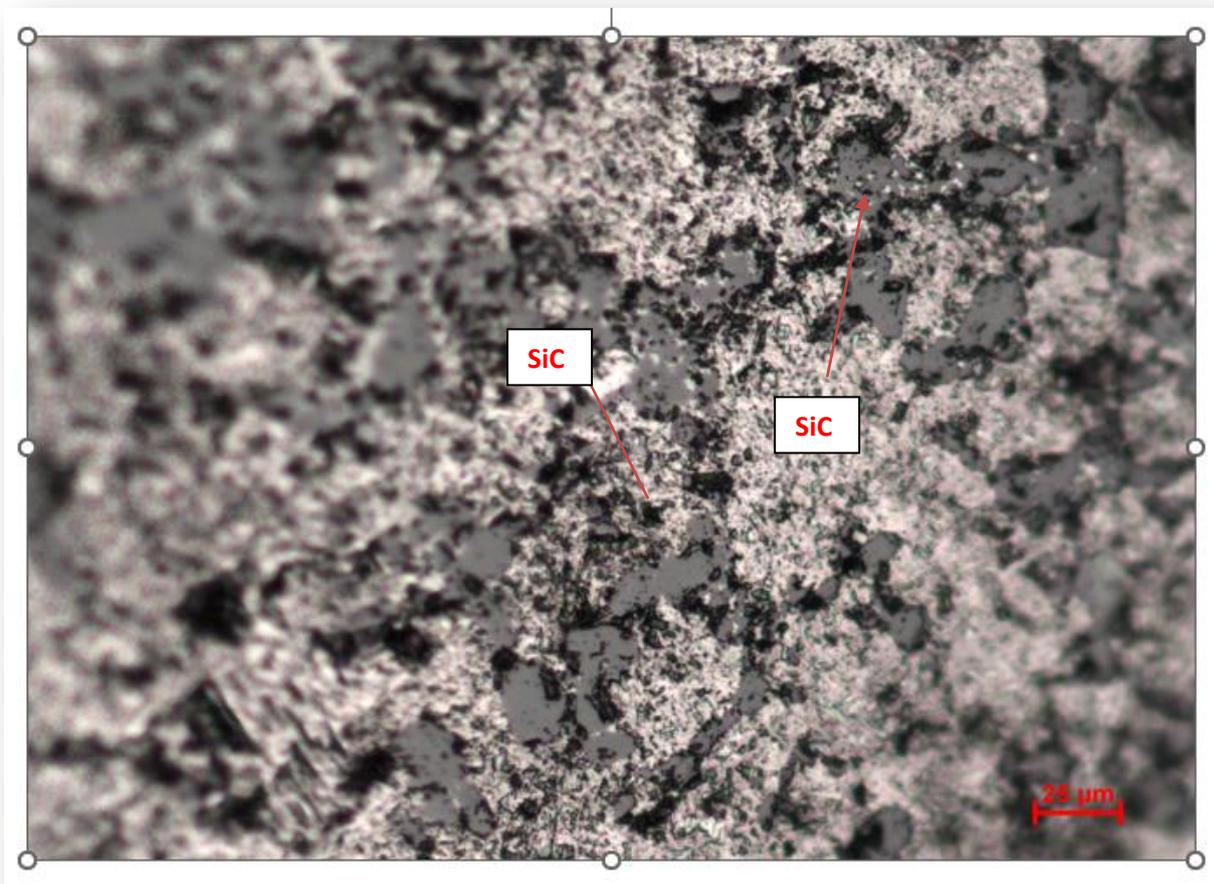


Figure VI.1 : microstructure d'échantillon de témoin

IV-3 : Traitement d'oxydation à 800°C :

La figure 2 représente une micrographie de l'échantillon Ti₃SiC₂/SiC après traitement d'oxydation de 800°C et un temps de maintien de 10h ou on remarque la formation d'une couche superficielle a la surface de l'échantillon qui est probablement l'oxyde de titane (TiO₂), d'après le logiciel du microscope (ND élément) l'épaisseur de cette couche est de l'ordre de 18.92µm.

