



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE DE BLIDA 1
FACULTE DE TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT DE MECANIQUE

Projet de Fin d'Etude
Pour l'obtention du Diplôme de Master II en génie mécanique
Spécialité : génie des matériaux

Thème

**Etude Microstructural Et Tribologique sur Des Composites à Matrice
Métallique Élabores à Partir Des Poudres D'alliage De Nickel Et De
Céramique Ternaire**

Promoteur :

CHIKER NABIL

Co-promoteur :

HADJI MOHAMMED

Réalisé par :

BEN MEHIRIZ SORAYA

CHIKHI NAWEL

Année universitaire 2022/2023

Remerciements

Nous tenions remercier notre dieu Allah tous puissent et miséricordieux pour nous avoir apporté la force, la patience, et la volonté de mener à bien notre projets.

Tout d'abord, je souhaite adresser mes remerciements les plus chaleureux à mes parents. Leur amour inconditionnel, leur soutien sans faille et leurs sacrifices ont été les piliers de ma réussite académique. Leur présence et leurs encouragements permanents m'ont donné la force et la détermination nécessaires pour surmonter les défis tout au long de mon parcours.

Je voudrais également exprimer ma profonde gratitude envers mon promoteur, Mr CHIKER NABIL Sa guidance experte, ses conseils éclairés et son engagement ont été essentiels à la réussite de ce projet. Je suis reconnaissant pour son accompagnement attentif, ses critiques constructives et sa disponibilité, qui ont grandement enrichi mon travail

Je souhaite exprimer ma reconnaissance envers les enseignants du département de mécanique spécialement à Mr. ABDESSABOUR BENAMOUR , et le chef de spécialité de Génie des matériaux , Mr. ADEL HADAD pour leur expertise, leur passion pour l'enseignement et leur dévouement envers leurs étudiants. Leurs cours, leurs encouragements et leur disponibilité ont joué un rôle clé dans mon apprentissage et ma formation académique.

Enfin, j'adresse mes remerciements aux trois chefs du département de mécanique Mr. Mustapha Temmar, Mr. Omar Ketfi et le défient Mr. Abdelhalim Brahim. Pour leurs directions éclairées, leurs bienveillances et leurs soutiens ont créé un environnement propice à l'épanouissement académique. Je suis reconnaissant pour leurs appuis constants tout au long de mon parcours universitaire

Dédicace

Je dédie ce modeste travail :

**Mes très chers parents, pour leurs soutient moral
et**

**Financier et d'être la lumière de ma vie, qui m'ont
toujours**

**Encouragé pour terminer mes études, en leur
espérant une**

Longue vie et que dieu les gardes.

A mes sœurs.et frères

A tout ma famille.

A mon binôme CHIKHI NAWEL

A mes chers amis

A mon promoteur Mr CHIKER NABIL

A tous mes enseignants

BEN MEHIRIZ SORAYA

Dédicace

Je dédie ce modeste travail :

**Mes très chers parents, pour leurs soutient moral
et**

**Financier et d'être la lumière de ma vie, qui m'ont
toujours**

**Encouragé pour terminer mes études, en leur
espérant une**

Longue vie et que dieu les gardes.

A mes frères.

A tout ma famille.

A mon binôme SORAYA BENMEHIRIZ

A mes chers amis

A mon promoteur Mr CHIKER NABIL

A tous mes enseignants

CHIKHI NAWEL

Résumé

L'utilisation des composite à matrice métallique (CMMp) a connu un développement dans le domaine industrielle, s'appuyant sur ses excellentes propriétés mécaniques à des conditions ambiantes ainsi qu'à des températures élevées. Les composites à base de nickel sont largement utilisés dans l'aérospatiale, l'énergie nucléaire et d'autres branches industrielles.

Le but de notre travail est d'élaborer des composites à matrice métallique à base d'alliage de Nickel inconel 601, avec une céramique ternaire comme renforcement Ti_3SiC_2 ; et étudier l'effet du pourcentage de renforcement sur la microstructure et les propriétés mécaniques (dureté, tribologie) des produits finals

Les résultats obtenus

Les résultats de diffraction des rayons X montrent que la phase Ti_3SiC_2 se décompose totalement en formant du TiC et du $Ni_3(Ti,Si,Al)$.

Les images de microscope optique constaté que la quantité de TiC et le taux de porosité augmentent avec l'augmentation du taux de Ti_3SiC_2 . Ont expliqué que la décomposition de Ti_3SiC_2 entraîne un rétrécissement du volume du matériau et une diffusion des éléments dans la maille de Ni.

On peut constater que la porosité a un effet négatif sur la dureté des composites ont conclu que le coefficient de frottement et le taux d'usure augmentent avec l'augmentation du taux de ces composites (inc601/ Ti_3SiC_2) présentent une meilleure résistance à l'usure que l', notamment grâce à la formation de TiC

Abstract

The use of metal matrix composites (MMC) has been developed in the industrial field, relying on its excellent mechanical properties at ambient conditions as well as at high temperatures. Nickel-based composites are widely used in aerospace, nuclear power and other industrial branches.

The aim of our work is to develop metal matrix composites based on Nickel inconel 601 alloy, with a ternary ceramic as Ti_3SiC_2 reinforcement; and study the effect of the reinforcement percentage on the microstructure and the mechanical properties (hardness, tribology) of the final products

The obtained results

X-ray diffraction results show that the Ti_3SiC_2 phase completely decomposes forming TiC and $Ni_3(Ti,Si,Al)$.

The optical microscope images found that the amount of TiC and the rate of porosity increase with the increase in the rate of Ti_3SiC_2 . Explained that the decomposition of Ti_3SiC_2 leads to a shrinkage of the volume of the material and a diffusion of the elements in the Ni lattice.

It can be seen that porosity has a negative effect on the hardness of composites

concluded that the coefficient of friction and the rate of wear increase with the increase in the rate of these composites (inc601/Ti3SiC2) have a better resistance to wear than the, in particular thanks to the formation of TiC.

ملخص.

تم تطوير استخدام مركبات المصفوفة المعدنية (MMC) في المجال الصناعي ، بالاعتماد على خواصها الميكانيكية الممتازة في الظروف المحيطة وكذلك في درجات الحرارة العالية. تُستخدم المركبات القائمة على النيكل على نطاق واسع في الفضاء والطاقة النووية والفروع الصناعية الأخرى.

الهدف من عملنا هو تطوير مركبات مصفوفة معدنية تعتمد على سبيكة NICKEL INCONEL 601، مع سيراميك ثلاثي مثل تقوية Ti3SiC2 ؛ ودراسة تأثير نسبة التسليح على البنية المجهرية والخواص الميكانيكية (الصلابة ، الترا بولوجي) للمنتجات النهائية.

النتائج التي تم الحصول عليها

تظهر نتائج حيود الأشعة السينية أن طور Ti3SiC2 يتحلل تمامًا مكونًا Ni3(Ti ,Si,Al) و TiC وجدت الصور المجهرية الضوئية أن كمية TiC ومعدل المسامية تزداد بزيادة معدل Ti3SiC2 أوضح أن تحلل Ti3SiC2 يؤدي إلى تقلص حجم المادة وانتشار العناصر في شبكة يمكن ملاحظة أن المسامية لها تأثير سلبي على صلابة المركبات

خلص إلى أن معامل الاحتكاك ومعدل التآكل يزدادان مع زيادة معدل هذه المركبات (Inc601/Ti3SiC2) بما في ذلك لديها مقاومة للتآكل أفضل من مقاومة التآكل، على وجه الخصوص بفضل تكوين TiC

Mots clé : Composites, Céramique, Tribologie, Microstructure.

Keywords : Composites, Ceramics, Tribology, Microstructure

الكلمات المفتاحية: مركبات ، سيراميك ، ترايبولوجي ، بنية مجهرية.

Liste des figures

CHAPITRE I

Figure I.1 : les constituants de matériaux composites.....	17
Figure I.2 : Classification des différents types de renforts.....	19
Figure I.3 : schéma de fabrication des CMMp par infiltration.	21
Figure I.4 : technique d'atomisation.	23
Figure I.5 : principe de : a) HP; b) HIP.....	26
Figure I.6 : schéma générale de procédé SPS.	26
Figure I.7 : le principe de frittage en phase solide.	27
Figure I.8 : les étapes de frittage en phase liquide.	28
Figure I.9 : schéma représentatif du cycle d'élaboration d'un composite.	28
Figure I.10 : Usure par abrasive.	31
Figure I.11 : Usure par adhésion.....	31
Figure I.12 : Usure par fatigue.	32
Figure I.13 : différents mode d'usure, a) usure par érosive; b) usure par fatigue; c) usure par abrasion; d) usure par adhésion.	33

CHAPITRE II

Figure II.1 : Alliage de Nickel.....	35
Figure II.2 : Inconel 601.....	37
Figure II.3 : Les emplacements des composites des phases MAX.....	38

Figure II.4 : Les trois mailles élémentaires des trois structures des phases MAX : (a) structure 211, (b) structure 312, et (c) structure 413.....39

Figure II.5 : Structure générale d'une céramique polycristalline.....40

CHAPITRE III

Figure III.1: les poudres utilisées.....48

Figure III.2 : Balance de précision 10^{-4} g.49

Figure III.3: broyeur à boulets (MLW-Allemagne).50

Figure III.4 : Presse hydraulique uniaxiale de type SPECAC.51

Figure III.5 : port échantillons en graphite.52

Figure III.6: le cycle thermique du traitement.53

Figure III.7 : les pastilles après frittage.53

Figure III.8 : Les solutions diamantées de (0,25, 1 et 3 μ).55

Figure III.9 : Microscope optique NIKON Eclipse LV150N.56

Figure III.10: Duromètre de type INVOATEST Nemesis 9100.57

Figure III.11 : Diffractomètre des Rayons X de type RIGAKU.58

Figure III.12 : tribomètre type ANTON PAAR TRB3 CSM, switzerland.....59

CHAPITRE IV

Figure IV.1 : Diffractogrammes des rayons X des poudre de Ni et de la phase MAX Ti_3SiC_262

Figure IV.2 : a) Diffractogrammes des rayons X d'inc601 et des composites inc601\ Ti_3SiC_2 (5TSC, 10TSC, 15TSC), b) la région entre 43° et 45° dans a).....63

Figure IV.3 : Microscopies optique de l'inc601 avec différents agrandissements.....65

Figure IV.4 : Microscopie optique de composite inc601/ Ti_3SiC_2 (TSC5) avec différents agrandissement.....65

Figure IV.5 : Microscopie optique de composite inc601/Ti ₃ SiC ₂ (TSC 10) avec différents agrandissements.....	66
Figure IV.6 : Microscopie optique de composite inc601/Ti ₃ SiC ₂ (TSC 15) avec différents agrandissements.....	66
Figure IV.7 : Microscopie optique de composite inc601/Ti ₃ SiC ₂ (TSC 20) avec différents agrandissements.....	67
Figure IV.8: Dureté Vickers des échantillons élaborés.....	68
Figure IV.9 : Variation du coefficient de frottement en fonction de la distance de tous les composites inc601\Ti ₃ SiC ₂ (5,10 ,15) et inc601 glissant contre une bille en acier 100Cr6, sous a) 1N, b) 5 N et c) 15 N.....	69
Figure IV.10 : Les valeurs μ mesurées à l'état stable obtenues sous différentes charges appliqués pour l'inc601 et les composites élaborés.....	70
Figure IV.11 : (a), (b) et (c) représentent les profils 2D de toutes les traces d'usure après des tests de tribologie pour les composites inc601 et TSC sous 1N , 5 N et 10 N, respectivement. (b') et (c') représentent l'agrandissement de (b) entre 6,-8 et (c) entre 4,-8.....	72
Figure IV.12 : Les valeurs du taux d'usure (WR) calculées pour l'inc601 et les composites élaborés sous différentes charges appliquées.....	73
Figure IV.13 : a-d) Microscopies optique des traces d'usure (charge 1N) de l'Inc601 et des composites 5TSC, 10TSC et 15TSC, respectivement. (e-h) agrandissement de (a-d), respectivement.....	74
Figure IV.14 : (a-d) Microscopies optique des traces d'usure (charge 5N) de l'Inc601 et des composites 5TSC, 10TSC et 15TSC, respectivement. (e-h) agrandissement de (a-d), respectivement.....	75
Figure IV.15 : (a-d) Microscopies optique des traces d'usure (charge 10N) de l'Inc601 et des composites 5TSC, 10TSC et 15TSC, respectivement. (e-h) agrandissement de (a-d), respectivement.....	76.
Figure IV.16 : Microscopie optique des traces d'usure des billes d'acier 100Cr6 contre : Inc 601 (a-c), TSC5 (d-f), TSC10 (j-i), TSC15 (g-l).....	78

Liste des tableaux

Tableau II.1 : représente les différents alliages de Nickel Ni.....	36
Tableau III.1 : composition chimique de l'alliage Inc601.	48
Tableau III.1 : Composition des échantillons élaborés.	51
Tableau IV.1 : Valeurs de dureté Vickers des échantillons élaborés.....	67
Tableau IV.2 : résultats du taux d'usure des échantillons élaborés après les différents tests de tribologie.....	73

Table des matières

Etude Microstructural Et Tribologique sur Des Composites à Matrice Métallique Élabores à Partir Des Poudres D'alliage De Nickel Et De Céramique Ternaire.....	1
Introduction générale	13
I.1. Matériau composite :.....	16
I.1.1. Introduction	16
I.1.2. Classification des matériaux composites.....	17
I.1.3. Les propriétés des matériaux composites :.....	17
I.1.4. Les constituants des matériaux composites :.....	17
I.1.4.1. Matrice :.....	17
I.1.4.2. Les renforts :.....	17
I.1.5. Elaboration des composites :.....	19
I.1.5.1. Fonderie :.....	19
I.1.5.2. Infiltration	19
I.1.5.3. Métallurgie des poudres.....	21
I.1.6. Elaboration des poudres :.....	21
I.1.6.1. Atomisation :.....	21
I.1.6.2. Electrolyse Les méthodes chimiques :.....	22
I.1.7. Elaboration des composites :.....	23
I.1.7.1. Choix des matériaux :.....	23
I.1.7.2. Broyage :.....	23
I.1.7.3. Homogénéisation des poudres :.....	23
I.1.7.4. La mise en forme :.....	24
I.1.7.5. Frittage :.....	24
Les différentes natures de frittage sont classées en trois familles :	24
I.1.7.6. Les mécanismes de frittage :.....	26
I.1.8. Finition :	27
I.2. Introduction sur la tribologie :.....	28
I.2.1. Frottements :	28
I.2.2. Les types de frottements:	29
I.2.3. L'usure :.....	29
I.2.4. Types d'usure :.....	30
I.2.4.1. Usure abrasive :	30

I.2.4.2. Usure adhésive :	30
I.2.4.3. Usure par fatigue :	31
I.2.4.4. Usure érosive :	31
II.1. Alliage de Nickel :	34
II.1.2. Application :	36
II.2. Historique des phases MAX :	37
II.2.1. Structure cristallographique:	37
II.2.2. Microstructure :	38
II.2.3. Les propriétés :	39
II.2.3.1. Les propriétés mécaniques :	39
II.2.3.2. Les propriétés électriques :	39
II.2.3.3. Les propriétés thermiques:	40
II.2.3.4. Résistance à l'oxydation:	40
II.2.4. Technique d'élaboration :	41
II.2.5. Ti_3SiC_2 :	41
II.2.6. Applications de Ti_3SiC_2 :	42
II.2.7. Décomposition de Ti_3SiC_2 (in-situ TiC) :	42
II.1. Introduction :	46
III.1.1. Préparation des échantillons :	47
III.1.1.1. Les poudres utilisées :	47
III.1.1.2. La pesée des poudres :	48
III.1.1.3. Broyage des poudres de l'alliage inc601 :	49
III.1.2. Elaboration des échantillons :	50
III.1.2.1 Homogénéisation:	51
III.1.2.2. Mise en forme :	51
III.1.2.3. Frittage :	52
III.1.3. Préparation métallographique:	53
III.1.3.1 Polissage :	53
III.1.3.2. Microscopie optique MO:	54
III.1.3.3. Dureté Vickers :	55
III.1.3.4. Analyse par diffraction des rayons X (DRX) :	56
III.1.3.5. Essais de tribologie :	58
III.1.3.6. Profilométrie 2D :	59

IV.1. Introduction :	61
IV.1.1. Analyse par diffractions des rayons X (DRX) :	61
IV.1.2. Microscope optique MO :	63
IV.1.3. La dureté Vickers :	67
IV.1.4. Essai de tribologie:	68
IV.1.5. Trace d'usure :	74
IV.1.6. Trace d'usure des billes	77
Conclusion générale.....	81
Références	83

Introduction générale

La tribologie est une discipline qui étudie les interactions entre les surfaces en mouvement et les mécanismes de friction, d'usure et de lubrification. Elle joue un rôle essentiel dans la conception, l'optimisation et la maintenance des systèmes mécaniques, en contribuant à améliorer leur efficacité, leur fiabilité et leur durée de vie.

Les matériaux composites sont des matériaux à hautes performances mécaniques, façonnables à volonté au gré du concepteur et doués d'un potentiel illimité. Les matériaux composites se développent aujourd'hui dans pratiquement tous les domaines et sont à l'origine de formidables challenges dans diverses réalisations de haute technologie

Les alliages de nickel sont des matériaux métalliques constitués principalement de nickel et d'autres éléments d'addition, comme le chrome, le molybdène, le cuivre, le fer, etc. Ces alliages présentent des propriétés intéressantes pour des applications à haute température, à haute résistance mécanique ou à haute résistance à la corrosion.

Les phases MAX sont des structures cristallines du système hexagonal observées dans certaines céramiques de formule générique $M_{n+1}AX_n$, où $n = 1$ à 4 , M est un métal de transition essentiellement des groupes 4, 5 et 6, A est un élément essentiellement des groupes 13, 14 et 15, et X est le carbone ou l'azote. Ces structures présentent des combinaisons inhabituelles de propriétés chimiques, physiques, électriques et mécaniques, cumulant des caractéristiques à la fois de métaux et de céramiques dans diverses conditions.

Les alliages de nickel avec phases MAX sont des matériaux hybrides qui combinent les avantages des alliages de nickel et des phases MAX. Ils sont obtenus par des procédés de frittage ou de métallurgie des poudres qui permettent de contrôler la composition et la microstructure des matériaux. Ces alliages présentent une amélioration des propriétés mécaniques, notamment la dureté, la résistance à l'usure et la résistance au fluage, par rapport aux alliages de nickel conventionnels. Ils sont utilisés pour des applications dans les domaines de l'aéronautique, de l'énergie ou de l'automobile.

Ce mémoire est organisé selon 4 chapitres :

Le premier chapitre présente en première partie des recherche bibliographique sur les composites à matrice métallique à renfort particulaire et la tribologie, et en deuxième partie résumé, les technique d'élaboration des composites.

Le deuxième chapitre résumé en premier partie les Alliage de Nickel et la définition des phases MAX et ça structure, en deuxième partie il dresse les propriétés des phases MAX et l'état de l'art.

Le troisième chapitre porter la partie expérimentale ainsi que sur les techniques d'élaboration, concernant le système inconel601/Ti₃SiC₂ avec l'étude microstructural par le microscope optique et DRX et le taux d'usure par le profilomètre.

Le quatrième chapitre regroupe les résultats portant sur l'élaboration et la caractérisation microstructurale de ce composite inconel601/ Ti₃SiC₂.

CHAPITRE I

Bibliographie sur

Les Matériaux Composites

et La Tribologie

I.1. Matériau composite :

I.1.1. Introduction

Un matériau composite est constitué de l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux de natures différentes. Leur association est complémentaires et permet d'aboutir à un matériau dont les performances recherchées seront supérieures à celles des composants pris séparément. Un matériau composite est constitué dans le cas le plus général d'une ou plusieurs phase discontinues réparties dans une phase continue.

La phase discontinue, appelée renfort ou matériau renforçant, est habituellement plus dure avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue, appelée matrice [1].