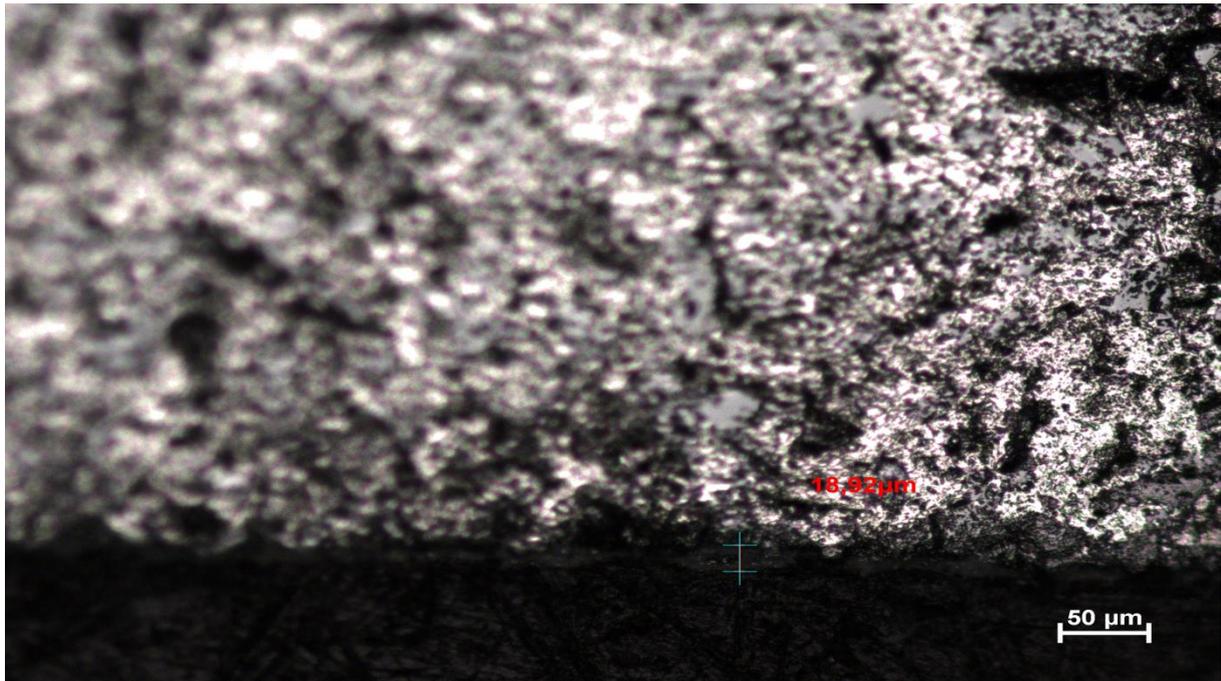


Figure.VI.2 : microstructure d'échantillon de 800

VI-4 : Traitement d'oxydation à 900°C :

L'observation au microscope optique de l'échantillon Ti₃SiC₂/SiC après traitement d'oxydation de 900°C est représentée dans la figure VI.3, ou on constate la présence d'une couche, après mesure de cette couche avait une valeur de 26.09.

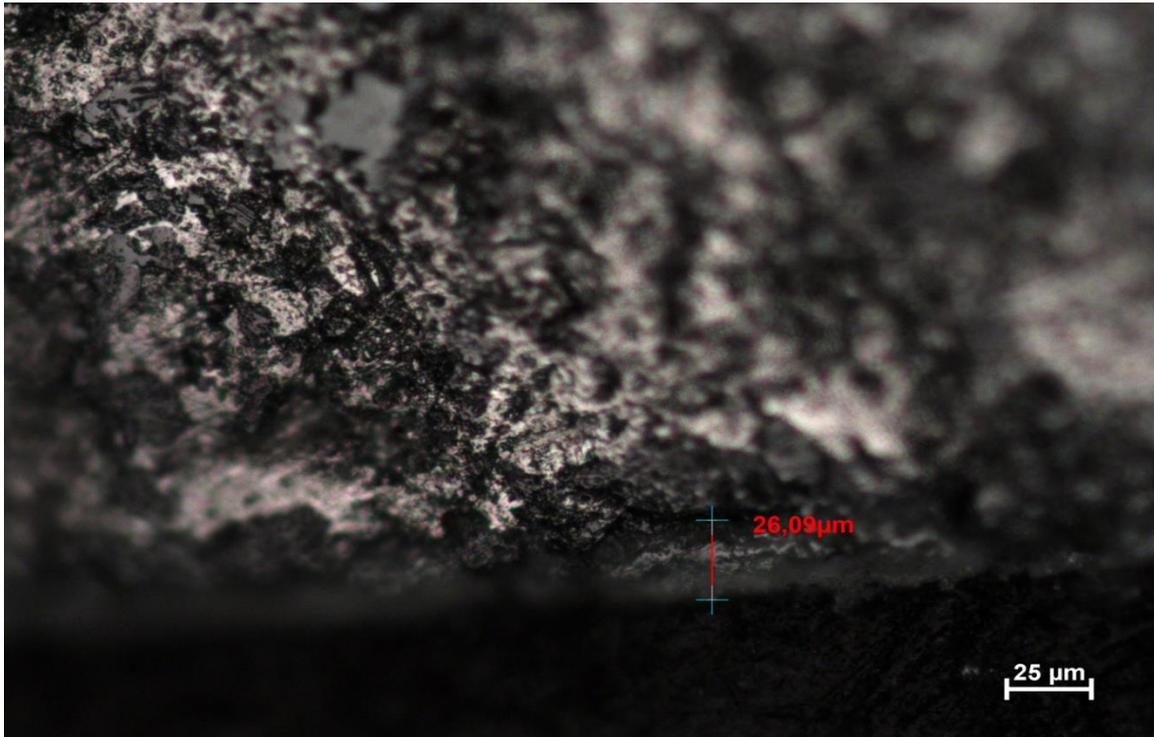


Figure VI.3 : microstructure d'échantillon de 900°C

IV-5 : Traitement d'oxydation à 1000°C :

L'observation au microscope optique (Figure 4) montre la formation d'une couche superficielle de 63.30μm, cette valeur est approximative car nous avons rencontré des difficultés lors de la préparation métallographique de et échantillon

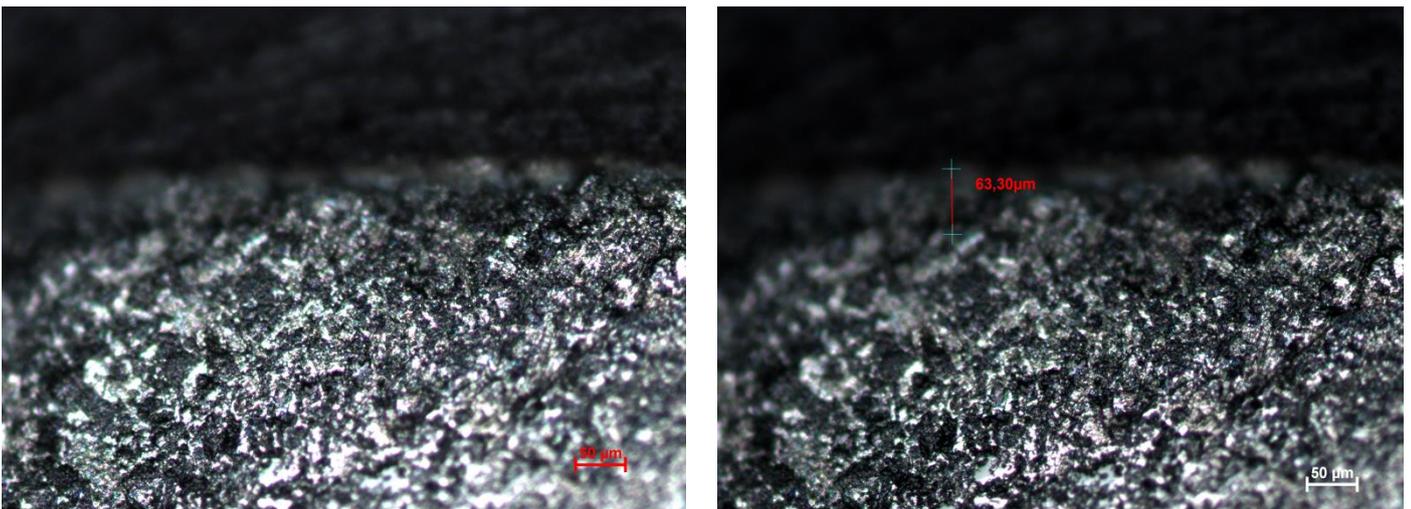


Figure. VI .4 microstructure d'échantillon de 1000°C

Chapitre IV :interprétation

IV-6 : Traitement d'oxydation à 1100°C :

La Figure (5) représente la microstructure du composite Ti₃SiC₂/SiC après traitement d'oxydation isotherme à 1100°C pendant 1h, ou on remarque la formation d'une couche a l'extrémité de l'échantillon cette dernière a deux contraste un contraste clair et un contraste sombre, et d'après la littérature bibliographique la couche superficielle est l'oxyde de titane Rutile (TiO₂) et la deuxièmes couche est un mélange d'oxyde de titane (TiO₂) e l'oxyde de silicium (SiO₂), l'épaisseur de cette couche été aux alentours de 98µm.

Les résultats obtenus concernant la couche formée après traitement d'oxydation doivent être confirmé par d'autres tests comme la diffraction des rayons X et par analyses chimiques ponctuelle au microscope électronique à balayage (MEB/EDS).

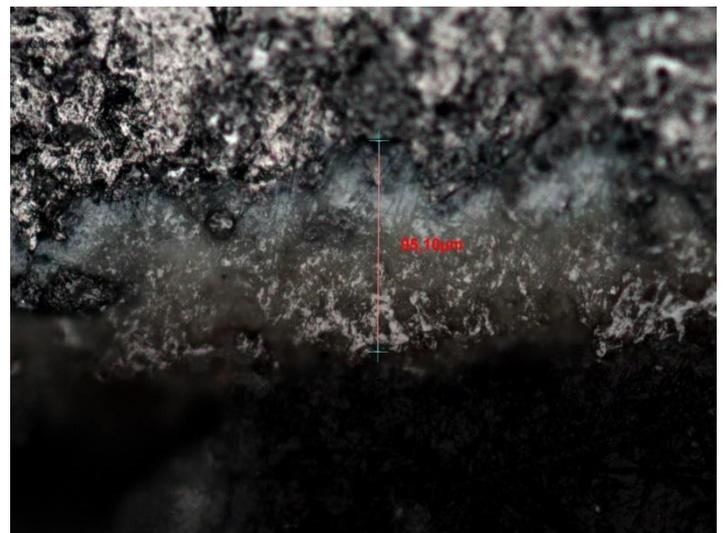
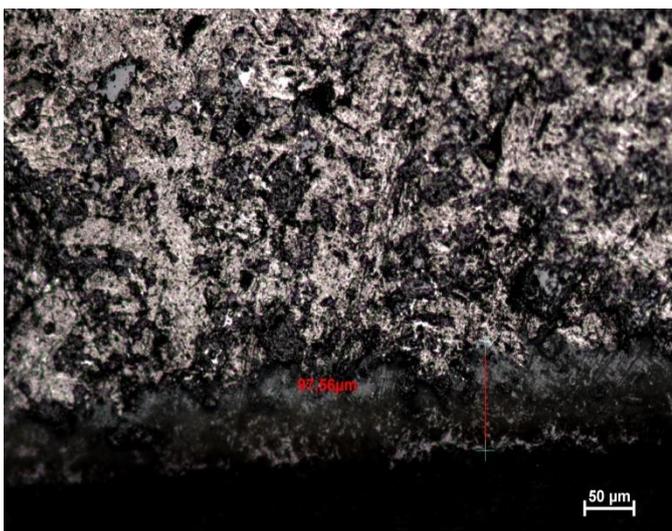
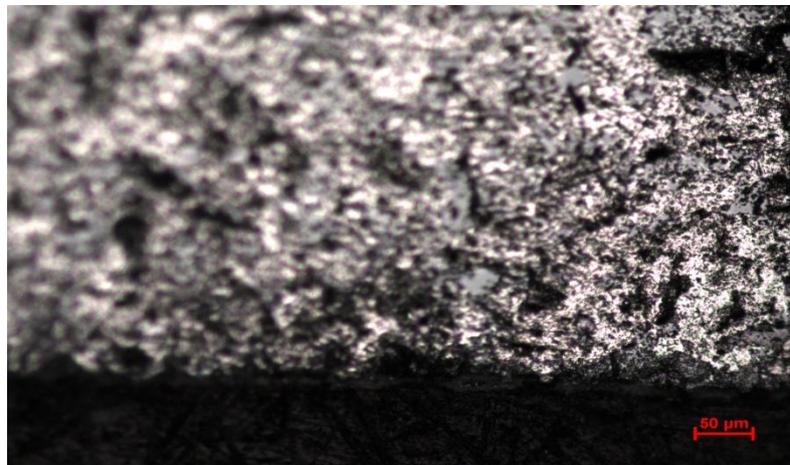