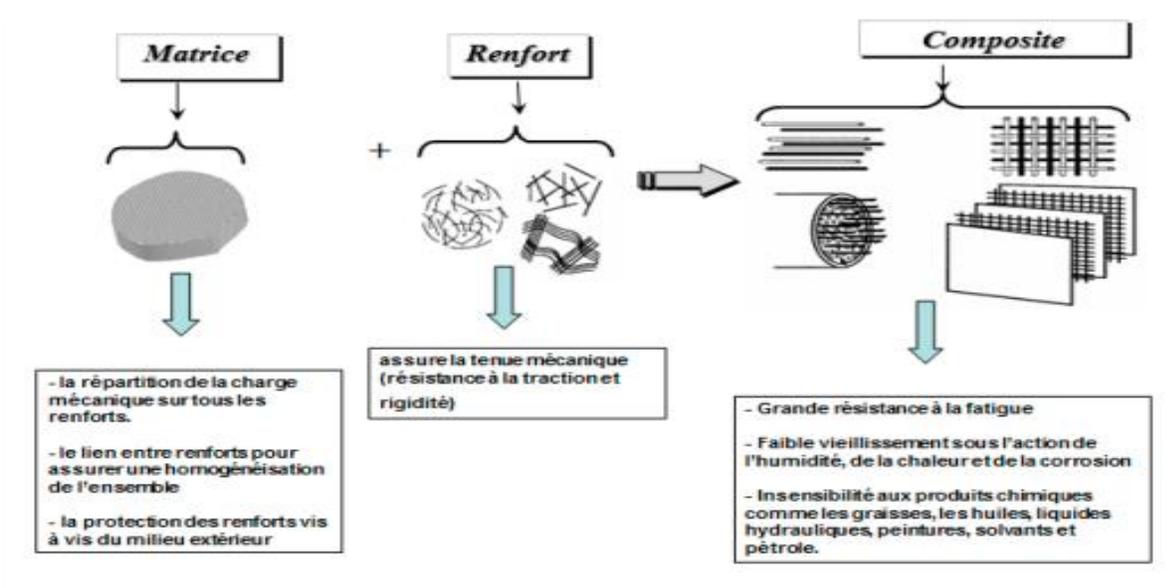


Figure I.1 : les constituants de matériaux composites [2].

I.1.2. Classification des matériaux composites

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

Les composites à matrice organique (CMO)

Les composites à matrice métallique (CMM)

Les composites à matrice céramique (CMC)

I.1.3. Les propriétés des matériaux composites :

- Légèreté
- Résistance mécanique.
- Durée de vie, résistance à la fatigue.
- Résistance à la corrosion

I.1.4. Les constituants des matériaux composites :

I.1.4.1. Matrice :

Le rôle de la matrice est principalement de lier le renfort, mais aussi, d'assurer une répartition spatiale homogène du renfort. D'un point de vue mécanique, la matrice transmet et répartit les efforts extérieurs vers le renfort. D'un autre côté, elle apporte à la structure une tenue chimique et donne la forme désirée au produit [3].

I.1.4.2. Les renforts :

Les renforts assurent les propriétés mécaniques du matériau composite et un grand nombre de renforts sont disponibles sur le marché en fonction des coûts de revient et des recherches pour la structure réalisée.

Le matériau implanté dans la matrice sous forme de particules ou de fibres a pour but d'accroître les propriétés mécaniques (rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc.) et d'améliorer des propriétés physiques, tels les comportements à l'abrasion, la tenue en température ou les propriétés électriques [4]. Plusieurs renforts ont été classés suivant leurs formes, leurs dimensions et leur nature chimique

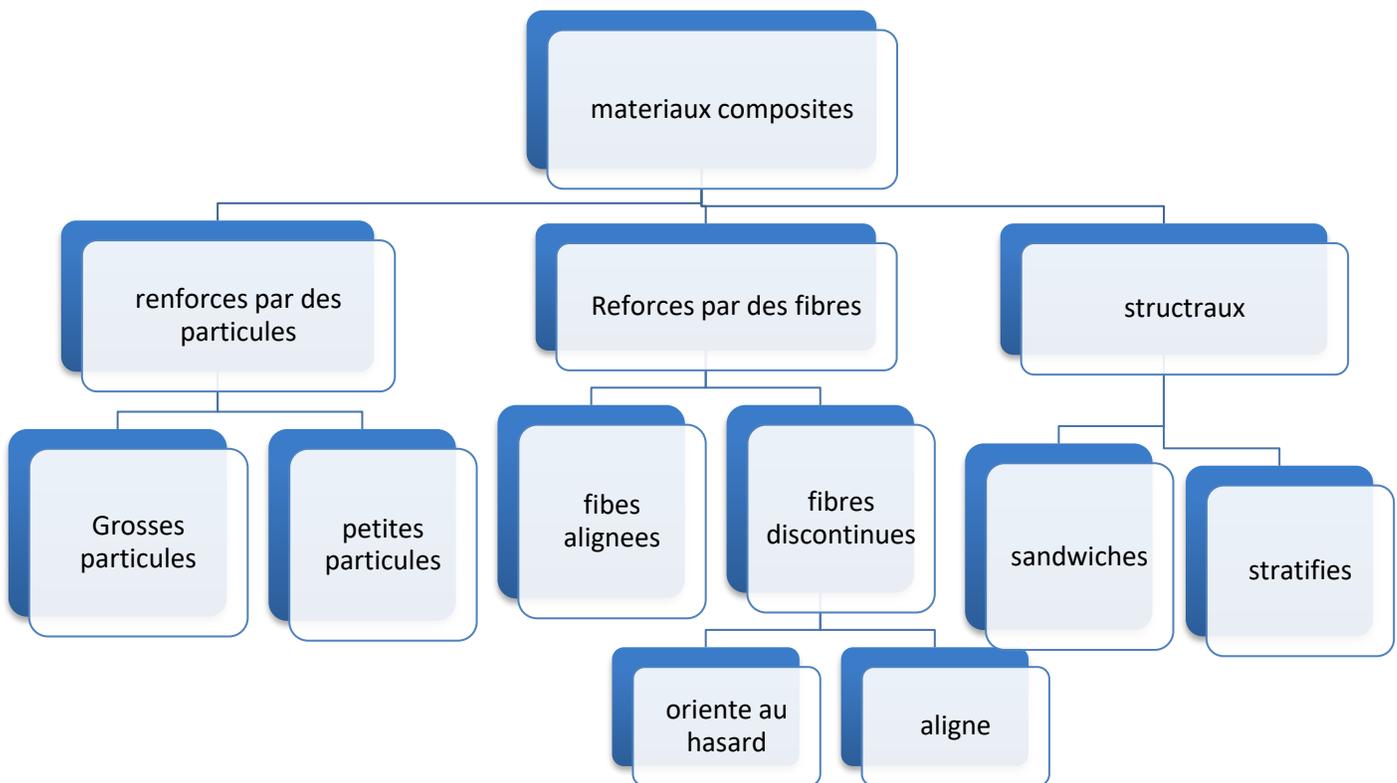


Figure I.2 : Classification des différents types de renforts.

I.1.5. Elaboration des composites :

I.1.5.1. Fonderie :

Le procédé de coulée est mis en œuvre simplement, ce qui le rend intéressant en termes de productivité. Ceci permet d'obtenir un CMMp sous la forme d'une pièce moulée proche de la forme finale. Le principe est d'incorporer des particules dans un alliage liquide. Il est ensuite coulé en lingots et refondu pour une mise en forme ultérieure. Cependant, les procédés de coulée rencontrent certaines difficultés pour introduire des renforts dans la matrice fondue. En effet, des problèmes d'agglomération et de sédimentation peuvent survenir du fait des différences de densité et d'une mauvaise mouillabilité entre le renfort et la matrice. Ces deux phénomènes rendent encore plus difficile l'obtention d'une répartition uniforme des armatures au sein de la matrice [5, 6]. L'agitation lors du malaxage sous atmosphère protectrice (vide ou gaz neutre) améliore la répartition des particules de renfort dans le métal en fusion. Il existe différentes techniques d'agitation :

- Agitation mécanique (développée par Alcan).
- Agitation électromagnétique (à l'aide d'un four à induction).
- Agitation électromagnétique avec ondes ultrasonores.

I.1.5.2. Infiltration

Un procédé classique d'infiltration de préformes peut être utilisé pour fabriquer du CMMp, qui se fait en deux étapes. La première consiste à réaliser une préforme particulière par pressage à froid puis à déterminer si elle est frittée ou non. Dans la seconde étape, l'infiltrant fond et s'écoule dans la porosité laissée par les particules solides de la préforme [7].

L'infiltration peut se faire sous pression ou sous vide. Dans le premier cas, une pression est appliquée sur le métal liquide le faisant pénétrer dans la préforme. La pression externe fournie par le gaz ou l'équipement mécanique est utilisée pour déterminer la densité globale du composite. Dans l'infiltration spontanée (sous vide), le flux de liquide entre les particules est entraîné par la gravité et l'action capillaire [8]. La facilité de pénétration dépend de la morphologie des pores de

la préforme, de la viscosité du métal, de la tension superficielle entre le liquide et les particules, de la taille des particules et de la pression appliquée. Beaucoup d'efforts sont consacrés au développement de matériaux composites adaptés à des applications spécifiques. Par exemple, l'élaboration de CMMp à base de carbure de tungstène dans l'acier se fait par broyage de poudres Fe-C et WC. La

Poudre mélangée est pressée à froid et infiltrée de cuivre liquide, qui a le point de fusion le plus bas de tous les éléments présents [5].

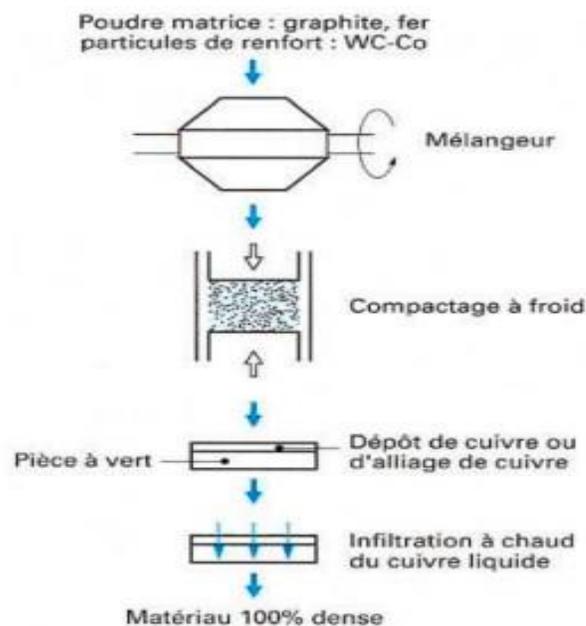


Figure I.3 : schéma de fabrication des CMMp par infiltration [5].

I.1.5.3. Métallurgie des poudres

La métallurgie des poudres (PM) est la fabrication, le traitement et la consolidation de fines particules métalliques pour produire un métal aux propriétés généralement excellentes en raison de sa microstructure fine et uniforme. Les pellets sont en fait antérieurs à la métallurgie des lingots (IM) en raison de l'incapacité des humains à atteindre des températures capables de faire

Fondre les métaux [9]. Cette technique est un exemple des premiers humains utilisant le pressage et le frittage. Les progrès de la technologie des fours au cours des siècles ont tenu les PM à l'écart, jusqu'aux années 1800, le platine et le tungstène ne pouvaient être fabriqués qu'à partir de PM en raison de leurs points de fusion élevés. Aujourd'hui, le carbure cémenté [10] et le fil de tungstène [11] sont entièrement fabriqués par PM.

Peut être caractérisée par les trois mots clés suivants : poudres, pression et température. Les différents modes de fabrication sur laquelle elle repose, nous permettent d'obtenir des pièces poreuses ou non, de formes, dimension et de masse variées. Les techniques intervenants successivement ou cours de l'élaboration d'un composant peuvent se résumer de la façon suivante

:

- Elaboration de la poudre
- Densification et mise en forme
- Frittage
- Finition

I.1.6. Elaboration des poudres :

I.1.6.1. Atomisation :

Sous l'action d'un jet d'eau ou de gaz, un matériau métallique liquide peut se désintégrer sous la forme de petites gouttelettes généralement sphériques toute nature de matériau métallique peut être ainsi obtenue sous forme des poudres. Tout fois, les plus répandues sont les poudres de cuivre, de fer, d'aluminium, et surtout des alliages tels que les laitons, les bronzes les aciers. En

général, l'atomisation se fait par air, azote, argon, eau ; la vapeur d'eau sous pressions de 4 à 50 bars

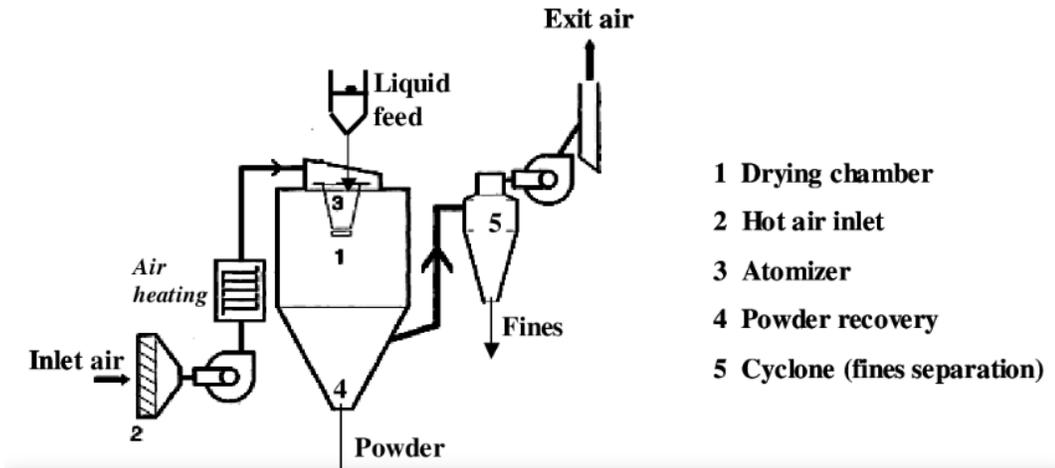


Figure I.4 : technique d'atomisation

I.1.6.2. Electrolyse Les méthodes chimiques :

Sont utilisables pour un grand nombre de métaux. La plus employée est la réduction d'un composé (généralement un oxyde, plus rarement un sulfure ou un chlorure) par un agent chimique (gaz, liquide ou solide) qui fractionne le composé en métal à l'état de fins granules et en un sous-produit qui peut être éliminé. Si le composé métallique initial est un solide, la dimension des granules du métal résultant dépend fortement de la morphologie du composé de départ. Quand le sous-produit de la réduction est gazeux, son élimination s'effectue directement par le gaz porteur ou à l'aide d'une installation à vide.

I.1.7. Elaboration des composites :

I.1.7.1. Choix des matériaux :

Le choix de la composition des matériaux, c'est-à-dire les poudres constituantes, a été choisi dans un but précis, en fonction des propriétés recherchées telles que de la résistance à l'usure, la trempabilité, et plus particulièrement l'amélioration de la densité relative et la répartition homogène des éléments d'addition.

I.1.7.2. Broyage :

Le broyage est un procédé qui consiste à réduire le minéral concassé d'une granulométrie de 0 à 200 μm à un produit de 0 à 20 μm . [12] Le but du broyage est d'augmenter la réactivité de la poudre (surface spécifique) en vue de son frittage

I.1.7.3. Homogénéisation des poudres :

Avant d'entrer dans le processus de mise en forme, la poudre doit être soigneusement sélectionnée pour obtenir un produit économique avec les propriétés souhaitées. Lors du processus de sélection, les facteurs suivants doivent être pris en compte [13] :

- la forme des particules pulvérulentes ;
- la taille des particules;
- Masse de fluage ;
- compressibilité ;
- capacité de frittage ;

Le mélange est réalisé à sec en utilisant les billes d'acier et tabulât ou en présence de liquides. Les liquides (hydrocarbures, solvant chloré acétone...) protègent le produit de l'oxydation de l'air et facilitent le mélange [14].

I.1.7.4. La mise en forme :

La pièce est mise en forme par des techniques qui dépendent de ses dimensions et de sa complexité (la pression uniaxiale), la pièce ainsi préparée dite pièce en cru est ensuite consolidée et densifiée par le traitement thermique de frittage (corp dense 90 %_100% de densité)

I.1.7.5. Frittage :

Le frittage est une technique de traitement utilisée pour produire la densité contrôlée matériaux et composants en métal ou/et poudres céramiques par application énergie thermique. Par conséquent, le frittage est classé dans la synthèse / traitement. Comme la synthèse et le traitement des matériaux sont devenus cruciaux ces dernières années pour le développement des matériaux, l'importance du frittage est en tant que technologie de traitement des matériaux.

Le frittage est, en fait, l'une des technologies humaines les plus anciennes, originaire de l'époque préhistorique avec la cuisson de la poterie. La production d'outils à partir d'éponge fer a également été rendu possible par frittage. Néanmoins, il a été seulement après la dans les années 1940, ce frittage a été étudié fondamentalement et scientifiquement. Depuis, remarquable dans la science de frittage ont été faites. L'un des plus les utilisations importantes et bénéfiques de frittage dans l'ère moderne est la fabrication de parties frittées de toutes sortes, y compris les parties métallurgiques en poudre et en vrac composants céramiques [15]

Les différentes natures de frittage sont classées en trois familles :

- **sans charge : “frittage naturel”** s'agit d'un procédé économique qui chauffe simplement la pièce à la température de frittage. Pièces obtenues avec une porosité résiduelle importante.
- **sous charge** : lorsqu'en plus du cycle thermique, une pression extérieure est appliquée au matériau, on parle alors de frittage sous charge. Dans ce cas, les grains sont sollicités mécaniquement et par de phénomènes de diffusion ou de déformation plastique le taux de densification est fortement accéléré. Il existe deux grands modes de compression pour le frittage sous charge, la compression uniaxiale à chaud ou “hot pressing” (HP), et la compression isostatique à chaud (HIP) (Figure 8) [16].

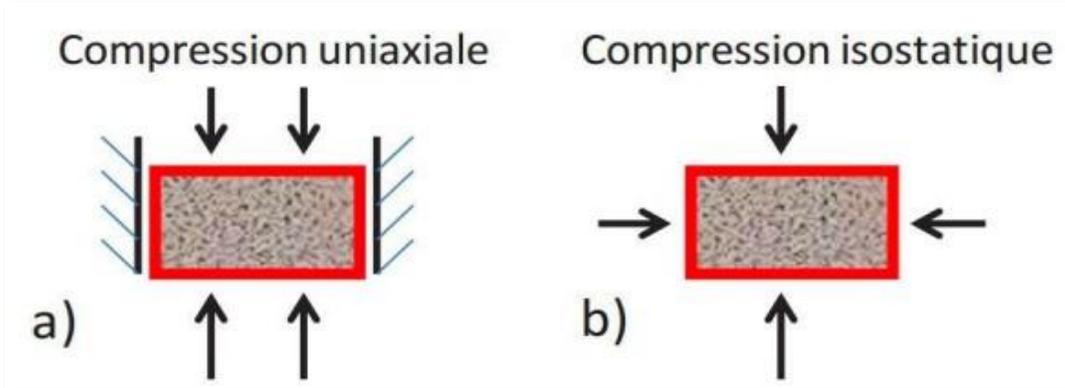


Figure I.5 : principe de: a) HP; b) HIP

- **Spark Plasma Sintering** : le procédé “Spark Plasma Sintering” (SPS; figure utilisé conjointement le principe du hot pressing (HP) et du frottement résistif. Dans ce procédé, le chauffage n’est pas extérieur comme dans le hot pressing, mais est généré par effet joule sur l’ensemble moule pistons échantillon.

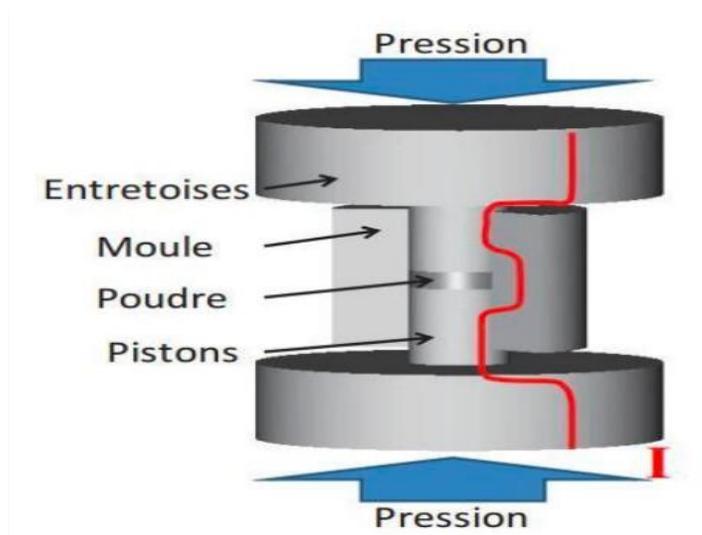


Figure I.6 : schéma générale de procédé SPS.

I.1.7.6. Les mécanismes de frittage :

Pendant l'opération de frittage, on met en contact les particules de poudres, auxquelles on fait subir un traitement thermique. On devra distinguer le cas du frittage en phase solide et celui du frittage en phase liquide.

- **Frittage en phase solide:**

Ce type de frittage est utilisé pour les matériaux à haut point de fusion il s'effectue à une température inférieure à celle de fusion du constituant le moins fusible avec un certain temps de maintien isotherme à cette température, la densification se fait principalement par un transport de matière par diffusion [17].

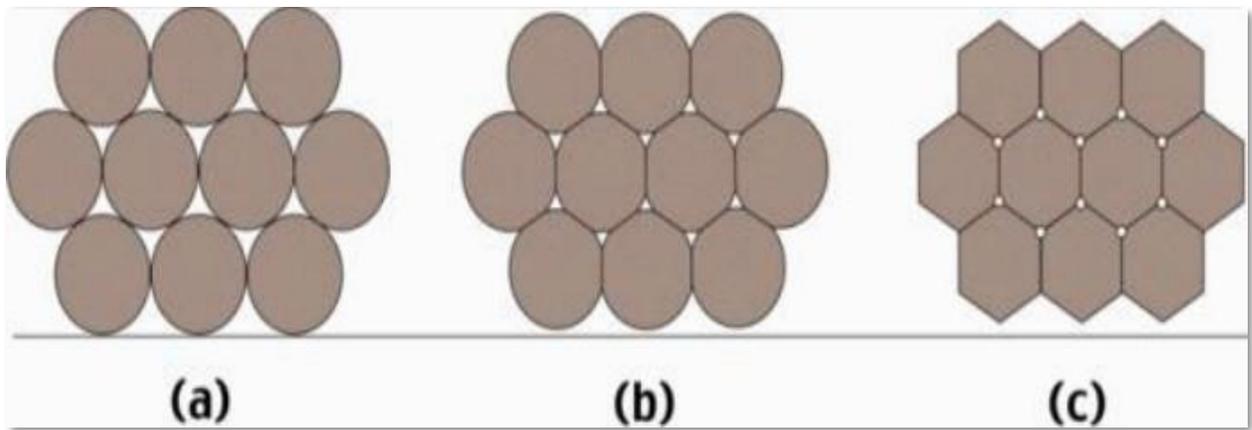


Figure I.7 : le principe de frittage en phase solide.

- **Frittage en phase liquide :**

Dans le cas du frittage en phase liquide, on ajoute un composant qui fond partiellement. À la température de frittage, les particules solides sont en présence d'une phase liquide qui infiltre et mouille ces particules solides. 1% en volume du liquide est suffisant pour mouiller des grains de 1 μm . L'avantage du frittage en phase liquide est la diminution de la température du frittage, et l'obtention facile de densités élevées [18].

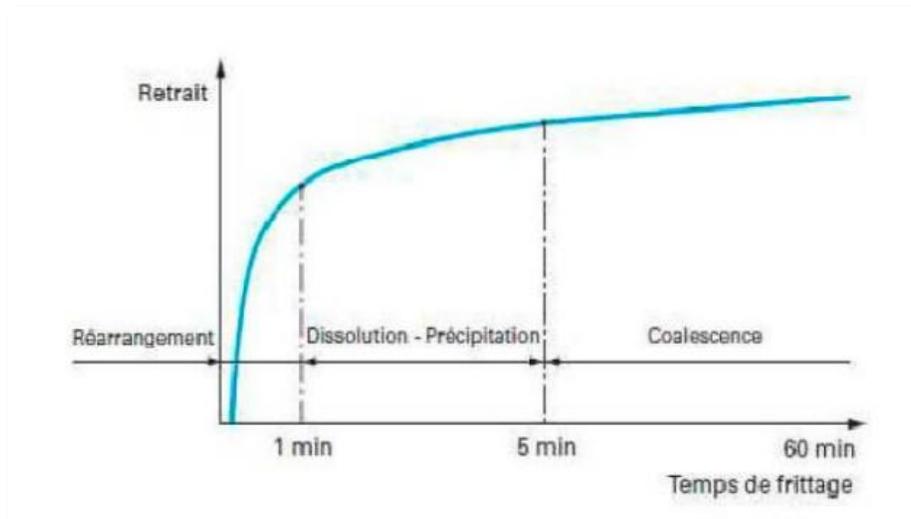


Figure I.8 : les étapes de frittage en phase liquide.

I.1.8. Finition :

Après frittage, on a les procédés de finitions

- Usinage
- Polissage
- Inspections et test

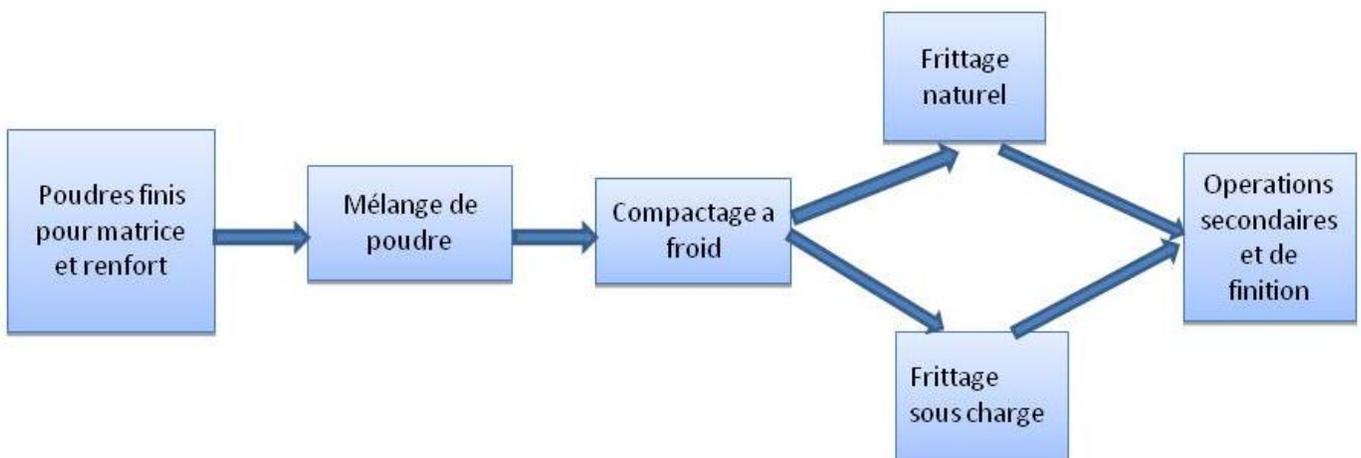


Figure I.9 : schéma représentatif du cycle d'élaboration d'un composite.

I.2. Introduction sur la tribologie :

Le nom tribologie a été créé en Angleterre. Il a été utilisé pour la première fois le 23 novembre 1965 au Ministre d'État pour l'éducation et de la science et publié en février 1966 [19]. Ce nom vient du Grec Triberein: frotter et logos: parole, étude ou science; ainsi la tribologie est l'étude ou la science, du frottement. Plus généralement, la tribologie regroupe l'étude de la lubrification, du frottement et de l'usure des éléments de machine.

De la préhistoire à nos jours, l'homme a toujours cherché à réduire les frottements et à éviter l'usure. Le bitume a été utilisé depuis l'Antiquité pour réduire les frottements dans les axes des roues de potier. Les premiers paliers fabriqués par l'homme étaient les crapaudines de portes constitués d'un axe en bois tournant à l'intérieur d'un creux pratiqué dans du bois ou dans une pierre. Des lubrifiants ont été utilisés pour faciliter le transport de charges lourdes. Plusieurs bas-reliefs montrent cette méthode de transport. Le plus ancien provient de la tombe de Saqqarah et date de 2400 ans avant J. C. et montre le déplacement de la statue de Ti. Le mécanicien Léonard de Vinci est connu par sa sculpture et son dessin. Son travail sur le frottement et les machines a été utilisé plus de deux siècles après sa mort [20].

I.2.1. Frottements :

Le frottement peut être défini comme la résistance tangentielle à une interface commune entre deux corps lorsqu'un corps se déplace ou tente de se déplacer par rapport à la surface d'un autre corps sous l'action d'une force extérieure [21].

Le frottement est également défini comme la résistance au mouvement qui existe lorsqu'un solide se déplace contre la surface d'un autre corps en contact, ou lorsqu'un corps tente de déplacer un autre corps. [22].

Cette norme ne définit pas le frottement, mais comme la résistance tangentielle à l'interface entre deux corps lorsqu'un corps se déplace ou tend à se déplacer par rapport à l'autre sous l'action d'une force extérieure définit le frottement [23].

I.2.2. Les types de frottements:

- **Frottement sec:** Etant donné deux solides en contact et soumis à des forces tendant à leur faire effectuer un glissement relatif, le frottement sec est défini comme l'ensemble des phénomènes qui naissent dans l'interface de contact entre les deux corps en absence de lubrification.
- **Frottement mixte:** C'est un frottement de niveau intermédiaire entre le frottement sec et hydrodynamique : le film du liquide absorbé en surface ou formé par réaction chimique est de faible épaisseur.
- **Frottement fluide :** Les surfaces en mouvement relatif ne sont pas en contact par leurs aspérités par ce qu'elles sont séparées par un épais film de lubrifiant [24].

I.2.3. L'usure :

L'usure est un ensemble complexe de phénomènes, amenant une émission de débris avec perte de masse, de côtes, de forme, et s'accompagnant de transformations physiques et chimiques des surfaces. L'usure est générée par plusieurs mécanismes physiques, chimiques ou mécaniques indépendantes ou non. En fait, l'usure considérée comme un phénomène global est très difficile à décrire du point de vue quantitatif. Il en résulte que les différentes approches théoriques sont faites à partir d'hypothèses simplificatrices tendant à dissocier les processus mis en jeu pour mieux les appréhender [25]. Les études sur l'usure font généralement intervenir un grand nombre de facteurs [26] :

- Mode de contact
- État de surface
- Vitesse
- Charge

I.2.4. Types d'usure :

Nous adoptons ici une classification regroupant les différents types d'usures en grandes familles caractérisées par l'action d'un mécanisme spécifique :

I.2.4.1. Usure abrasive :

Elle se caractérise par la présence d'un état de surface rugueux au niveau de la surface de contact, ou de pénétration dans les matériaux les plus tendres, avec des particules dures provenant de débris d'usure de contact ou associées à une contamination environnementale [27].

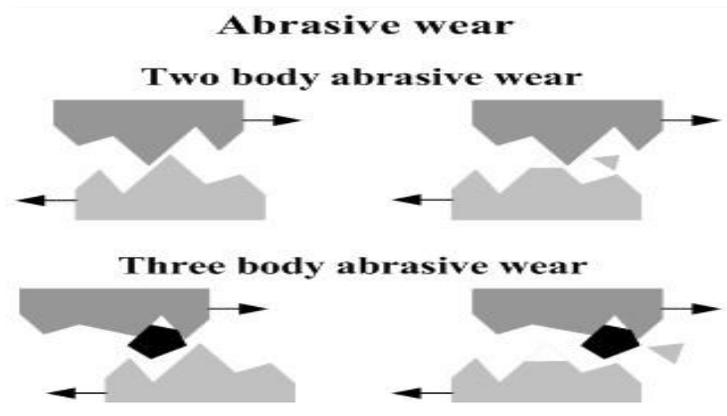


Figure I.10: Usure par abrasive.

I.2.4.2. Usure adhésive :

Est caractérisée par le mouvement de matière d'une des deux pièces à l'autre. Cela se produit lorsque le frottement forme une liaison entre les matériaux au niveau de la bosse [28].

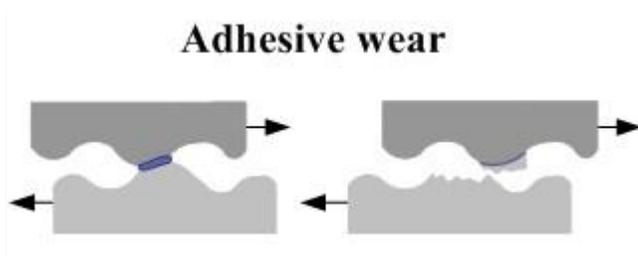


Figure I.11: Usure par adhésion.

I.2.4.3. Usure par fatigue :

Ceci est lié aux effets du mouvement périodique et à la capacité du matériau à absorber l'énergie de déformation et les contraintes thermiques générées par le frottement [29].

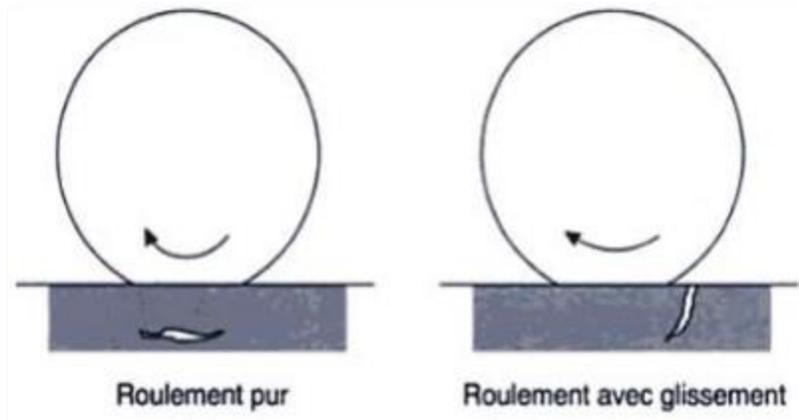


Figure I.12: Usure par fatigue.

I.2.4.4. Usure érosive :

Est un type d'usure dans lequel la dégradation du matériau se produit en raison de l'impact de particules solides ou liquides externes sur la surface du matériau [30].

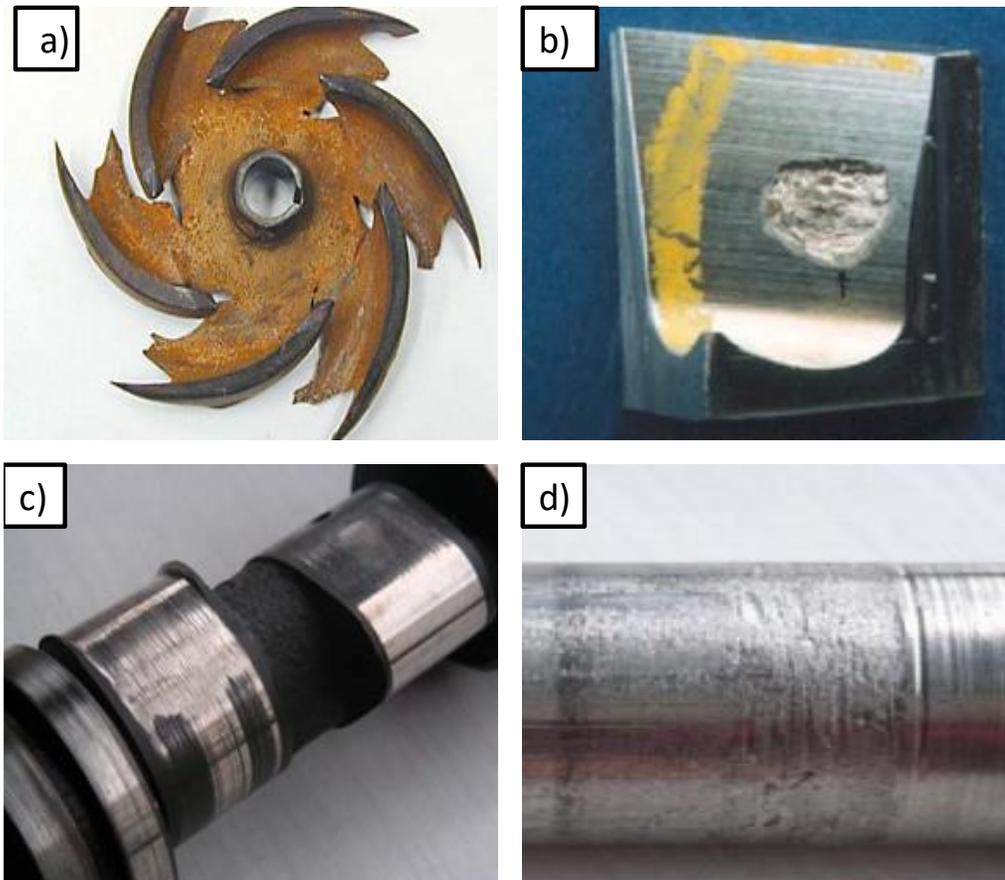


Figure I.13 : différents mode d'usure, a) usure par érosive; b) usure par fatigue.

CHAPITRE II
Bibliographie sur
Les Alliages de
Nickel et
Les Phases MAX

II.1. Alliage de Nickel :

Les SUPERALLIAGES sont des alliages à base de nickel, de fer-nickel et de cobalt généralement utilisés à des températures supérieures à environ 540 °C (1000 °F). Ils ont une structure cubique centrée face (fcc, austénitique). Le Fer, le Cobalt et le Nickel sont des métaux de transition ayant des positions consécutives dans le tableau périodique des éléments. Les superalliages à base de fer et de nickel sont une extension de la technologie de l'acier inoxydable et sont généralement ouvrés, tandis que les superalliages à base de Cobalt et de Nickel peuvent être ouvrés ou moulés, selon l'application/la composition concernée. Le tableau II.1 représente une partie des nombreux Alliages de Nickel disponibles. Les propriétés peuvent être contrôlées par des ajustements dans la composition et par le traitement, et d'excellentes résistances à haute température sont disponibles dans les produits finis [31].



Figure II.1: Pièce élaborée par Alliage de Nickel.

Tableau II.1 : représente les différents alliages de Nickel Ni.

Les alliages de Ni	La composition	Utilisation
Inconel	Nickel- Chrome	Turbine à gaz, les systèmes de combustion
Monel	Nickel- Cuivre	Les échanges de chaleur, les vannes
Hastelloy	Nickel- Molybdène	Les industries chimiques et pétrochimiques
Incoloy	Nickel- Fer- Chrome	Les industries pétrolières et gazières
Nimonic	Nickel- Chrome- Cobalt	Les pièces d'avion, les turbines à gaz

II.1.2. Application

Les superalliages ont été utilisés sous forme coulée, laminée, extrudée, forgée et en poudre. Plaques, tiges, plaques, tubes, arbres, huile d'aviation, disques et récipients sous pression (caisses) sont quelques-unes des formes qui ont été produites. Ces métaux ont été utilisés dans les avions, les turbines à gaz industrielles et minières, les réacteurs nucléaires, les revêtements d'avions, les structures d'engins spatiaux, la production pétrochimique, les restaurations orthopédiques et dentaires et les applications de protection de l'environnement. Bien qu'ils soient conçus pour une utilisation à haute température, certains peuvent être utilisés à basse température, tandis que d'autres peuvent être utilisés à température corporelle [31].

II.1.3. Inconel 601:

L'alliage Nickel-Chrome-Fer 601 d'INCONEL® (UNS N06601/W.Nr. 2.4851) est un matériau technique à usage général pour les applications qui nécessitent une résistance à la chaleur et à la corrosion. Une caractéristique remarquable de l'alliage INCONEL 601 est sa résistance à l'oxydation à haute température. L'alliage a également une bonne résistance à la corrosion aqueuse, a une résistance mécanique élevée, et est facilement formé, usiné et soudé. La composition chimique limite de l'alliage INCONEL 601 est énumérée. La composition est une solution solide cubique centrée sur la face avec un degré élevé de stabilité métallurgique. La base en Nickel de l'alliage, en combinaison avec une teneur en Chrome importante, offre une résistance à de nombreux milieux corrosifs et à haute température. La résistance à l'oxydation est renforcée par la teneur en Aluminium [32].