Figure VI.5 : microstructure d'échantillon de 1100°

VI.7 : EVOLUTION DE L'ÉPAISSURE DE LA COUCHE EN FONCTION T :

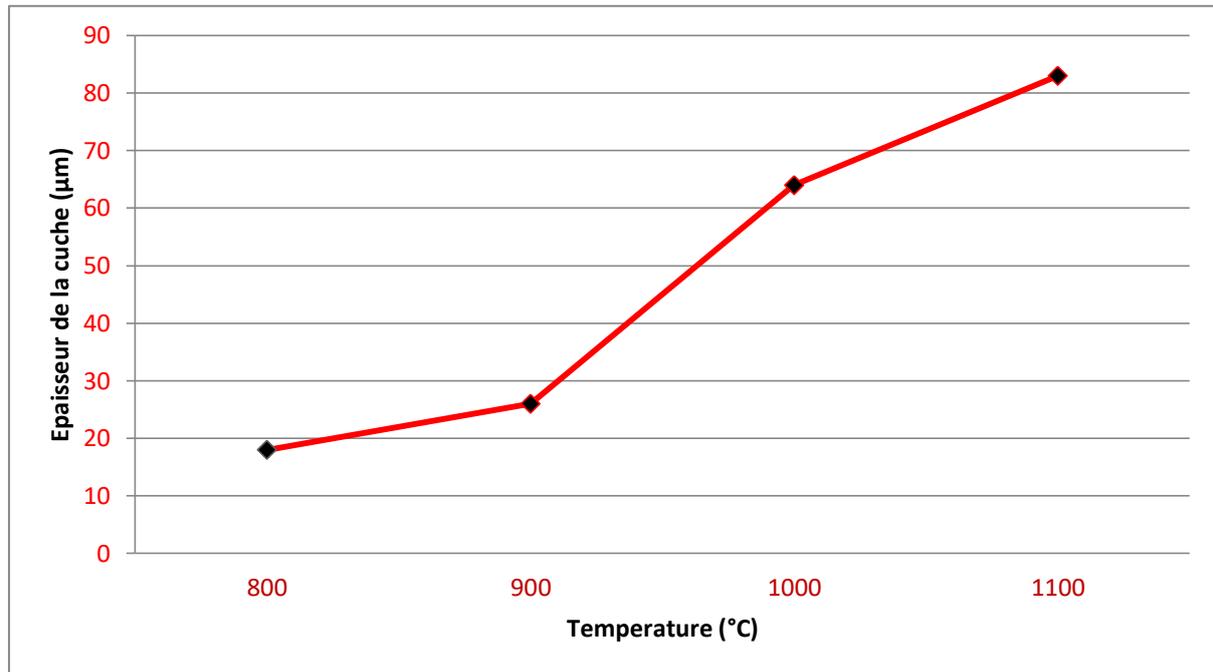


Figure VI.6 : évolution de l'épaisseur de la couche en fonction de la température d'oxydation

La figure VI.6 représente l'évolution de l'épaisseur de la couche obtenus après traitement d'oxydation isotherme de 10 h sous différents température 800,900,1000,1100°C respectivement ou l'épaisseur de la couche obtenus par le logiciel du microscope optique (ND élément) lors de traitement de 800°C été 18.92µm, 900°C a une couche de l'ordre de 26.09µm, 1000° 63.3µm et 1100°C la couche été aux alentours de 98µm, les résultats obtenus sont en concordance avec la littérature bibliographique et cette croissance suit la loi de diffusion qui est la loi de FICK .