Figure II.2: Une barre d'Inconel 601

II.2. Historique des phases MAX :

Dans les années 1960, des carbures ternaires stratifiés ont été découverts avec la stœchiométrie M_2AC . Où M est un métal de transition et A est un super métal. Ces phases sont appelées phases H et ont une structure cristalline de type Cr_2AlC et un réseau hexagonal ordonné et dense. Plus tard, avec la synthèse et la caractérisation de Ti_4AlN_3 et la présence de nombreuses phases 312, ce groupe a été étendu et appelé la phase $M_{n+1}AX_n$ (MAX). Où M est le métal de transition initial et A est Ath (principalement Ath). Tableau périodique, groupes 13-16), X est C ou N, n est un nombre entier, généralement égal à 1, 2 ou 3.

Les stœchiométries correspondantes sont communément appelées phases MAX des types 211, 312 et 413.

Le terme « phase MAX » a été inventé à la fin des années 1990 pour désigner une famille de plus de 60 carbures et nitrures ternaires, ainsi nommés en raison de leur formule chimique : $M_{n+1}AX_n$, où M est un Métaux de transition (Titane, Chrome, Zirconne ...), A éléments du groupe A (Silicium, Aluminium, Etain...), et X Azote ou Carbone. L'indice n varie de 1 à 3, et les structures correspondantes M_2AX , M_3AX_2 et M_4AX_3 sont nommées 211, 312 et 413, respectivement [33].

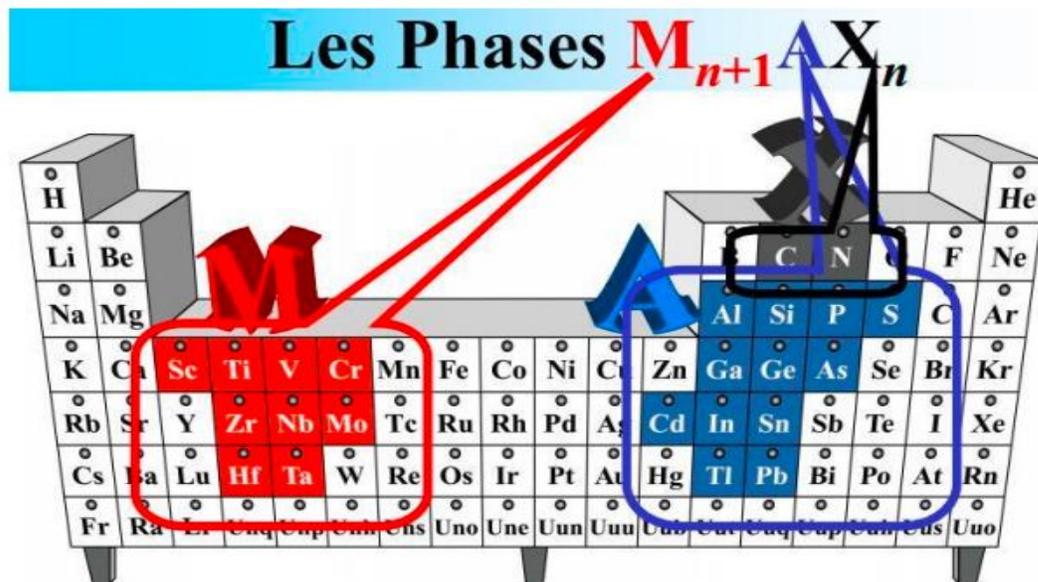


Figure II.3 : Les emplacements des composés des phases MAX

II.2.1.

Structure cristallographique:

Structure en cristal. La phase MAX a une structure hexagonale, et sa figure 16 montre différentes grilles de base selon la valeur de n. La structure 312 (Fig. 1.2.b) peut être décrite comme une superposition d'un plan à un seul atome de l'élément A et d'un plan plus complexe formé par les éléments M et X. L'unité de base de ces plans, le groupe XM₆, est un site octaédrique d'un métal de transition M occupé par un atome de X. La répétition des deux liens communs M dans ces groupes constitue le plan en question. Les différentes structures de ces céramiques se superposent à l'échelle atomique [34].

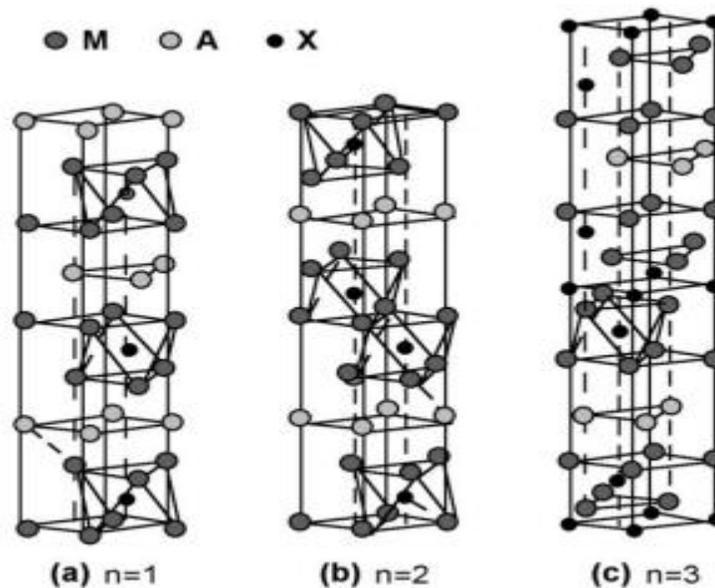


Figure II.4 : Les trois mailles élémentaires des trois structures des phases MAX : (a) structure 211, (b) structure 312, et (c) structure 413 [35]

II.2.2. Microstructure :

La structure générale de la céramique est représentée sur la figure II.5. Il peut être constitué de grains de même phase ou de phases différentes, séparés par des joints de grains. Des défauts liés au processus de production peuvent également exister et fragiliser la structure. Ces défauts sont soit des porosités restant après frittage, soit des microfissures qui apparaissent aux joints de grains lors du refroidissement.

La connaissance de la microstructure (taille des grains) et du type et de la taille des défauts présents à l'origine dans la structure est essentielle, car ces informations peuvent influencer de manière

significative le comportement du matériau (par exemple, le comportement de rupture dans les failles de la croûte) [36].

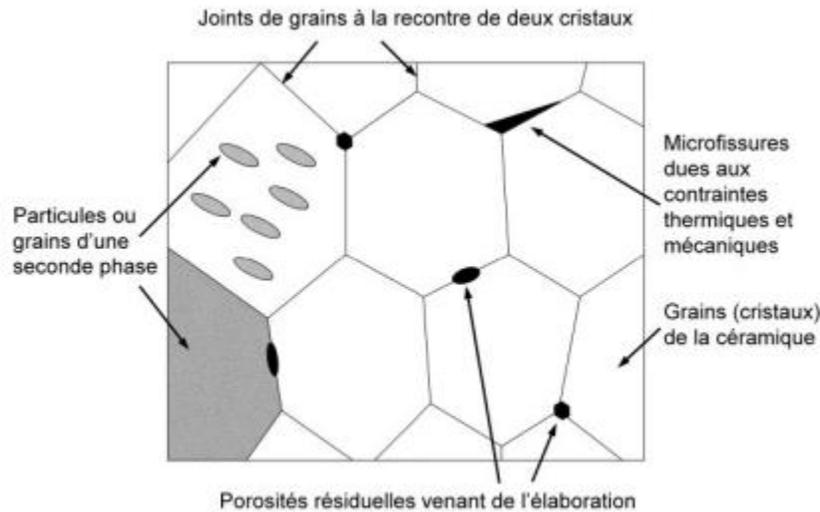


Figure II.5 : Structure générale d'une céramique polycristalline.

II.2.3. Les propriétés :

II.2.3.1. Les propriétés mécaniques :

Bien que les propriétés physiques des phases MX et MAX soient similaires, il existe des différences significatives entre leurs propriétés mécaniques. MX est le solide le plus dur connu. Ils sont fragiles, indestructibles et sensibles aux chocs thermiques. En revanche, la phase MAX est extrêmement résistante aux dommages et aux chocs et fournit les lectures les plus précises [37]

II.2.3.2. Les propriétés électriques :

Les céramiques MAX sont de bonnes conductrices d'électricité :

Leur conductivité est comprise entre $0,37 \cdot 10^6$ et $14,3 \cdot 10^6 \Omega^{-1} \cdot m^{-1}$ correspondent à des valeurs de résistivité ρ comprises entre $0,07 \cdot 10^{-6}$ et $2,7 \cdot 10^{-6} \Omega^{-1} \cdot m^{-1}$, ce qui les place dans le domaine

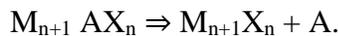
conducteur métallique. Cette propriété les distingue donc de Al_2O_3 , Si_3N_4 ou TiO_2 qui sont des céramiques isolantes ($\rho_{\text{TiO}_2} \approx 10^{10} \Omega \cdot \text{m}$). Comme les métaux, leur conductivité électrique augmente linéairement avec la diminution de la température [38].

La conductivité électrique du Ti_3SiC_2 à température ambiante est $4,5 \cdot 10^6 \Omega^{-1} \text{m}^{-1}$ (i.e. $\rho_{\text{Ti}_3\text{SiC}_2} = 0,22 \cdot 10^{-6} \Omega \cdot \text{m}$ [49]), soit le double de celle du titane métallique. Pour comparaison, la conductivité électrique du TiC est $1,6 \cdot 10^6 \Omega^{-1} \text{m}^{-1}$ (i.e. $\rho_{\text{TiC}} = 0,625 \cdot 10^{-6} \Omega \cdot \text{m}$).

II.2.3.3. Les propriétés thermiques:

Comme la plupart des céramiques techniques, les phases MAX sont de très bonnes conductrices de la chaleur : elles ont une conductivité thermique k d'environ $30 \text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$. Cette valeur est comparable au nitrure de silicium ($k_{\text{Si}_3\text{N}_4} = 25 \text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$) ou à l'oxyde d'aluminium ($k_{\text{Al}_2\text{O}_3} = 32 \text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$) [40]. Avec une conductivité thermique de $34 \text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ à température ambiante, Ti_3SiC_2 est un conducteur thermique comparable au titane métallique ($k_{\text{Ti}} = 31 \text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$). La phase MAX ne fond pas, mais se décompose à haute température. Selon la réaction,

cette décomposition produit des carbures ou des nitrures de métaux de transition et des éléments du groupe A :



II.2.3.4. Resistance à l'oxydation:

La résistance à l'oxydation est nécessaire pour les matériaux susceptibles d'être utilisés dans de l'air à haute température. Les matériaux les plus résistants à l'oxydation sont les oxydes, mais ils présentent l'inconvénient d'être sensibles aux chocs thermiques. La résistance à l'oxydation d'un matériau dépend de sa capacité à former une couche protectrice d'oxyde imperméable sur la surface. Peu d'éléments forment une couche d'oxyde protectrice suffisante pour agir comme une barrière à l'oxydation à des températures supérieures à 1000°C . Les oxydes les plus connus avec 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, à des températures allant jusqu'à 1000°C , leur surface développe une fine couche

d'oxyde de chrome (Cr_2O_3), qui est protectrice et offre une adhérence suffisante. Il est rendu inoxydable en ajoutant du chrome à l'acier [41].

II.2.4. Technique d'élaboration :

Contrairement aux métaux et aux polymères, qui peuvent être coulés, forgés ou usinés, les céramiques sont souvent difficiles à façonner. Seul le verre peut être fondu et la température de fusion est relativement basse. Les matériaux comme l'argile sont également faciles à travailler avec l'ajout d'eau, ce qui les rend malléables.

Cependant, du fait de leurs propriétés réfractaires et de leur extrême fragilité, la plupart des céramiques techniques ne sont pas si faciles à mettre en forme : cette étape est donc réalisée simultanément à la synthèse du matériau dense, selon le principe du frittage. Le principe consiste à utiliser une poudre de base broyée, mélangée puis pressée. Cuisson dans la forme souhaitée et selon différents procédés jusqu'à l'obtention de la pièce finale. Des techniques de pulvérisation peuvent également être utilisées pour obtenir des dépôts de ces matériaux. Cette section décrit brièvement certaines de ces procédures [42]

II.2.5. Ti_3SiC_2

Le ternaire Ti_3SiC_2 fut synthétisé pour la première fois en 1967 par Jeitschko et Nowotny [43] à l'université de Vienne. Peu de temps après, Nickl et al. [44] ont montré que leurs échantillons de Ti_3SiC_2 obtenus par Déposition Chimique par Vaporisation (CVD pour Chemical Vapor Deposition) étaient "anormalement mous" par rapport aux autres carbures. Ils ont également révélé une anisotropie de la dureté : mesurée normalement aux plans compacts elle serait trois fois supérieure à la dureté mesurée parallèlement à ces plans. De par sa structure particulière, cette céramique est isotrope thermiquement et anisotrope mécaniquement [45]. Néanmoins, peu d'études furent menées sur ce matériau avant le début des années 90. A cette période, de nombreuses équipes tentèrent de synthétiser des échantillons de Ti_3SiC_2 denses et monophasés [46]-[47], sans succès : une proportion non négligeable de TiC_x voire de SiC était toujours présente. Tout en essayant d'élaborer du Ti_3SiC_2 pur, Pampuch et al. [48] ont montré que malgré sa faible dureté ($H_v = 6 \text{ GPa}$), cette céramique est plutôt rigide ($E = 326 \text{ GPa}$ et $G = 135 \text{ GPa}$). De

plus, tout comme Goto et Hirai [49] quelques années auparavant, Pampuch et al. ont remarqué que la dureté mesurée sur leur carbure décroissait lorsque la force appliquée augmentait : cette propriété les a amené à qualifier Ti_3SiC_2 de ‘‘céramique ductile’’.

II.2.6. Applications de Ti_3SiC_2

Les phases MAX sont actuellement commercialisées sous forme de couches minces et de revêtements de surface. L'application principale est les contacts électriques. Les contacts électriques et les connecteurs sont souvent la partie la plus faible des systèmes électroniques. En plus d'une bonne conductivité électrique, il doit également être résistant à l'usure, à la température et à l'oxydation. Les surfaces de contact sont généralement plaquées or, mais l'or est cher et ces surfaces ont tendance à s'user. Un revêtement Ti_3SiC_2 peut convenir. La solution de revêtement Ti_3SiC_2 et les matières premières sont relativement peu coûteuses. Les marchés de ces revêtements devraient s'étendre à des domaines tels que la biotechnologie, la protection contre la corrosion et la décoration [50, 51].

Une application potentielle intéressante pour les matériaux en phase MAX se trouve dans le secteur des transports. Comme bon nombre des défis majeurs de la société moderne sont liés à la rareté des combustibles fossiles et à l'augmentation des gaz à effet de serre dans l'atmosphère, les futurs moteurs devront répondre à des exigences d'efficacité nettement plus strictes. De nouveaux matériaux doivent être développés à cette fin, et les céramiques de phase MAX avec Ti_3SiC_2 comme sommet sont de bons candidats. Le premier critère pour ces matériaux de moteurs modernes est la résistance au feu, car l'efficacité d'un moteur est proportionnelle à sa température de fonctionnement. Le deuxième critère le plus important est la densité. Parce que même une petite réduction de poids peut économiser beaucoup de carburant.

II.2.7. Décomposition de Ti_3SiC_2 (in-situ TiC) :

Racault et al. [52] ont été les premiers à signaler la décomposition du Ti_3SiC_2 en TiC_x et en Si gazeux. Ils ont observé que cette réaction était accélérée par la présence de carbone. La

décomposition se produit à 1450 °C dans les creusets en alumine, mais à 1300 °C dans le graphite. Cela a été rapporté par Radhakrishnan et al. Confirmé. [53] Peu de preuves de décomposition ont été observées, même si le même traitement jusqu'à 1800 °C dans un four avec des éléments chauffants en tungstène peut provoquer une décomposition. ElRaghy et al. [54] ont essentiellement confirmé ces résultats et ont proposé un processus de carburation comme suit :



Où $x > 0,8$.

Gao et al. [55] ont rapporté que Ti_3SiC_2 se décompose en Si et TiC dans la plupart des atmosphères de four à des températures supérieures à 1350 °C. La pression partielle de Si dans l'atmosphère du four était importante pour maintenir la stabilité de Ti_3SiC_2 . Les mêmes auteurs [56] ont observé la tendance de Ti_3SiC_2 à se décomposer en TiSi_2 à des températures élevées lors du frittage par plasma étincelant (SPS) de poudres Ti/Si/TiC.

Lan chen et al [57] ont fabriqué des nano composites à base d'un alliage de nickel (In625) et de carbure de titane (TiC) par fusion sélective au laser. Ils ont étudié l'effet de la puissance du laser sur la densité, la microstructure, la dureté et l'usure des nano composites. Ils ont trouvé que la puissance du laser influençait la fusion des particules, la croissance des dendrites et la distribution de la phase TiC. L'ajout de nanoparticules de TiC a diminué la densité des composites TiC /IN625 en raison du point de fusion plus élevé du TiC.

Wenqiang Hu et al [58] on fabrique unecomposite inconel 718 Composition nominale Ni balance Fe Cr Nb Mo Ti Al C S et Ti_2AlC en utilisant la technique de hot pressing a temperature 1200 1h pour fabriquer cet alliage L'objectif de leur étude était d'investiguer l'effet des ajouts de précurseur de Ti_2AlC (5%, 10%, 15% en volume) sur la microstructure et les propriétés mécaniques des composites TiC/In718 Les composites TiC/In718 produits présentent d'excellentes propriétés mécaniques à haute température. A température ambiante, le composite TiC/In718 (contenant 5% en volume de Ti_2AlC) a atteint une résistance à la traction plus élevée de 1410 MPa. À 700 °C, la limite d'élasticité (YS) et la résistance à la traction ultime (UTS) des composites TiC/In718 diminuent à 930 MPa et 1010 MPa, respectivement, augmentant d'environ 19,2 % et 14,6 % par rapport à In718. Même juste l'alliage correspondra. les resulta La fusion de

l'alliage In718 à haute température a entraîné l'intercalation de Ti_2AlC et la formation de particules ultrafines de TiC in situ.

Des composites à matrice métallique Ni/ TiC ont été produits avec succès par fabrication laser directe (DLF) avec respectivement 20, 40 et 60 % en volume de TiC [59]. L'effet de la teneur en TiC sur la composition de la phase, la microstructure, la microdureté et la résistance à l'usure des produits de réaction a été étudié. Les résultats ont montré que le composite était constitué de phases TiC et Ni, suggérant que TiC a été synthétisé par une réaction in situ. De plus, la microdureté et la résistance à l'usure des composites ont été améliorées à mesure que la taille des particules de TiC augmentait avec l'augmentation de la teneur en TiC .

N. Chiker et al [60] ont étudié la microstructure et comportement tribologique élaboré à partir de renfort Ti_3SiC_2 à base d'une matrice de nickel par microscopie électronique à balayage (MEB), diffraction des rayons X et spectroscopie Raman. Ils ont préparé un composite Ni / Ti_3SiC_2 par frittage naturel à $1080^{\circ}C$ pendant 4h. Leurs résultats montrent que la phase Ti_3SiC_2 a totalement décomposé en TiC et le Si a diffusé dans la maille de Ni en formant la solution solide Ni(Si,Ti) et l'intermétallique $Ni_3(Si,Ti)$. La dureté des composites NTSC a augmenté linéairement en fonction de la teneur en Ti_3SiC_2 jusqu'à 20 poids (une amélioration de 250%). L'amélioration de cette dernière a été attribuée à la formation de la phase dur TiC . Aussi tous les composites TiC -Ni(Si, Ti) présentaient une meilleure résistance à l'usure que Ni pur ; l'ajout de particules Ti_3SiC_2 a également eu un effet bénéfique sur les performances tribologiques de ces composites contre l'acier (100Cr6). Les surfaces usées des composites élaborés sous toutes les charges appliquées sont caractérisées par la présence d'un tribofilms lubriques Fe_3O_4 - Fe_2O_3 .

CHAPITRE III

Partie

Expérimentale

II.1. Introduction :

Le but de notre travail est d'étudier le développement du composite MAX/inc601 par compaction uniaxiale à froid et traitement thermique.

Sur la base des travaux réalisés, plusieurs techniques expérimentales ont été réalisées pour élaborer des composites (Inc601- Ti_3SiC_2), tels que : le choix de la poudre, homogénéisation, mise en forme, frittage.

Pour caractériser les échantillons élaborés, plusieurs techniques ont été mises en œuvre comme : la diffraction des rayons X (XRD), la microscopie optique (MO), les tests de dureté Vickers et la tribologie.

III.1.1. Préparation des échantillons :

III.1.1.1. Les poudres utilisées :

Pour la matrice, on a utilisé des différentes poudres pour former un alliage à base de nickel Inc601 (Tableau III.1). Concernant le renfort, on a utilisé une poudre de type Phase MAX (Ti_3SiC_2).

Tableau III.1 : composition chimique de l'alliage Inc601.

Composition	Ni	Cr	S	Mn	Al	C	Cu	Si	Fe
Inc601 [61]	58-63	22	0,015	1	1-1,7	0,1	1	0,5	balance
Inc601 [notre étude]	63	22	0,015		2	0,1	2		10,885

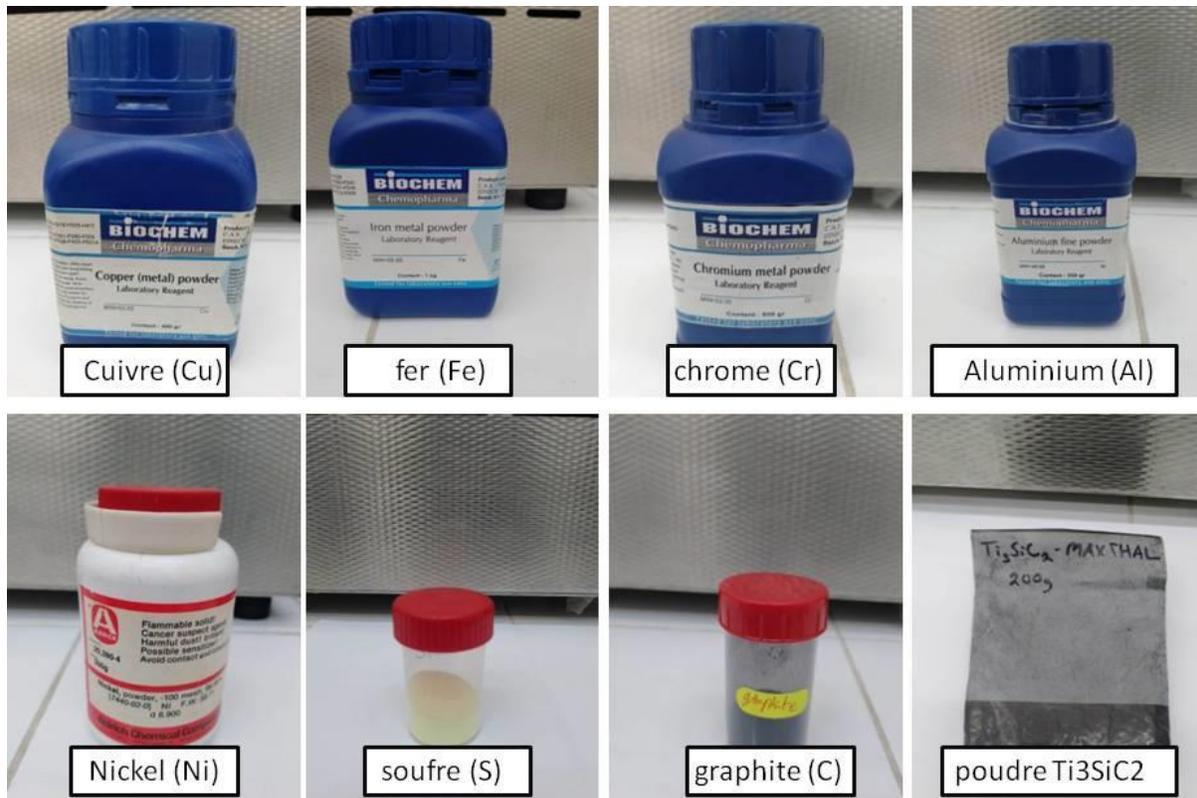


Figure III.1 : les poudres utilisées.

III.1.1.2. La pesée des poudres :

On a fait la pesée des poudres à l'aide d'une balance de précision de 10^{-4} (Figure 2) au niveau du laboratoire étudié et recherche en technologie Industrielle LERTI (Département de génie mécanique, université de Blida 1)



Figure III.2 : Balance de précision 10^{-4} g

III.1.1.3. Broyage des poudres de l'alliage inc601 :

Le broyage de la poudre d'alliage inc601 a été réalisé à l'aide d'un broyeur a boulets (figure III.3) pendant 10 heures au niveau de laboratoire des matériaux (département de génie des procédés, université Blida 1).

Le broyage a pour but de modifier la taille des particules, la forme des particules et la surface de matières solides.



Figure III.3: broyeur à boulets (MLW-Allemagne)

III.1.2. Elaboration des échantillons :

Nous avons fait varier les pourcentages de poudre pour obtenir plusieurs composites afin d'observer l'effet de l'ajout de renfort (Ti_3SiC_2) sur la matrice Inc601. Le tableau III.1 représente les différentes compositions des échantillons élaborés.

Tableau III.1 : Composition des échantillons élaborés.

Ech	Inconel 601		Ti3SiC2		Nomination
	(% en poids)	m (g)	(%en poids)	m(g)	
1	100%	7	–	–	Inc100
2	95%	6,65	5%	0,35	TSC5
3	90%	6,3	10%	0,7	TSC10
4	85%	5,95	15%	1,05	TSC15
5	80%	5,6	20%	1,4	TSC20

III.1.2.1 Homogénéisation:

Le mélange ou bien l'homogénéisation des poudres a été fait manuellement en utilisant des boites en plastic fermé contenant des billes d'acier 100cr6 pendant 3h.

III.1.2.2. Mise en forme :

Après la pesée et le mélange de la poudre on la met dans un dispositif de compactage d'un diamètre de 20 mm afin de mettre les échantillons sous forme de pastilles, en appliquant une pression de 8 Tonnes pendant 1 minute.

Cette opération a été fait au niveau du laboratoire LERTI – (Département de génie mécanique université Blida 1).



Figure III.4 : Presse hydraulique uniaxiale de type SPECAC

III.1.2.3. Frittage :

Après le compactage on a placé les pastilles sur un port échantillons en graphite (figure5).



Figure III.5 : port échantillons en graphite

Le frittage à été réalisé sans charge (frittage naturel) à une température de 1200 °C pendant 2h sous atmosphère contrôlé (Argon) au sein de la société ALGESCO, guerouaou Blida.

Le cycle thermique de traitement est représenté dans la Figure 6

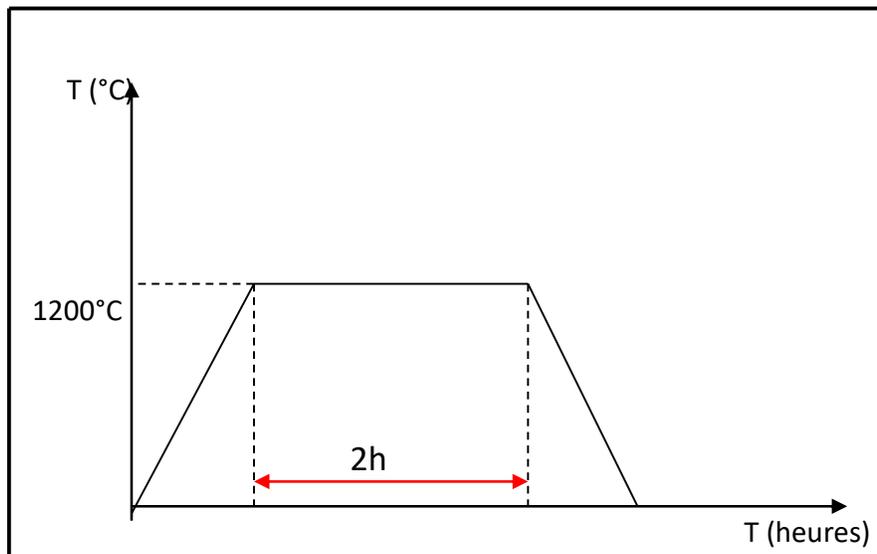


Figure III.6: le cycle thermique du traitement



Figure III.7 : les pastilles après frittage

III.1.3. Préparation métallographique:

III.1.3.1 Polissage :

Après traitement thermique, les échantillons ont été soumis à une opération de polissage manuel. Pour obtenir un bon état de surface, les échantillons doivent être soigneusement meulés et polis avant de pouvoir être examinés au microscope. Pour cela nous utilisons des quantités croissantes de papier abrasif (de 80 à 1200), après cela les échantillons ont subi une opération de finition à l'aide d'une solution diamantée (3, 1 et 0.25 μm).



Figure III.8 : Les solutions diamantées de (0,25, 1 et 3 μm)

III.1.3.2. Microscopie optique MO:

Pour l'observation microstructurale de nos échantillons, nous avons utilisé un microscope optique de type Nikon Eclipse LV150N équipé d'une caméra reliée à un ordinateur pour acquérir et enregistrer les micrographies observées.

La microscopie optique a été faite au sein de laboratoire LERTI – (Département de génie mécanique université Blida 1).

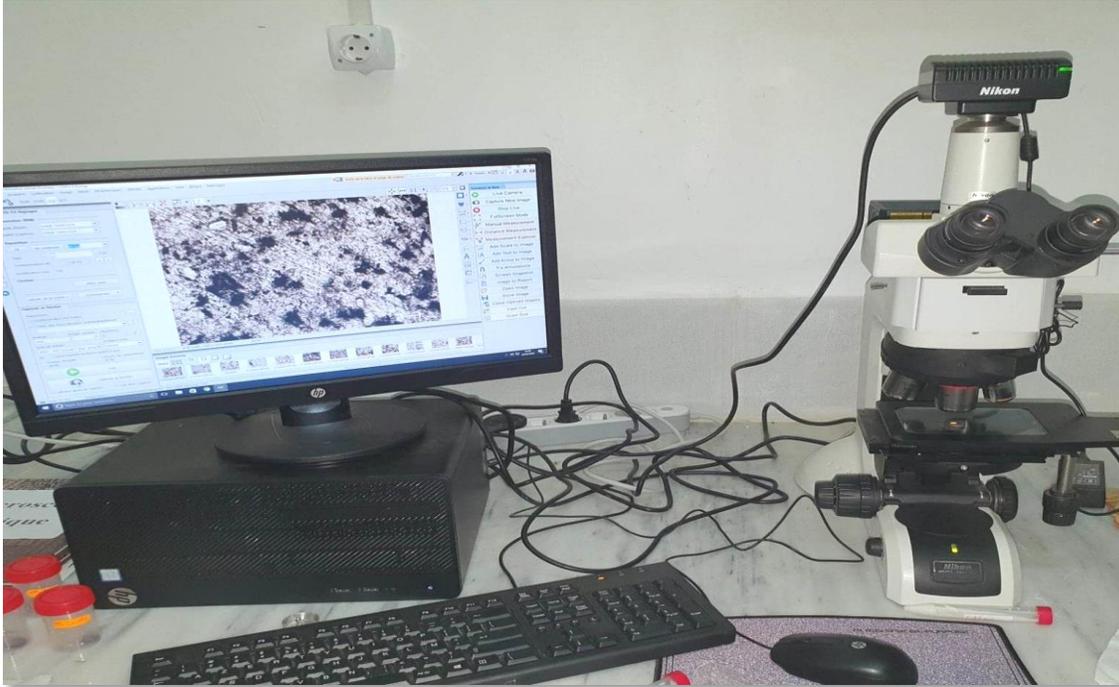


Figure III.9 : Microscope optique NIKON Eclipse LV150N.

III.1.3.3. Dureté Vickers :

Les mesures de dureté Vickers ont été réalisées sur les différents échantillons à l'aide d'un duromètre de type INOVATEST Nemesis 9100 ; la charge appliquée a été de 5 kgf pendant 10s. L'appareil est équipé d'un système qui mesure automatiquement les deux diagonales de l'empreinte.

Pour chaque échantillon, on a pris la moyenne de cinq mesures de dureté, dans le but de toucher tous les régions de chaque échantillon, et avoir une idée sur l'homogénéité de composite élaboré.

Cette opération a été faite au niveau de laboratoire LERTI – (Département de génie mécanique université Blida 1).



Figure III.10: Duromètre de type INNOVATEST Nemesis 9100.

III.1.3.4. Analyse par diffraction des rayons X (DRX) :

La technique d'analyse par diffraction des rayons X est basée sur l'interaction élastique entre un faisceau de photons X monochromatiques et un matériau cristallin. La source de rayons X est constituée d'un tube scellé avec une anticathode en Cuivre. Pour que la diffraction des photons X soit mesurée, l'incidence du faisceau par rapport aux plans atomiques doit avoir lieu sous un angle particulier

Il faut que les ondes réfléchies soient en phases de sorte à interférer de manière constructive pour ensuite être mesurées par le détecteur.

Les conditions nécessaires à interférence constructive sont données par la loi de Bragg :

$$2d\sin \theta = n\lambda \dots \dots \dots \text{III.1.}$$

Ou :

λ : la longueur d'onde du rayonnement diffracté

n : indice de diffraction

d_{hkl} : la distance interticulaire du plan cristallographique correspondant

θ : angle qui est mesuré à partir de plan.

Le diffractomètre est contrôlé par un micro-ordinateur contenant un logiciel pour contrôler, stocker et traiter les résultats. Dans notre analyse, nous avons scanné des angles de diffusion 2θ sélectionnés dans l'intervalle 10° – 85° avec un pas de $0,02^\circ$ et 1s par pas.

La caractérisation par DRX de nos échantillons a été réalisée avec un diffractomètre de marque RIGAKU (figure III.11) au sein du centre d'appui technologique et d'innovation Université Blida 1.



Figure III.11 : Diffractomètre des Rayons X de type RIGAKU.

III.1.3.5. Essais de tribologie :

Tribomètre "bille sur disque" : C'est un test qui consiste à stimuler le système tribologique en mettant en contact les surfaces de deux antagonistes en les frottant l'une contre l'autre. Le disque est entraîné en rotation à une vitesse ω en appliquant une charge normale F_N sur un axe fixe. A partir de là, nous pouvons déterminer le coefficient de frottement μ , c'est-à-dire (force normale/force tangentielle), le taux d'usure WR "taux d'usure" par gravimétrie.

Le chargement se fait par gravité au-dessus du tribomètre à l'extérieur de l'appareil, grâce à un bras de levier équipé d'un contrepoids qui équilibre le poids de l'arbre. Une vérification directe de la valeur de charge normale consiste à placer le capteur de pression de traction directement entre la goupille et le disque avec l'assemblage approprié. La composante tangentielle de la force du cadran est mesurée par un transducteur de force et la température du disque est mesurée par un thermocouple monté au centre sur la face inférieure du disque.



Figure III.12 : tribomètre type ANTON PAAR TRB3 CSM, switzerland.

Les essais tribologiques ont été réalisés au niveau du laboratoire LERTI – (Département de génie mécanique université Blida 1). en configuration bille/disque à l'aide d'un tribomètre de type **ANTON PAAR TRB3 CSM, switzerland** avec les paramètres ci-dessous :

Reciprocating test sur une trajectoire de 4mm

Vitesse de glissement : 7 cm/s

Distance de glissement : 150 m
Charge normale : 1N, 5N, 10 N
Bille d'acier 100Cr6 (62 HRC)

III.1.3.6. Profilométrie 2D :

Pour calculer le volume d'usure des échantillons, des mesures supplémentaires doivent être effectuées sur l'échantillon L'analyse a été effectuée à l'aide d'un profilomètre 2D.

Cet appareil permet une analyse en 2D grâce au logiciel d'analyse.
Le taux d'usure dans le système de contact étudié (inc601/Ti₃SiC₂), se rapporte à l'usure combinée des deux corps antagonistes. Le taux d'usure est exprimé par le volume de la matière usée rapporté à la distance de glissement totale parcourue et à la charge appliquée au contact équation III.2. Le volume d'usure est calculé ont multipliant la surface de la trace d'usure déterminé par le profilomètre 2D par la distance de la trajectoire du reciprocated test (qui est 4mm dans notre cas).

$$W = V / F \cdot d \dots\dots\dots \text{III.2.}$$

Où

- W : représente le taux d'usure (mm³ /N/m)
- V : Volume d'usure (mm³),
- F: la force normale du contact (N)
- d : la distance totale parcourue (m).

CHAPITRE 4

Interprétation

Et Résultats

IV.1. Introduction :

Notre travail consiste à étudier composite de type MAX/inconel, le (Inc601/Ti₃SiC₂). Après avoir décrit les différents techniques expérimentaux utilise dans notre étude, ce chapitre regroupe les résultats portant sur l'élaboration et la caractérisation microstructurale de ce composite.

IV.1.1. Analyse par diffractions des rayons X (DRX) :

La figure IV.1 représente les diffractogrammes des rayons X des poudres de Ni et de la phase MAX Ti₃SiC₂. Ou on peut voir que cette dernière contient une petite quantité de la phase TiC.

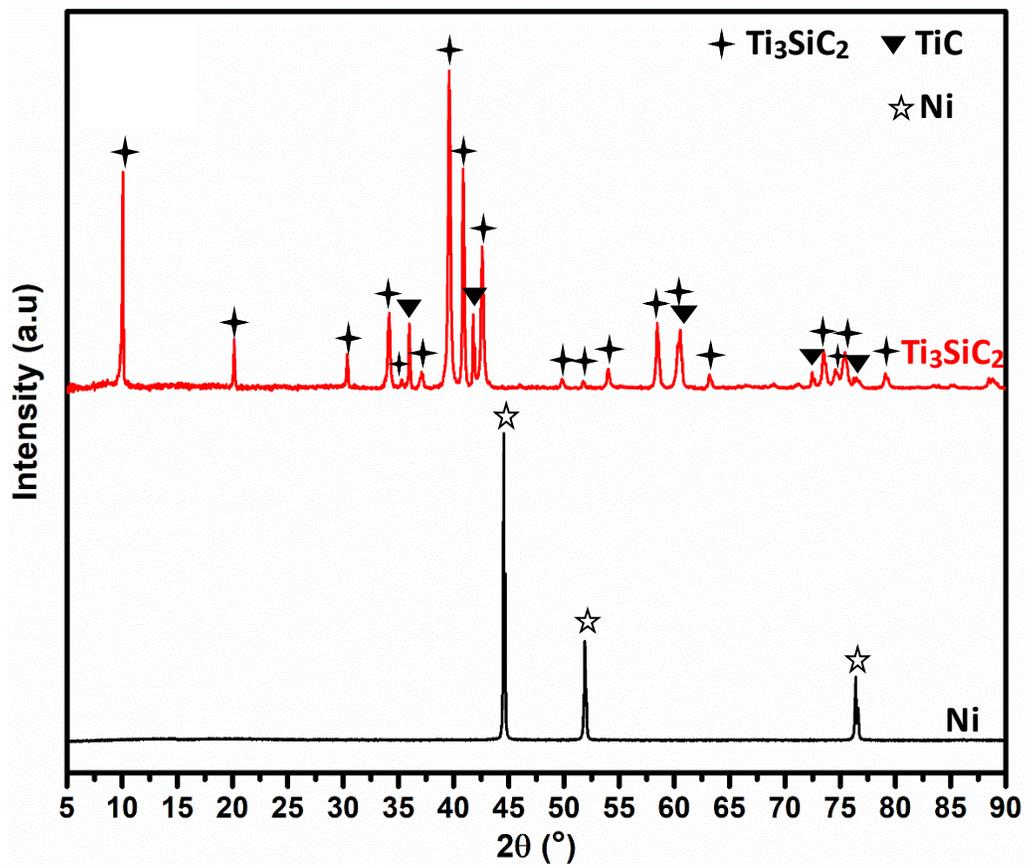


Figure IV.1 : Diffractogrammes des rayons X des poudre de Ni et de la phase MAX Ti₃SiC₂.