IV-8 : Gain de masse :

Tableau 4.1 reprenant les masses des échantillons avant et après traitement d'oxydation isotherme de 10 h. On remarque une augmentation de la masse dès l'enchantions avec l'augmentations de la T de traitement d'oxydation des résultat suivant l'hypothèse bibliographique concernant la loi de FICK, le

Échantillons	M _{avant traitement} (g)	M _{après traitement} (g)	Δm(g)
800	0.4864	0.4872	0.0008
900	0.2072	0.2089	0.0017
100	0.2277	0.2309	0.0032
1100	0.2441	0.2515	0.0074

Tableau VI.1 : représente les masses des échantillons avant et après traitement d'oxydation

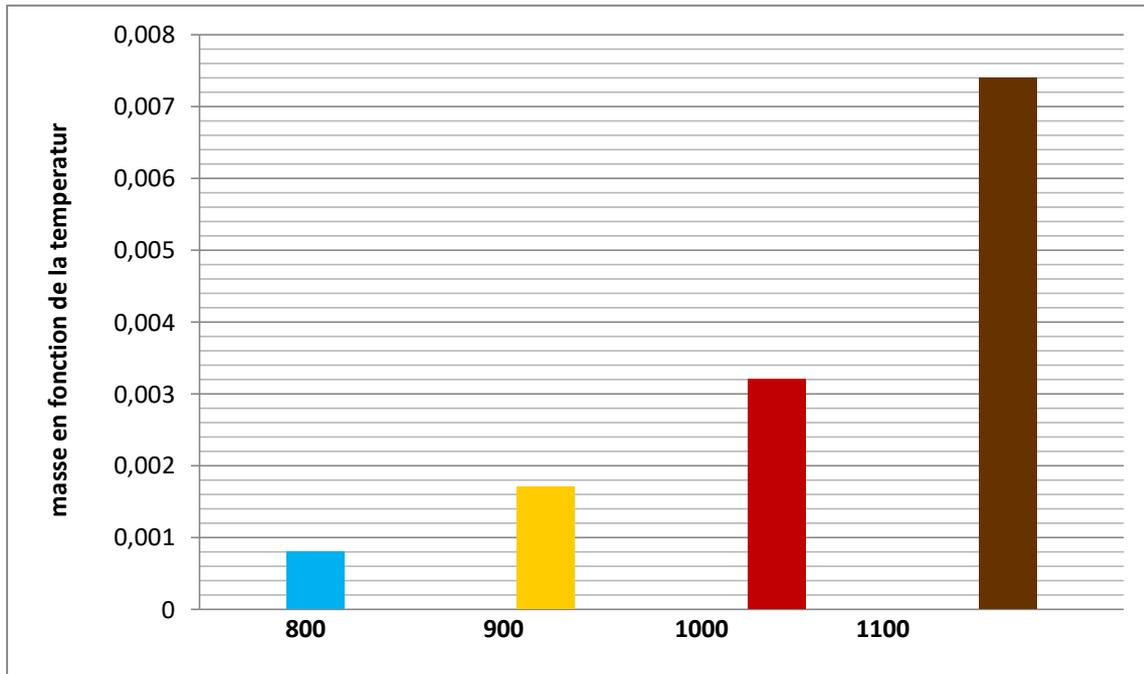


Figure VI.7 : gain de masse en fonction de la température de traitement

V.I.9 Les Diagrammes de Tribologie :

VI.9.1 diagramme tribologique d'échantillon 800°C :