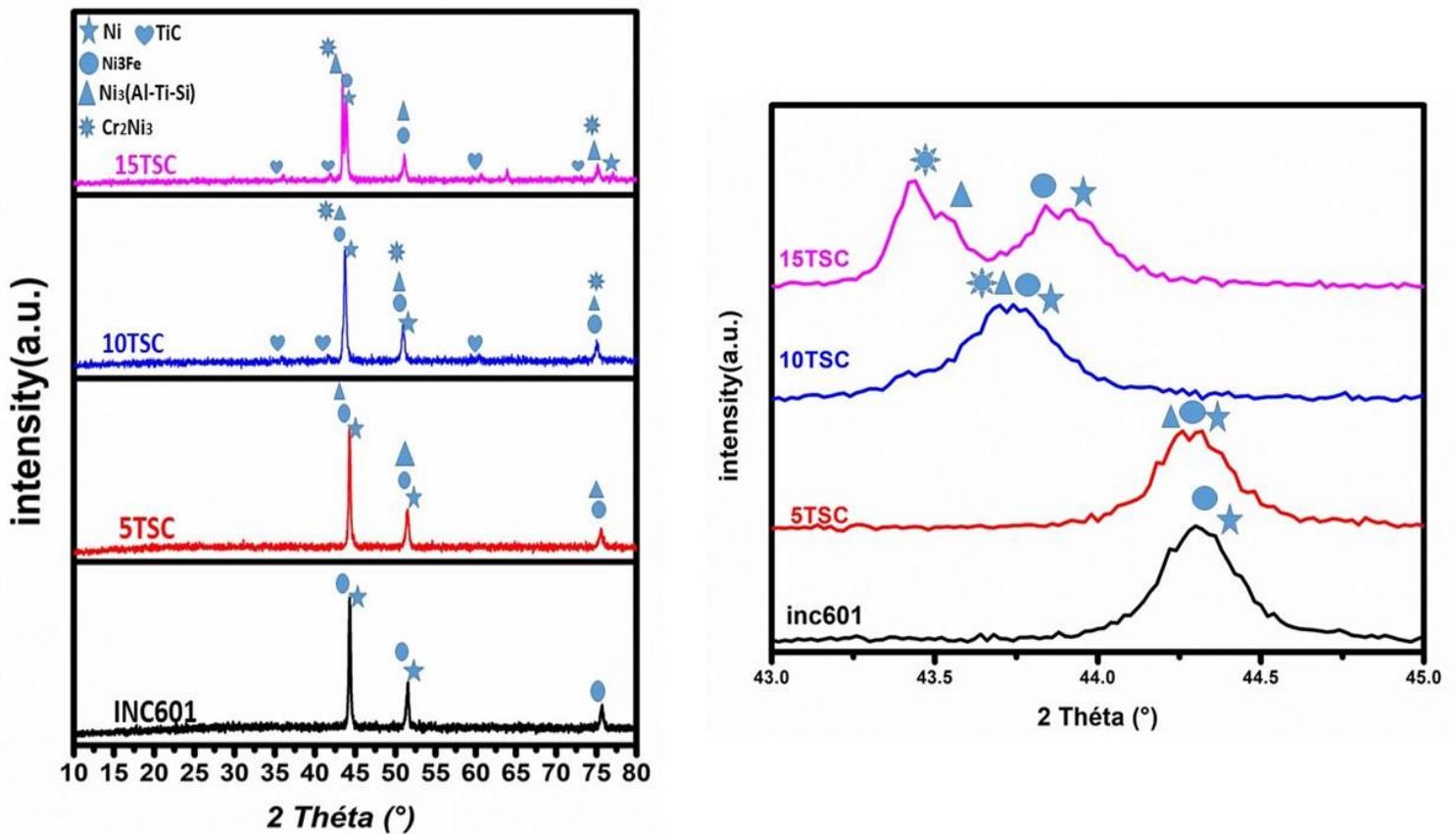


Figure IV.2 : a) Diffractogrammes des rayons X d'inc601 et des composites inc601\ Ti₃SiC₂ (5TSC, 10TSC, 15TSC) , b) la région entre 43° et 45° dans a).

Nous constatons un pic de nickel dans les courbes de tous les échantillons, ce qui n'est pas étonnant. Cependant, d'autres phases ont été identifiées pour tous les échantillons. L'intermétallique γ -Ni₃Fe est présent dans tous les diffractogramme indiquant qu'à 1200°C la quantité de Fe dans les échantillons est suffisante pour former l'intermétallique γ -Ni₃Fe. Pour tous les composites, aucun pic de la phase Ti₃SiC₂ a été identifié ; ce qui implique la décomposition totale de cette dernière, en donnant lieu à la formation d'une nouvelle phase identifiée comme le Carbure de titane TiC. Lorsque Ni entre en contact avec les particules Ti₃SiC₂, la bonne affinité entre Ni et Si induit la désintercalation de Si à partir de la phase Ti₃SiC₂ le long de la plans basaux, conduisant à la formation de TiC (équation IV.1)[62].

Ti₃SiC₂ + Ni → TiC + Ni (Si, Ti)IV.1.

Le Si et le Ti issue de la décomposition de Ti₃SiC₂ a diffusé dans la maille de Ni avec l'Al présent dans l'Inc601 en formant l'intermétallique Ni₃(Ti,Si,Al) [63]. Présence de intermétallique γ' -Ni₃(Al,Ti), qui est le principal précipité dans les superalliages à base de nickel et possède des propriétés mécaniques exceptionnelles [64, 65, 66]. Pour les échantillons TSC10 et TSC15 un nouveau composé a été formé (Cr₂Ni₃).

La figure (IV.2.b) montre l'emplacement du pic principale du Ni [43-45°]. Selon la littérature, le pic principal de Ni pur est présent à 44.55 (Figure IV.1). On peut constater que le pic de nickel dans l'Inc601 est présent à 44.34° ; on remarque aussi que le pic de Ni déplace vers des angles inférieurs à mesure que la teneur en Ti₃SiC₂ augmente. On suppose que la diffusion des (éléments d'addition et les éléments issue de la décomposition de Ti₃SiC₂) dans la maille de Ni est la principale raison de ce changement. Vu que, le Ti, Si et Al ont des rayons atomiques (0,147 nm), (0,146 nm) et (0,143 nm) respectivement sont plus grand que celui de Ni (0,124 nm), donc après diffusion il aura un changement de paramètre de la maille de Ni ; plusieurs recherche ont montrés que quand on a un changement (agrandissement) de paramètre de maille les pics de DRX de ces phases déplacent vers des angles inférieurs [60].

IV.1.2. Microscope optique MO :

Les figures IV.3-7) représentent les observations réalisées par la microscopie optique sur les échantillons élaborées.

La figures IV.3 illustre les micrographies optique de l'inc601 et des composites inc601\Ti3SiC2 ; en particulier la figure 14, inc601 montre une phase de forme irrégulière (phase bleu claire) identifiée comme Ni₃Fe (selon la DRX) présent dans la matrice de Nickel (région blanc), porosité (région sobre).

Les figures IV.4-7 montrent des micrographies optiques de TSC5, TSC10, TSC15 et TSC20 respectivement. A noter, la présence d'une nouvelle phase identifiée comme TiC (phase grise) est clairement visible.

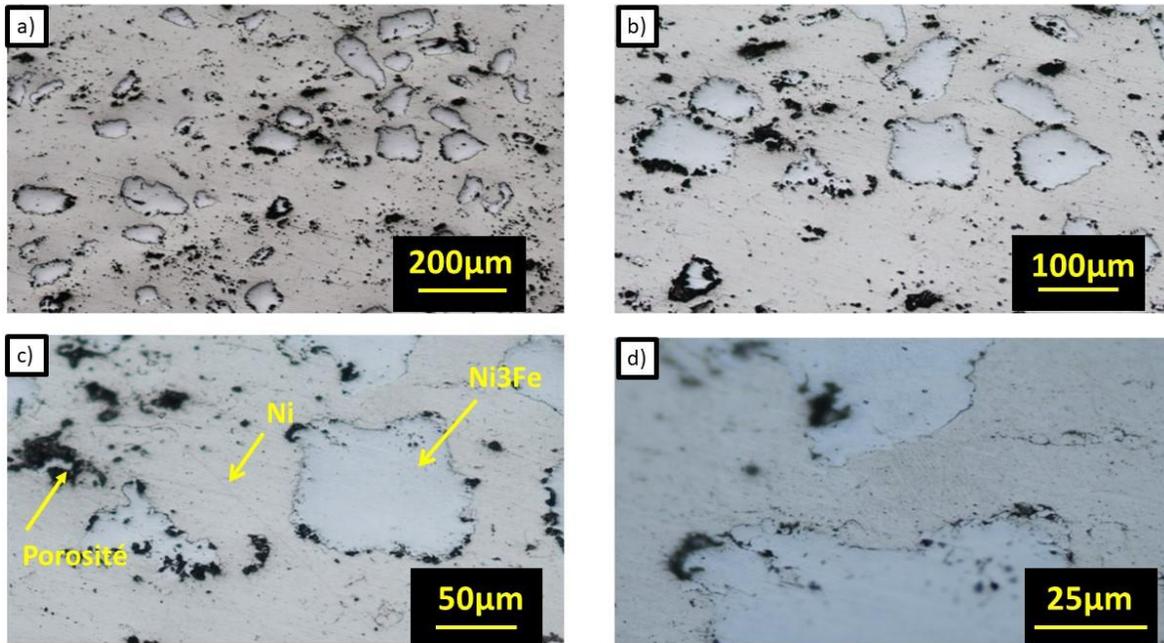


Figure IV.3 : Microscopies optiques de l'inc601 avec différents agrandissements.

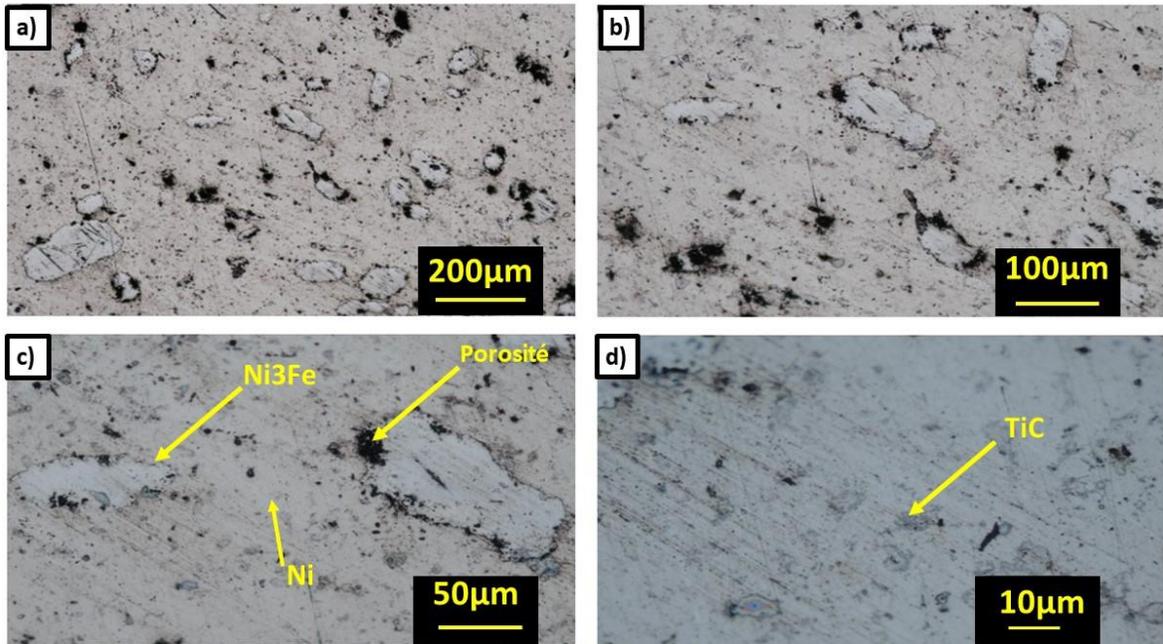


Figure IV.4 : Microscopie optique de composite inc601/Ti3SiC2 (TSC5) avec différents agrandissement.

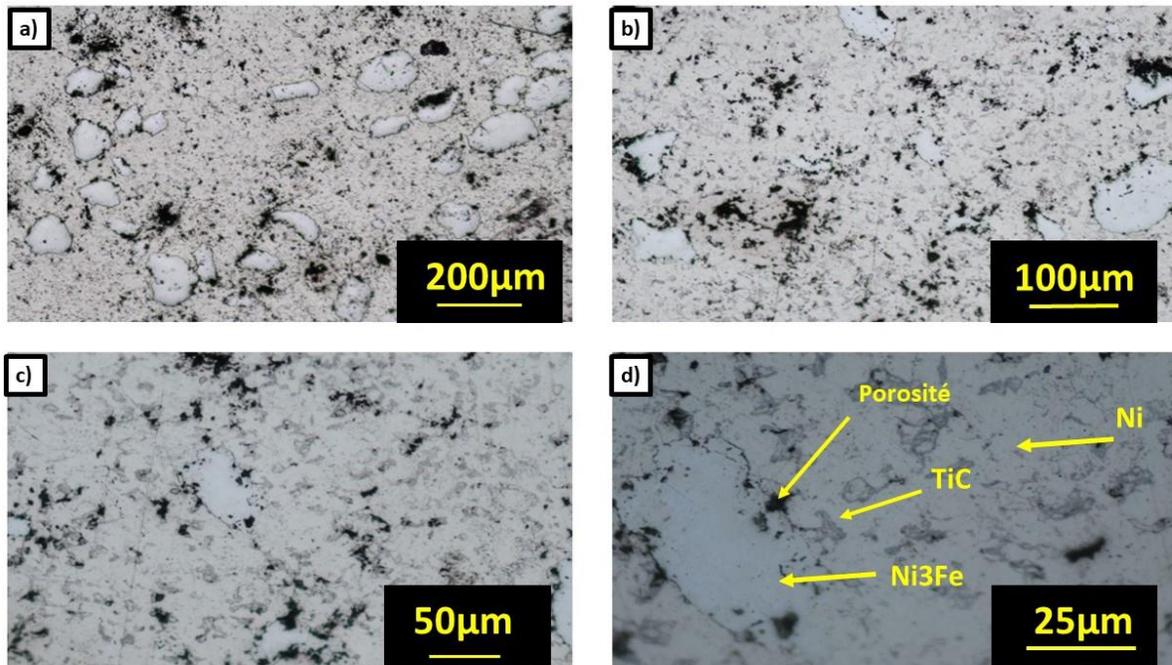


Figure IV.5 : Microscopie optique de composite inc601/Ti3SiC2 (TSC 10) avec différents agrandissements.

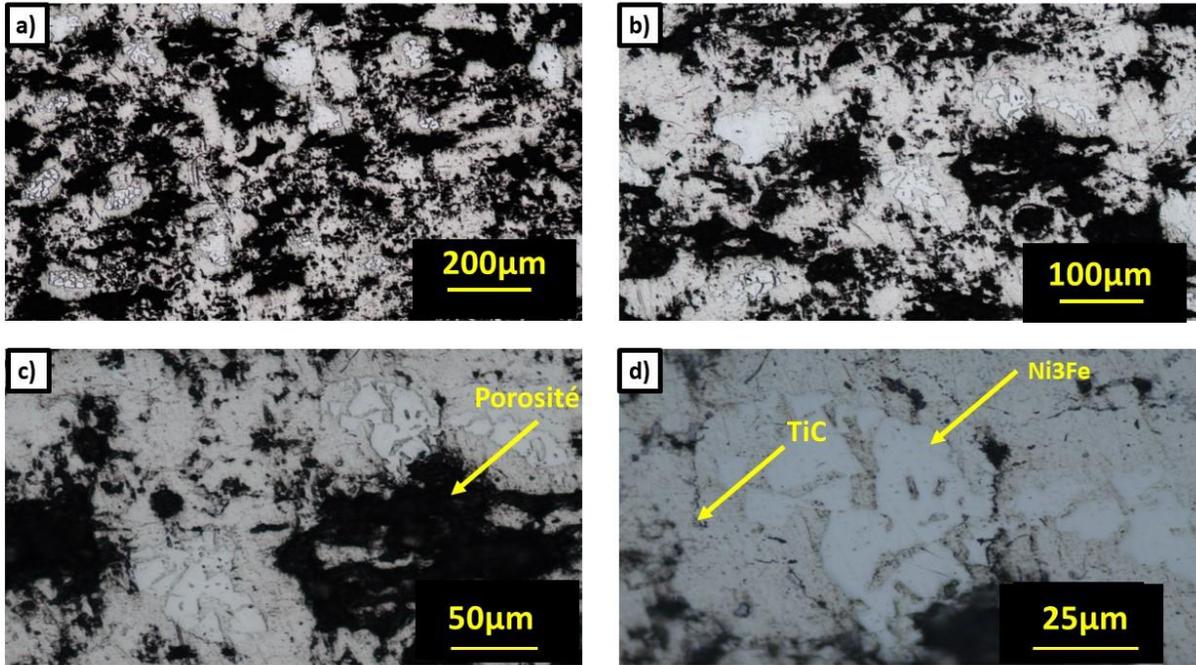


Figure IV.6 : Microscopie optique de composite inc601/Ti₃SiC₂ (TSC 15) avec différents agrandissements.

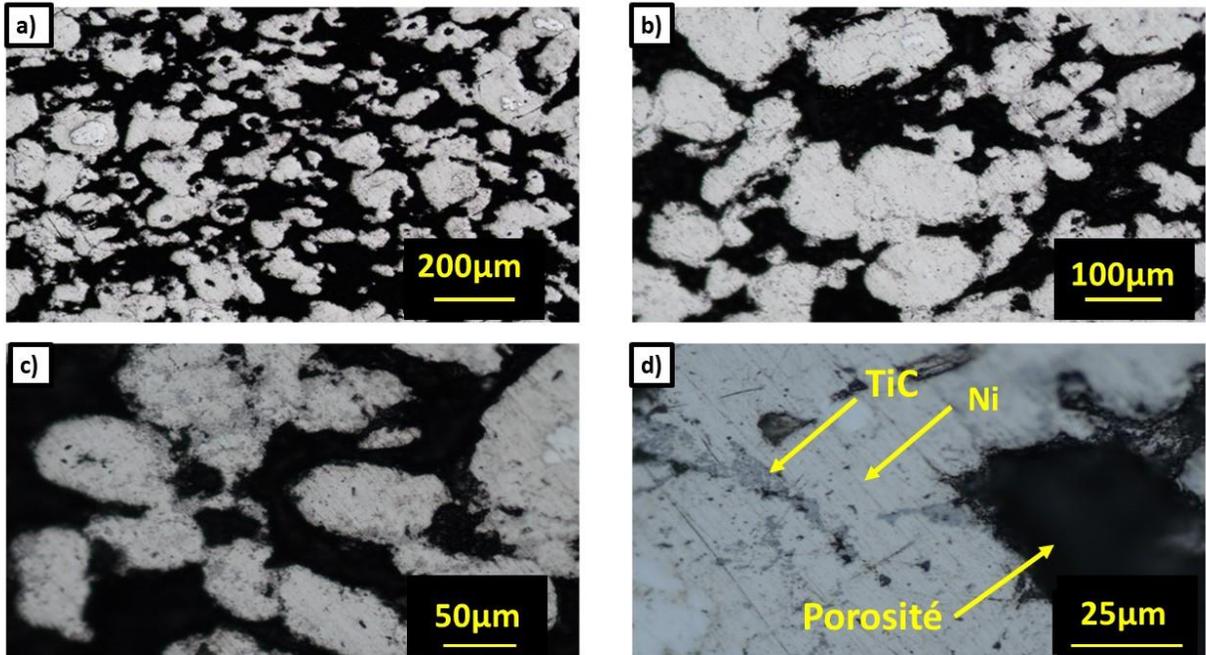


Figure IV.7 : Microscopie optique de composite inc601/Ti₃SiC₂ (TSC 20) avec différents agrandissements.

On peut constater que le taux de porosité et la quantité de TiC augmentent avec l'augmentation du taux de renfort (Ti_3SiC_2). Pendant la décomposition de Ti_3SiC_2 à TiC dur, le volume global du matériau peut subir un rétrécissement. L'ampleur de la diminution du volume dépendra de facteurs tels que la température, le temps et la voie de décomposition spécifique.

IV.1.3. La dureté Vickers :

Les valeurs de duretés des échantillons élaborés sont introduites dans le tableau IV.1 :

Tableau IV.1 : Valeurs de dureté Vickers des échantillons élaborés.

Echantillons	(HV5) ₁	(HV5) ₂	(HV5) ₃	(HV5) ₄	(HV5) ₅	(HV5) _{moye}
Inc601	81,52	70,71	77	80,97	80,61	78,162
TSC5	89,12	80,58	85,09	85,59	80,23	84,122
TSC10	54,40	54	49,71	55,20	50	52,662
TSC15	45,45	42,92	43	50,78	40	44,43

La figure IV.8 montre la variation de dureté en fonction de pourcentage du renfort (Ti_3SiC_2).

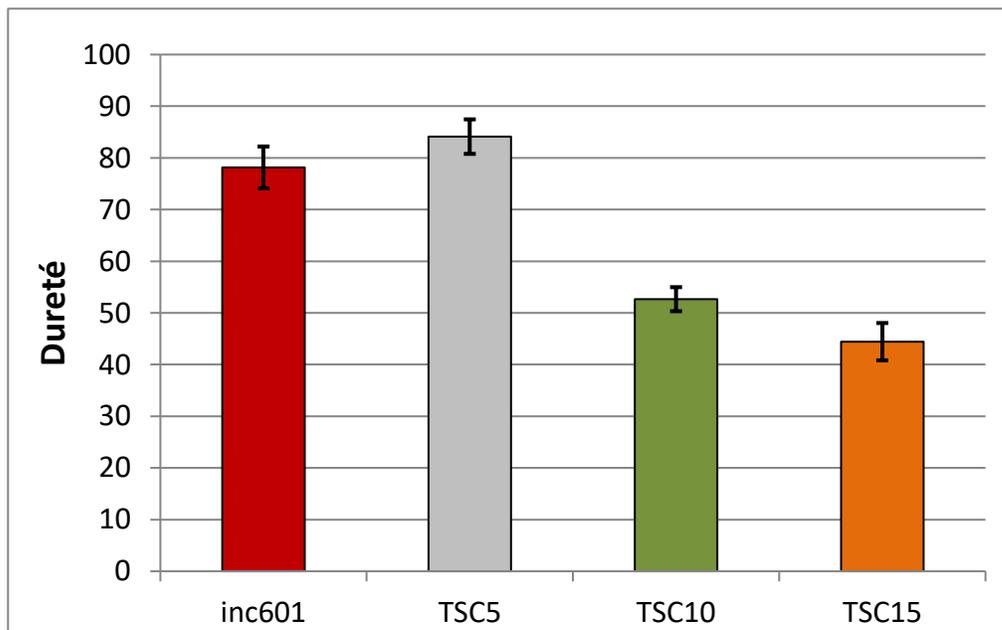


Figure IV.8: Dureté Vickers des échantillons élaborés.

D'après ces résultats, on remarque que l'échantillon TSC5 a montré la plus grande valeur de dureté ; cette augmentation est probablement dû à la formation de l'intermétallique $\text{Ni}_3(\text{Ti},\text{Si},\text{Al})$ et le carbure de titane non détecté par la DRX.

Avec l'augmentation de quantité de renfort 10 à 15%, on observe une chute graduelle de dureté malgré la présence d'une grande quantité de la phase dure TiC ; ce phénomène est du probablement à la présence d'une grande quantité de porosité (observé par microscopie optique).

Les valeurs de dureté de l'échantillon TSC20 ne sont pas montrées dans le tableau IV.1. Cet échantillon a montré des valeurs de dureté non uniforme, à cause du taux élevé de porosité.

IV.1.4. Essai de tribologie:

La figure IV.9 montre la relation entre μ et la distance de glissement, jusqu'à 150 m sous différentes charges appliquées (1, 5 et 10 N) pour les différents échantillons élaborés.

On peut observer que la courbe du coefficient de frottement (μ) présente des fluctuations variables d'un échantillon à l'autre. Cela pourrait être attribué au contact cohésif intense entre la bille d'acier 100Cr6 et la matrice d'Inc601. [67]

D'après la figure (IV.10), le coefficient de friction μ de la paire inc601/acier se varie entre 0,15 et 0,8. Cependant, le μ des trois composites TSC varie entre 0,3 et 0,9, il indique que le μ de ces composites sont très sensibles à la quantité de TiC in-situ.

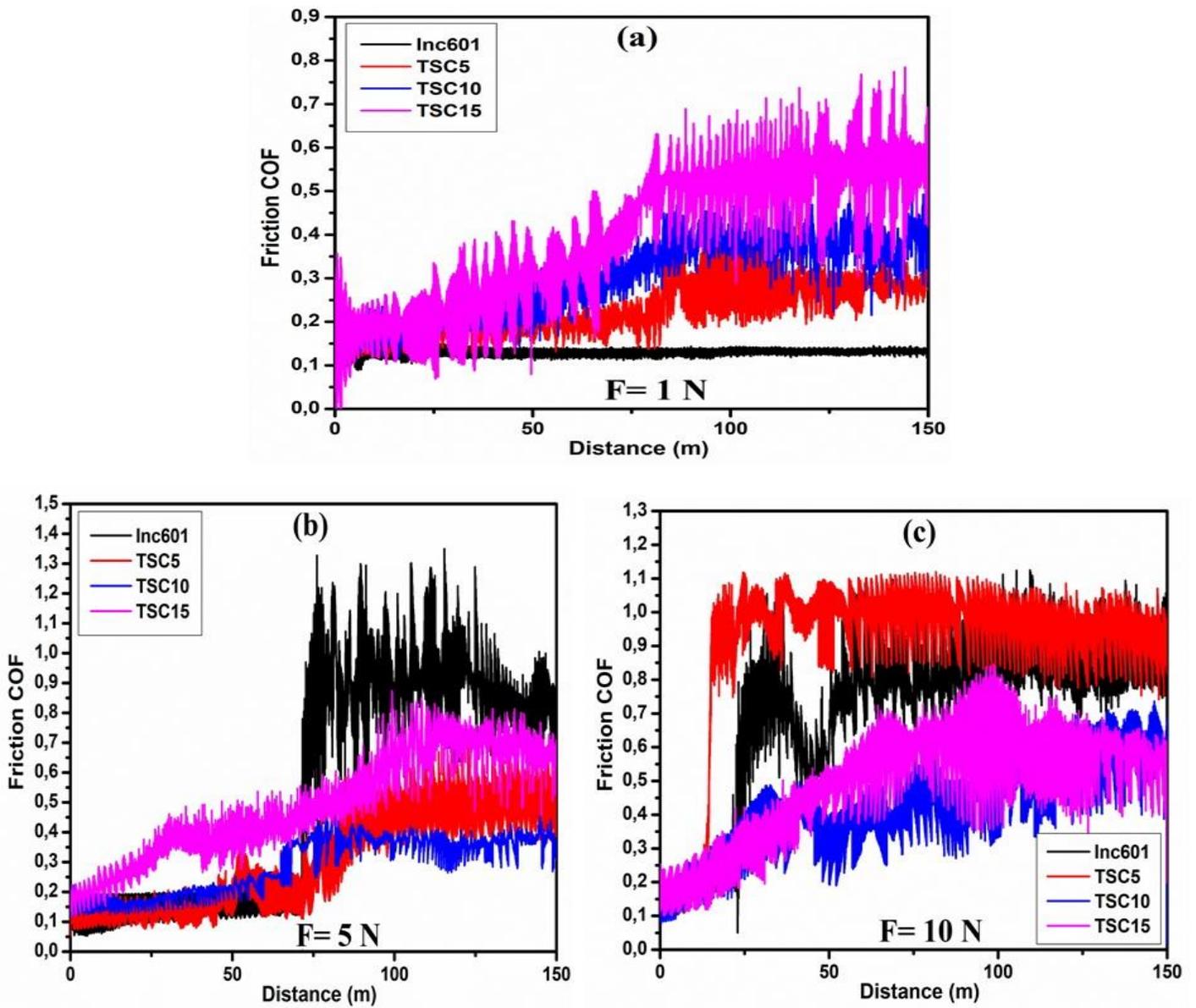


Figure IV.9 : Variation du coefficient de frottement en fonction de la distance de tous les composites inc601\Ti₃SiC₂ (5,10 ,15) et inc601 glissant contre une bille en acier 100Cr6, sous a) 1N, b) 5 N et c) 15 N.

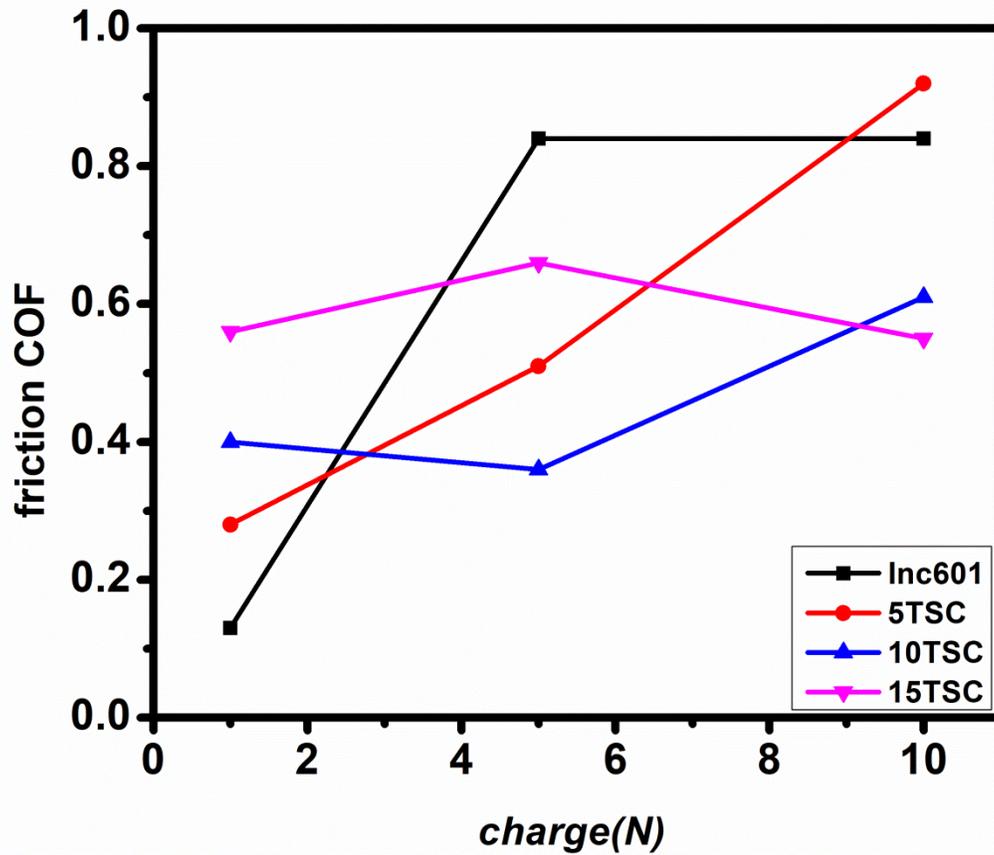


Figure IV.10 : Les valeurs μ mesurées à l'état stable obtenues sous différentes charges appliqués pour l'inc601 et les composites élaborés.

Figure IV.11) montre les profils 2D de toutes les traces d'usure (sous différents charges appliquées) de l'nc601 et des composites élaborés, ou on peut voir que à des charges de 5 et 10 N la profondeur des traces d'usure pour les composites élaborés (sauf TSC5 à 10N) négligeable par rapport à ceux de l'Inc601.

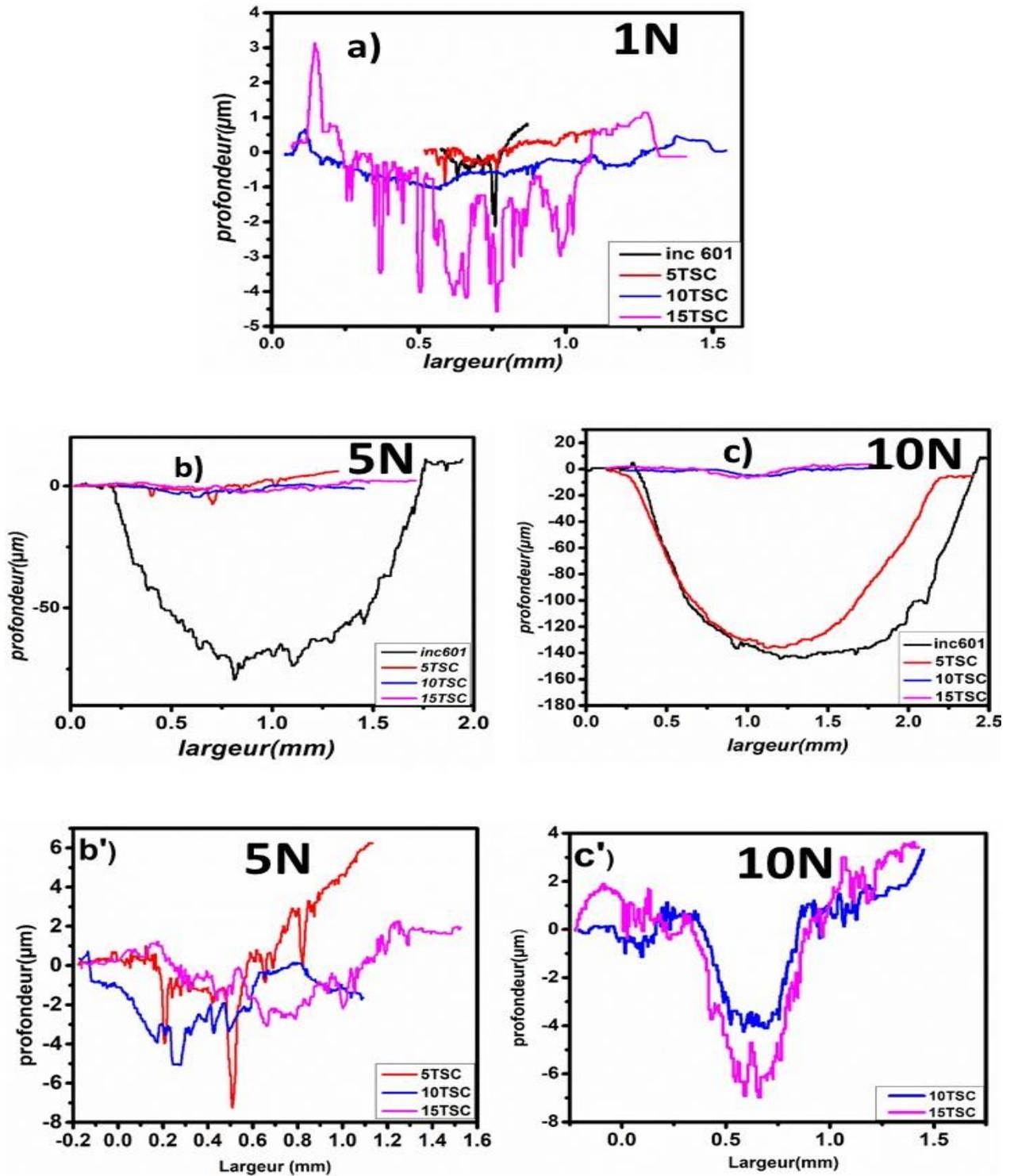


Figure IV.11 : (a), (b) et (c) représentent les profils 2D de toutes les traces d'usure après des tests de tribologie pour les composites inc601 et TSC sous 1N , 5 N et 10 N, respectivement. (b') et (c') représentent l'agrandissement de (b) entre 6,-8 et (c) entre 4,-8

Le tableau IV.2 montre les valeurs de taux d'usure pour les différents échantillons sous les charges de 1, 5 et 10 N. A 1N, le taux d'usure calculer varie e entre $0.4 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{N.m}$ et $3.61 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{N.m}$ où l'inc601 a enregistré le taux d'usure le plus faible ($0.4 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{N.m}$).

A une charge de 5 N, les valeurs de taux d'usure sont comprises entre $4.63 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N.m}$ et $7 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{N.m}$; où les composites montrent une meilleur résistance à l'usure avec des valeurs plus inférieurs à ceux d'inc601. Le taux d'usure optimal sous cette charge est ce de TSC10 avec une valeur de $7 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{N.m}$. A 10 N, les composites TSC10 et TSC15 avaient de meilleurs taux d'usure ; ces valeurs sont cohérentes avec les résultats de la profilométrie 2D.

Tableau IV.2 : résultats du taux d'usure des échantillons élaborés après les différents tests de tribologie.

charge N	Taux d'usure ($\text{mm}^3/\text{N.m}$)			
	Inc601	TSC5	TSC10	TSC15
1	$0.4 \cdot 10^{-6}$	$2.3 \cdot 10^{-6}$	$3.1 \cdot 10^{-5}$	$3.61 \cdot 10^{-5}$
5	$4.63 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-5}$	$7 \cdot 10^{-6}$	$1.4 \cdot 10^{-5}$
10	$6.33 \cdot 10^{-4}$	$4.44 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-6}$	$7 \cdot 10^{-6}$

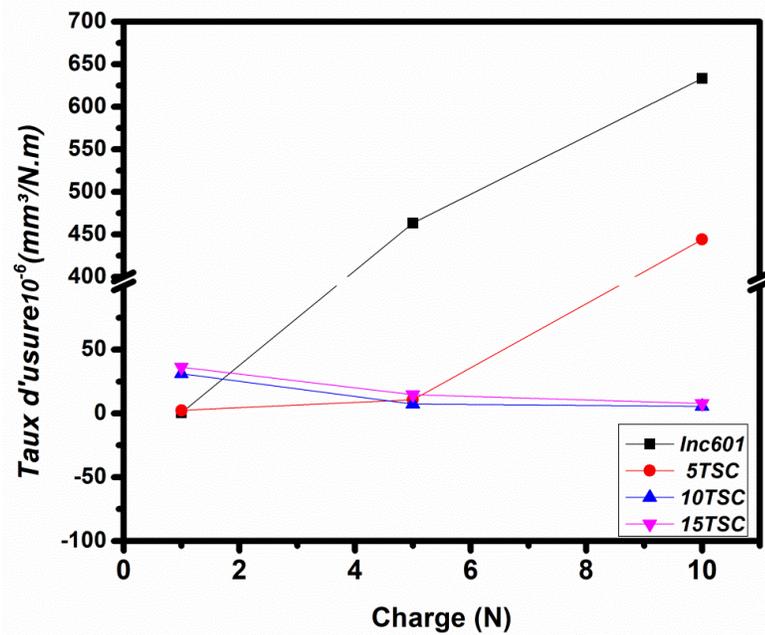


Figure IV.12 : Les valeurs du taux d'usure (WR) calculées pour l'inc601 et les composites élaborés sous différentes charges appliquées.

IV.1.5. Trace d'usure :

La figure IV.13 montre les microscopies optiques des traces d'usure après une charge de 1N pour les différents échantillons élaborés.