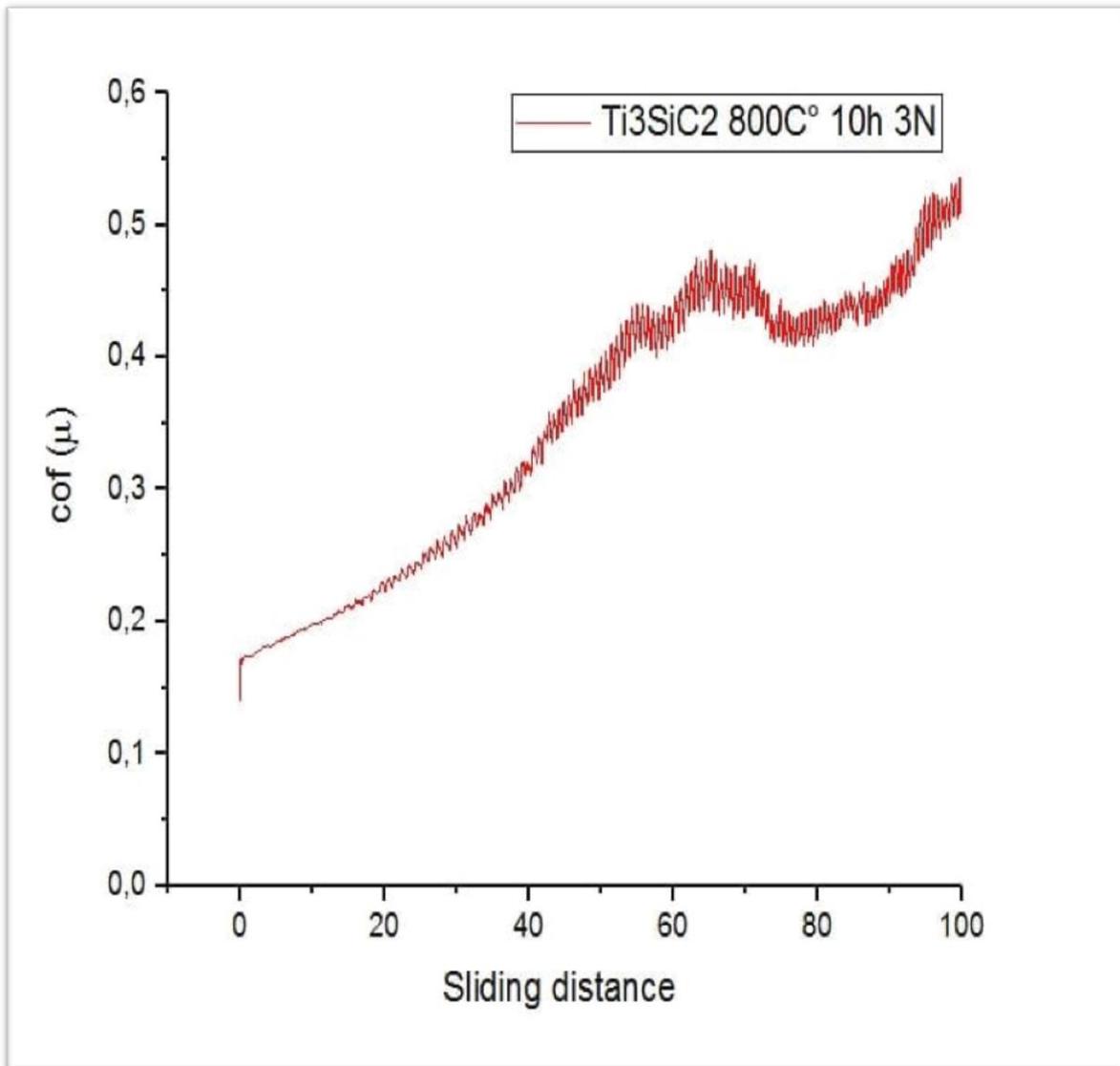


Figure VI.8 : diagramme De Ti₃SiC₂ à 800°C

VI.9.1 diagramme tribologique d'échantillon 800°C :

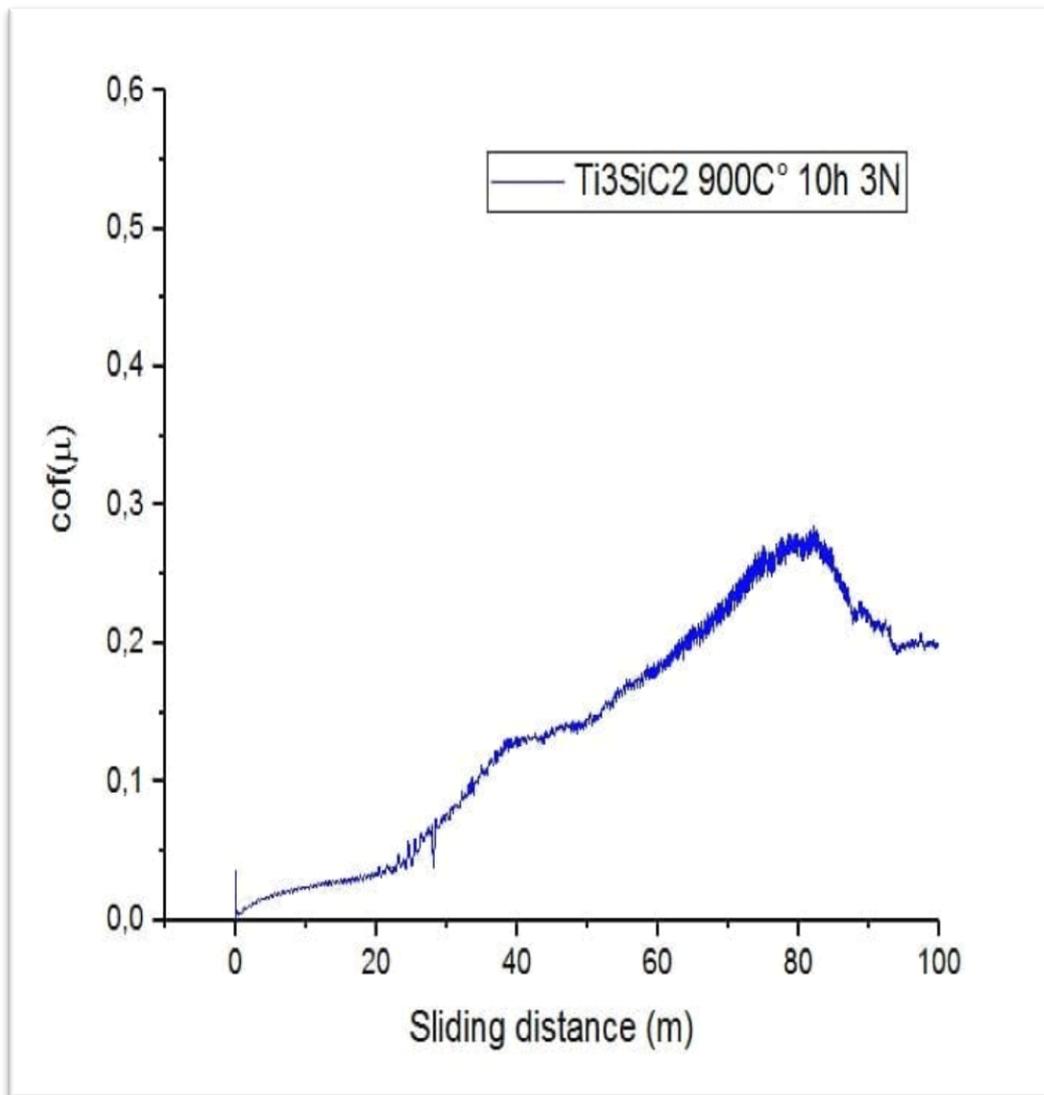
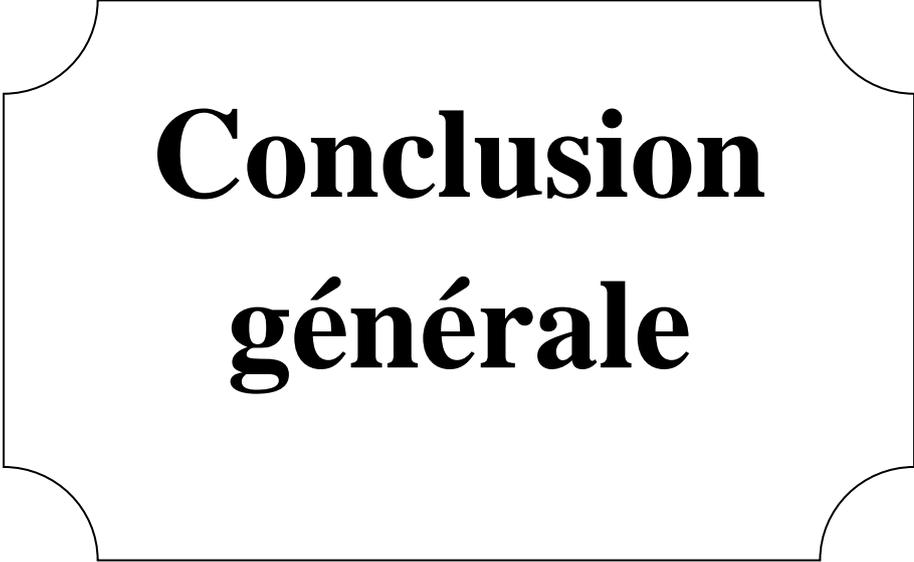


Figure VI.9 : diagramme de Ti₃SiC₂ à 900°C



**Conclusion
générale**

Conclusion générale

Conclusion générale

L'objectif de ce travail consiste à faire une étude microstructurale sur le composite phase maxTi3SiC2 /SiC en faisant un traitement d'oxydation isotherme avec un temps de maintien de 10 h sous déférant températures 800, 900, 1000 ,1100

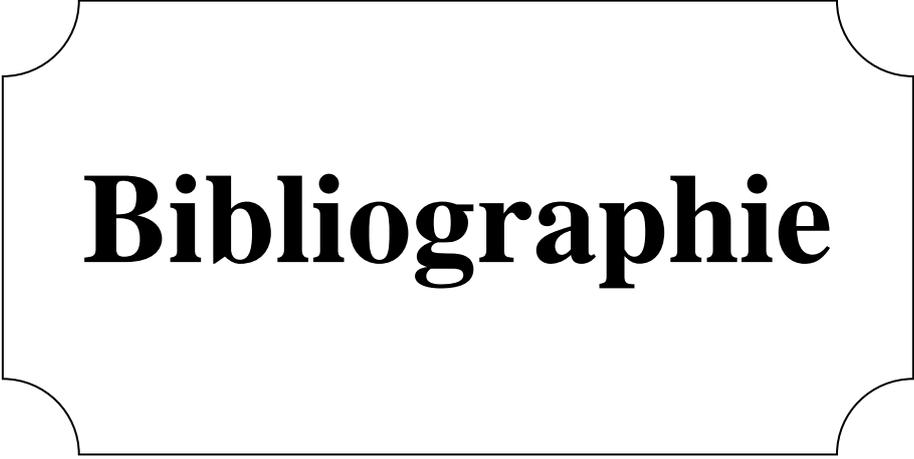
L'observation au microscope optique indique la formation d'une nouvelle couche superficielle Sur tous les échantillons traite, cette couche augmente avec l'augmentation de la température ou l'épaisseur de la couche varie de (18.92 μ) jusqu'à (97.56 μ).

La couche formée est probablement un l'oxyde de titane (TiO₂) et l'oxyde de silicium (SiO₂)

Les échantillons ont en un gain de masse après le traitent d'oxydation ou ce grain de masse varie de (0.0008 g) jusqu'à (0.0074g)

Perspective :

- Une analyse par diffraction des rayons X DRX
- Observation par MEB et analyse chimique EDS



Bibliographie

Bibliographie

Bibliographie

- [1] N. Serkhane - Ouabadi, Synthèse, Caractérisation Microstructurale Et Propriétés Mécaniques De Composés Nano lamellaires De Type MAX De L'université De Tizi Ouzou ,2014
- [2] N. Serkhane - Ouabadi, Synthèse, Caractérisation Microstructurale Et Propriétés Mécaniques De Composés Nano lamellaires De Type MAX De L'université De Tizi Ouzou ,2014
- [3] V. Ivchenko, M. Lesnaya, V. Nemchenko, T. Y. K. some physical propretés of ternary compound in the system Ti - Al - C. Powder Metall. Met. Ceram. 5, 367-369 (1976). [4] [Bandes M.W.Barsoum .A.Muruga, T.R.Z., et Y.Z. .Gogotsi .Kink , élasticité non linéaire et non indentation dans le graphite .carbone 42 (8-9), 1435-1445 (2004)
- [5] Barsoum. Fondamentaux de la céramique. Mc Graw Hill, 1997.
- [6] MW Barsoum, T. El-Raghy. Les phases MAX : de nouveaux matériaux uniques en carbure et nitrure La céramique ternaire s'avère étonnamment douce et usinable, mais aussi résistante à la chaleur, solide et légère. Un m . Scientifique, 89 (2001) 334-343.
- [7] Alexandra SOUCHET. Thèse de doctorat : Comportement tribologique d'une phase MAX Transition et effets d'échelle sur différents Ti_3SiC_2 , 2004 . Encyclopædia Britannica. Inc 1997
- [8] . Alexandra Souchet. Concours tribologique d'une phase MAX. Ecole centrale de Lyon (2004) 180 p.
- [9]]T. El-Raghy, M. W. Barsoum, A.Zavaliangos and S Lalidinidi. Processing and Mechanicus Properties of Ti_3SiC_2 , Part II : Effect of Grain Size and Déformation Température. J. Amer. Cer. Soc., 82 :2855–2859, 1999.
- [10] Didier Bernache – Assollant et Jean – pierre Bonnet : Frittage : Aspects physico – chimiques : Partie 2 : Frittage en phase liquide . AF6621. Techniques de l'ingénieur

Bibliographie

- [11] . Alexandra Souchet. Concours tribologique d'une phase MAX. Ecole centrale de Lyon (2004)
- [12] P. Gravereau , Introduction à la pratique de la diffraction des rayons X par les poudres, Université Bordeaux 1 , HAL Id : cel - 00671294 , 2012 .
- [13] M. Beckers, F. Eriksson, J. Lauridsen, C. Baetz, J. Jensen et L. Hultman. Formation de films de Ti₂AlN à texture fibreuse plane basale sur des substrats amorphes. *Physica Status Solidi Rapid Research Letters* 4 (5-6), 121-123 (2010). 107
- [14] V. Dolique. Elaboration et caractérisation structurale de films minces et revêtements de Ti₂AlN . Thèse de Doctorat, Université de Poitiers (2007). 107, 114
- [15] R. Grieseler, T. Kups, M. Wilke, M. Hopfeld et P. Schaaf. Formation de films nanolaminés Ti₂AlN par dépôt multicouche et recuit thermique rapide ultérieur. *Lettres de matériaux* 82, 74-77 (2012). 107
- [16] These pour obtenir le grade de docteur de l'université de Poitiers présentée par elodie drouelle
- [17] J. Denape, J.Y.P., P. Stempflé, Tribologie dans les transports, de l'analyse à l'échelle du contact à la fiabilité des systèmes mécaniques. 2006 : Presse Polytechnique et Universitaires Romandes .
- [18] J. Denape , J.Y.P. , P. Stempflé , Tribologie dans les transports , de l'analyse à l'échelle du contact à la fiabilité des systèmes mécaniques. 2006 : Presse Polytechnique et Universitaires Romandes .
- [19] Ayel, J. , Lubrifiants pour moteurs thermiques . Techniques de l'ingénieur BM 2750.
- [20] Martin, J.-M., Étude du mécanisme d'action d'un additif anti - usure en régime lubrification limite. Aspects chimiques dans le cas des organodithiophosphates métalliques. 1978, Thèse de l'Université Claude Bernard - Lyon I : Lyon
- [21] G. W. Stachowiak , A. W. Batchelor , Engineering Tribology . BH (Butterworth Heinemann) . 2001 .

Bibliographie

[22] Sheasby , I.S .. T.A. Caughlin , and J.J. Habeeb , Observation of the antiwear activity ofzine dialkyldithiophosphate additives . Wear , 1991. 150 (1-2) ; p . 247-257 .

[23] Spikes, H. The History and Mechanisms of ZDDP . Tribology Letters , 2004. 17 (3) : p.469-489

[24] Rowe , J.J.De.CN The thermal decomposition of metal O. Odialkylphosphorodithioates . Journal of Organical Chemistry , 1967. 32 : p . 647-653

[25]] H. Spedding and R.C. Watkins . The antiwear mechanisms of ZDDP's Part 1 and Part II . Tribology International , 1982 : p . 9-15 .

[26] Source : Tribologie des céramiques , Techniques d'ingénieur .

[27] G.W. Stachowiak and A.W. Batchelor . Engineering Tribology (Second Edition) . Butterworth Heinemann , 2001 .

[28]] R.F. Deacon and J.F. Goodman , Lubrication by lamellar solids . Proc . Roy . Soc . London Series A. 243 : 464 482 , 1958

[29] Khorramian , B.A. , et al . , Review of antiwear additives for crankcase oils . Wear , 1993.169 (1)

[30]] Source : Engineering tribology . G. W. Stachowiak , A. W. Batchelor , Butterworth Heinemann , 2001 .

[31] Source : Tribologie des céramiques , Techniques d'ingénieur .

Bibliographie

Bibliographie