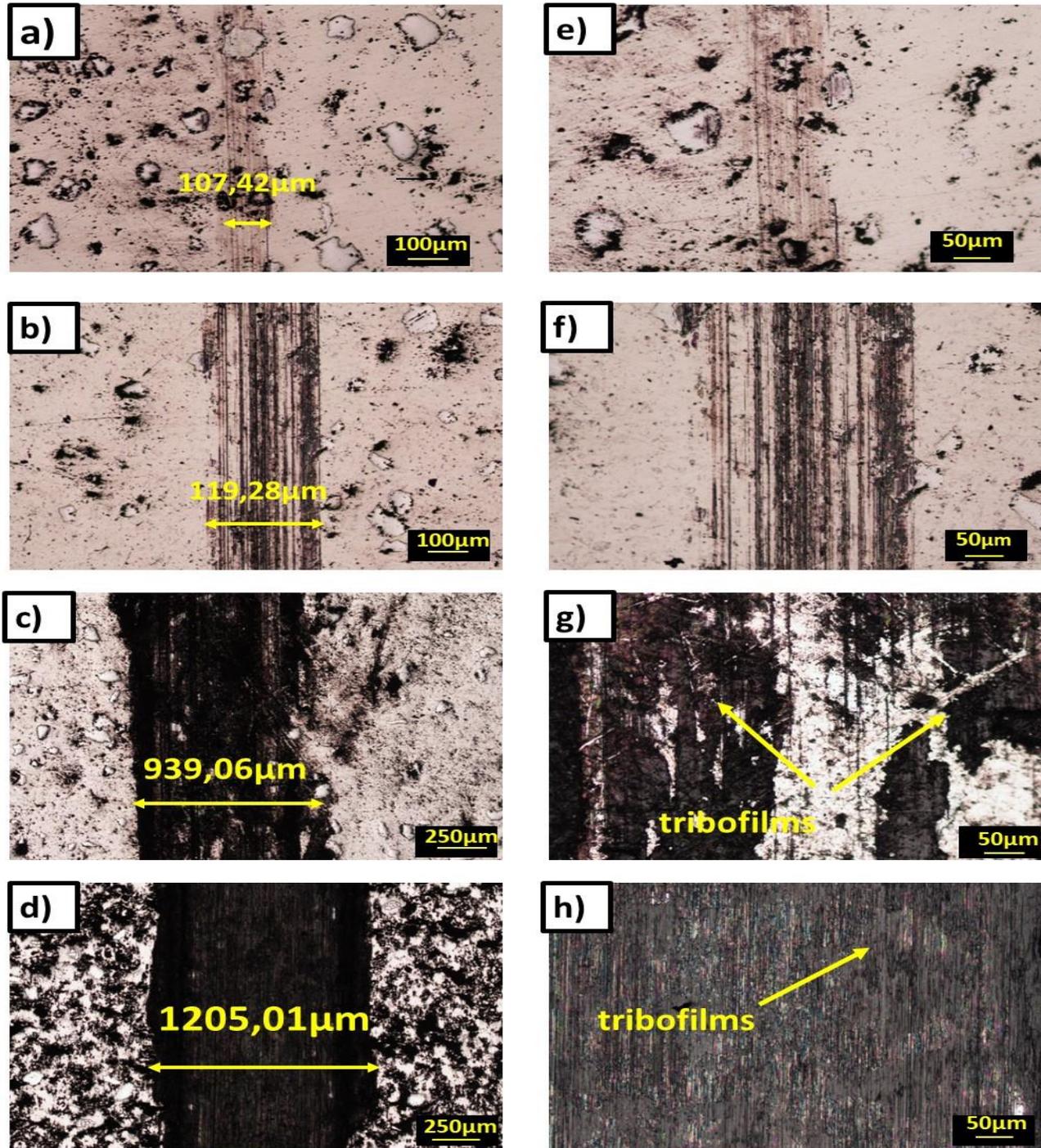


Figure IV.13 : a-d) Microscopies optique des traces d'usure (charge 1N) de l'Inc601 et des composites 5TSC, 10TSC et 15TSC, respectivement. (e-h) agrandissement de (a-d), respectivement.

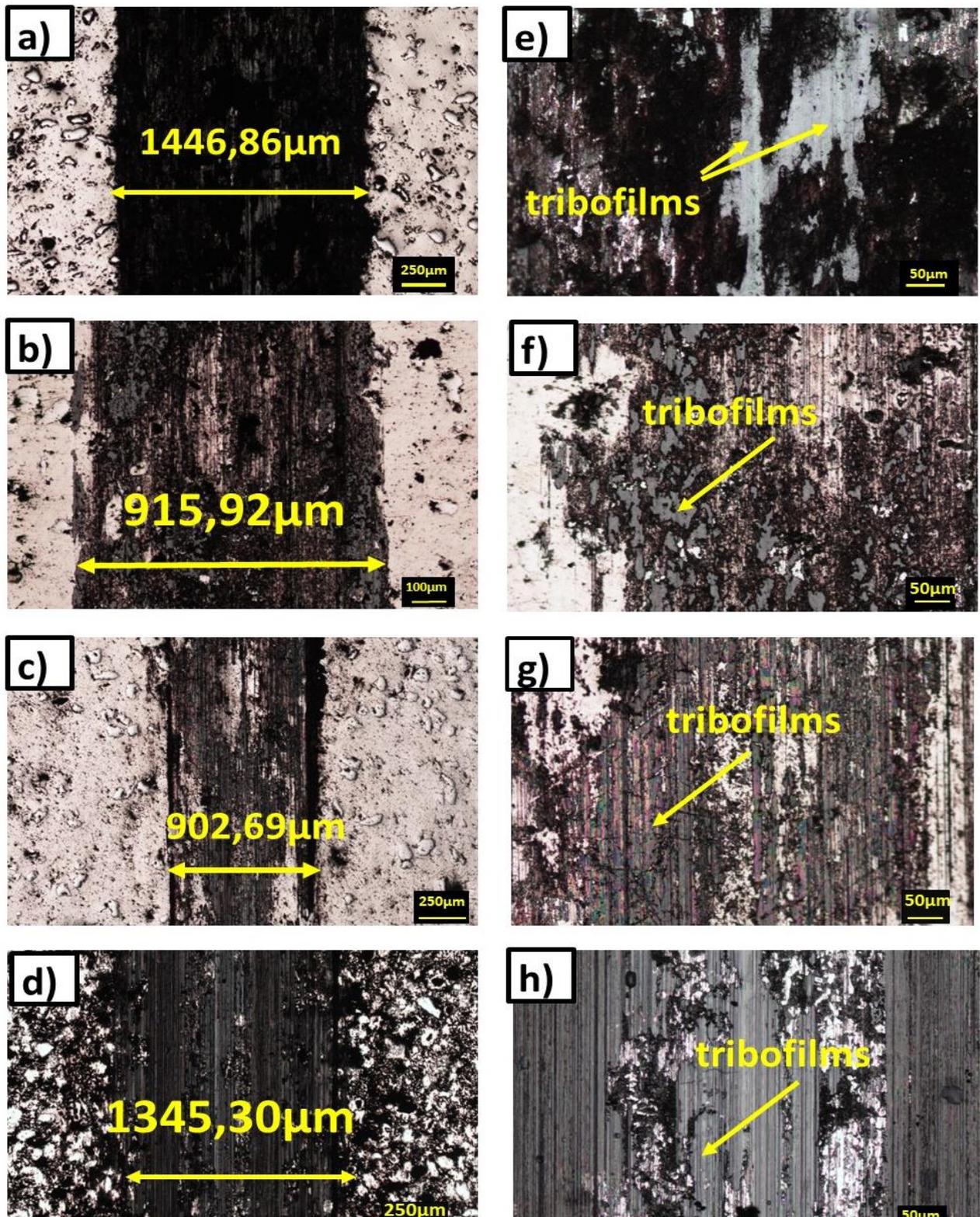


Figure IV.14 : (a-d) Microscopies optique des traces d'usure (charge 5N) de l'Inc601 et des composites 5TSC, 10TSC et 15TSC, respectivement. (e-h) agrandissement de (a-d), respectivement.

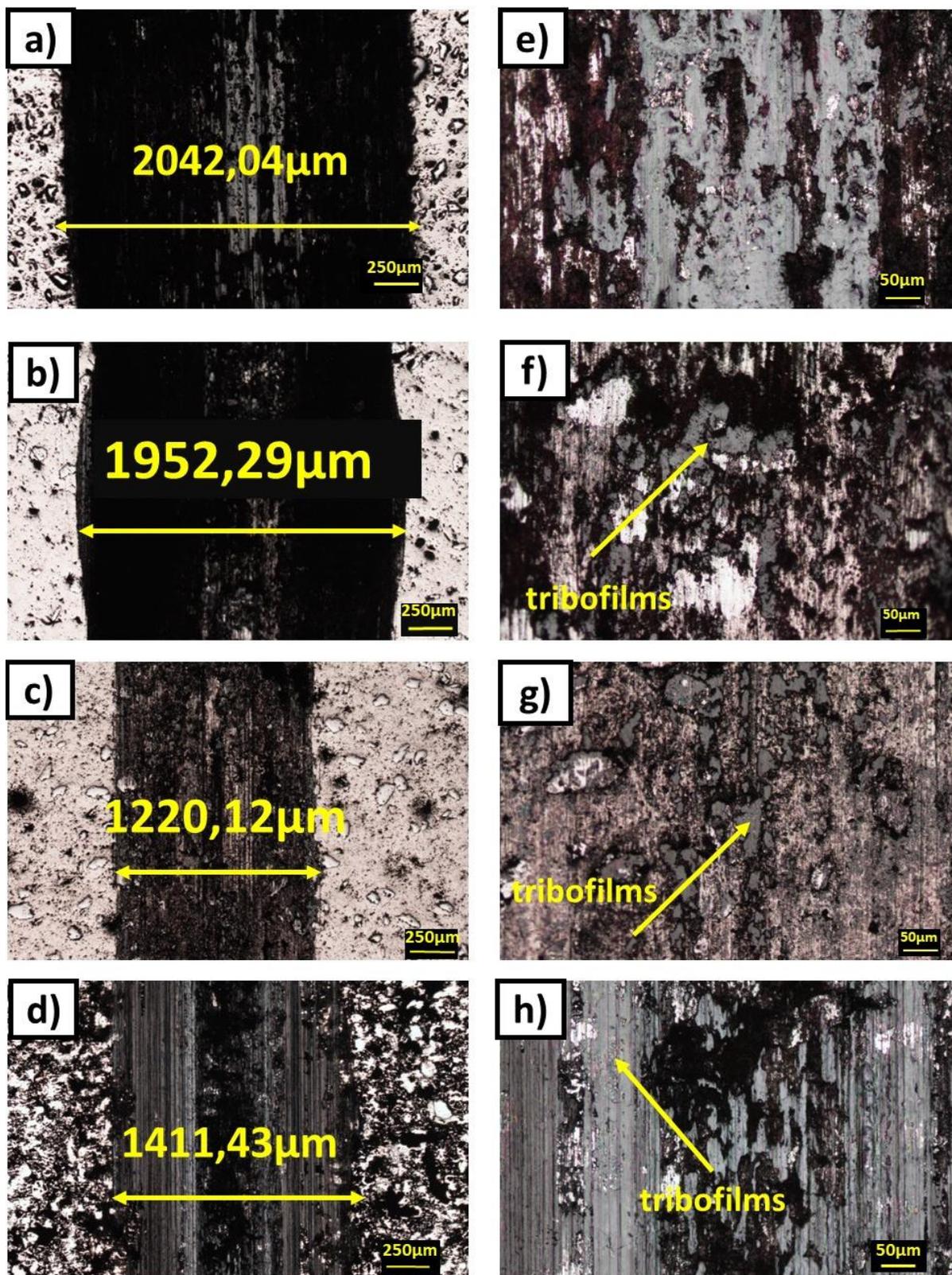


Figure IV.15 : (a-d) Microscopies optique des traces d'usure (charge 10N) de l'Inc601 et des

composites 5TSC, 10TSC et 15TSC, respectivement. (e-h) agrandissement de (a-d), respectivement.

A 1 N (figure IV.13), pour l'échantillon d'inc601 figure IV.13.a,e), on peut voir que l'usure est très faible avec la présence des petits cicatrices d'abrasion, ce qui explique la faible valeur de taux d'usure enregistré pour cet échantillon (Tableau IV.2).

A 5N (figure IV.14), en inc601 (figure IV.14.a) la largeur de la trace est d'environ de $1446,86\mu\text{m}$; on observe aussi des signes de labourage expliquant la valeur élevée du taux d'usure pour cet échantillon. D'autre part, il n'existe aucun signe de labourage sur les traces d'usure des composites (figure IV.14.b-d, f-h); ils sont caractérisés par la présence d'un tribofilm sur les surfaces usées. Ce dernier est peut être dû au transfert de matière (débris) de la bille vers le substrat (composite); l'usure de la bille est provoqué à cause de la présence des particules dur (TiC , $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$) dans les composites. Sous la répétition de contact, les débris vont être compactés sur la surface de l'échantillon entre le couple bille/composite en formant des tribofilms. On croit que ces tribofilms représente des Oxydes de Fer (Fe_2O_3 , Fe_3O_4) qui ont un effet lubrifiant [68, 69]. Cela est la raison des valeurs très faibles de taux d'usure enregistré par les composites par rapport à ce d'inc601.

Sous une charge de 10 N (figure IV.15), on remarque des signes d'usure sévère pour l'inc601 et le TSC5 (figure IV.15.a,b,e,f), ce qui est en concordance avec les valeurs de taux d'usure enregistrés sous cette charge pour ces échantillons (Tableau IV.2). L'échantillon TSC15 a la plus faible valeur de taux d'usure, ce qui est dû à la présence d'un tribofilm uniforme continue sur la trace d'usure comme on peut le voir sur les figures IV.15.d,h). L'usure abrasive à trois corps est le principal mécanisme d'usure qui a manifesté pour cet échantillon. Les débris de la bille seront fracturés et raffinés pour former un ensemble homogène de masse qui est essentiellement forcée dans la voie d'usure sous la répétition de la charge appliquée, conduisant à la formation d'un tribofilm. Ce dernier peut amortir la charge ou il peut se fracturer et servir comme une source de débris.

IV.1.6. Trace d'usure des billes

La figure IV.16 représente les cicatrices d'usure des billes utilisées dans les tests de tribologie.

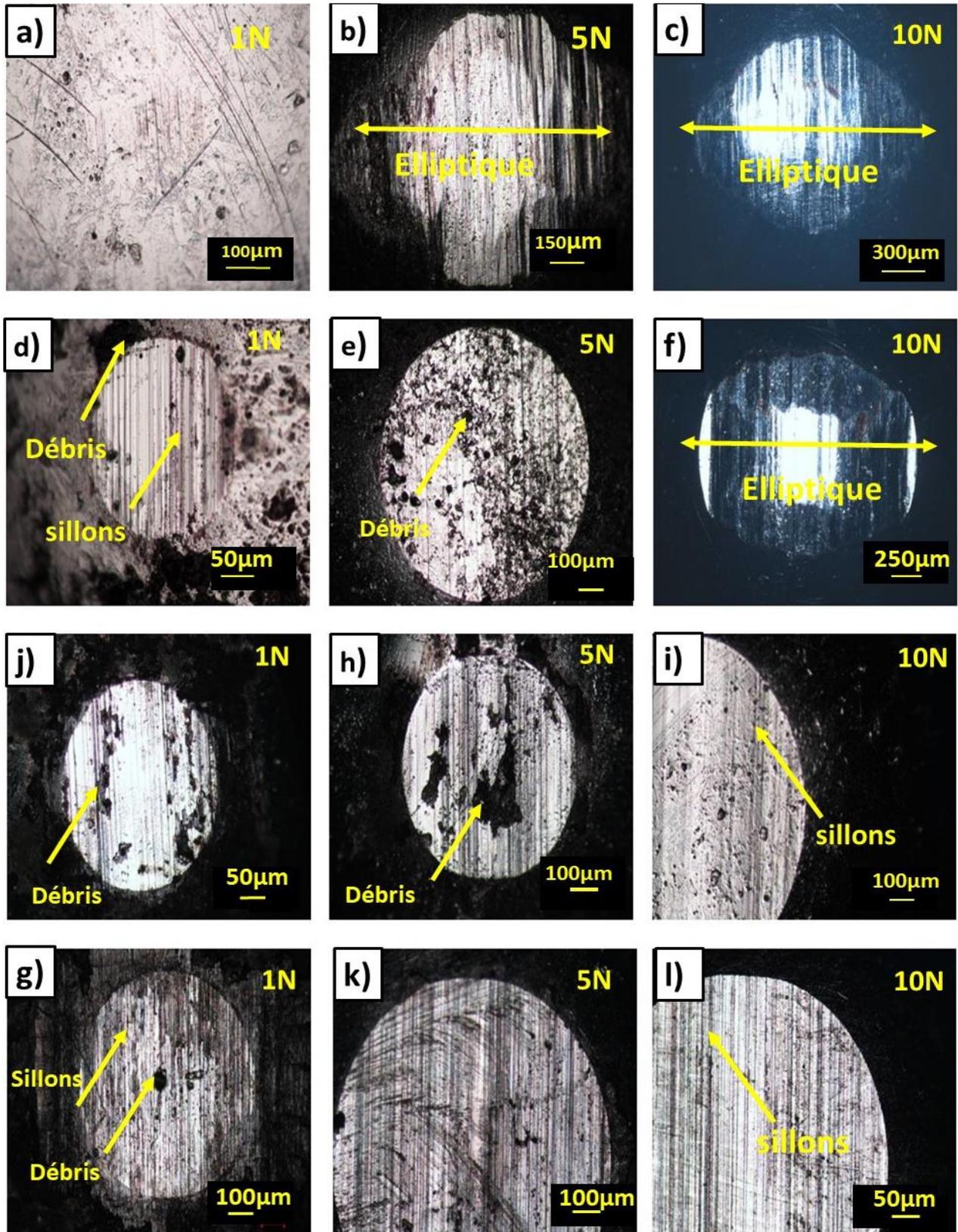


Figure IV.16: Microscopie optique des traces d'usure des billes d'acier 100Cr6 contre : Inc 601 (a-c), TSC5 (d-f), TSC10 (j-i), TSC15 (g-l).

Les figures IV.16.b, c, f) ont des traces elliptiques se qui donne un signe de labourage. Ces résultats sont en concordance avec les résultats de profilomètre 2D (figure IV.11). L'analyse des traces d'usure des billes révèle la présence de zones rayées localisées au milieu des cicatrices, ce qui indique une gravité du phénomène d'abrasion.

On peut également voir sur les figures IV.16.d, e, g, h, i, j, k, l) que les billes ont des traces circulaires. Les microstructures également révèlent la présence des sillons d'abrasion et des particules de débris et d'agglomérats de matière accrochés aux creux. Ce résultat semble logique car les composites contient des phases de haute dureté TiC , $\text{Ni}_3(\text{Ti},\text{Si},\text{Al})$ qui causent l'usure des billes.

Conclusion

Générale

Conclusion générale

Ce travail a pour but d'étudier le comportement tribologique et caractériser des composites à matrice métallique à base d'inconel 601 avec la phase MAX Ti_3SiC_2 comme renforcement.

On a fait appel à plusieurs techniques pour réaliser ce travail.

On a utilisé la technique de métallurgie des poudres pour préparer nos échantillons.

L'élaboration des échantillons a été faite par frittage naturel à 1 200 °C sous atmosphère contrôlée pendant 2 h.

Pour la caractérisation, on a utilisé plusieurs techniques comme la diffraction des rayons X (DRX), Microscopie optique (MO), essai de Dureté Vickers (HV5) et l'essai de tribologie.

Les résultats principaux obtenus sont comme suit :

Les résultats de diffraction des rayons X montrent que la phase Ti_3SiC_2 se décompose totalement en formant du TiC et du $Ni_3(Ti, Si, Al)$. Une formation de l'intermétallique γ' - Ni_3Fe et du composé Cr_2Ni_3 dans certains échantillons. On conclut que l'inconel601 présente une microstructure complexe et variée en fonction de la teneur en Ti_3SiC_2 .

Les images de microscope optique constatent que la quantité de TiC et le taux de porosité augmentent avec l'augmentation du taux de Ti_3SiC_2 . On explique que la décomposition de Ti_3SiC_2 entraîne un rétrécissement du volume du matériau et une diffusion des éléments dans la maille de Ni.

Les valeurs de dureté Vickers varient en fonction de la teneur en Ti_3SiC_2 et de la formation de différentes phases. On montre que le composite TSC5 présente la plus grande valeur de dureté grâce à la formation de l'intermétallique $Ni_3(Ti, Si, Al)$ et du carbure de titane TiC. On peut constater que la porosité a un effet négatif sur la dureté des composites.

Le comportement tribologique a donné un coefficient de friction μ qui varie entre [0,3 et 0,9]. Et le taux d'usure varie entre $4,44 \cdot 10^{-4}$ et $7 \cdot 10^{-6}$ mm³/N.m. ont conclu que le coefficient de frottement et le taux d'usure augmentent avec l'augmentation du taux de ces composites (inc601/Ti₃SiC₂) présentent une meilleure résistance à l'usure que l', notamment grâce à la formation de TiC.

Références

- [1] Bahlouli, N., « Comportement mécanique en température du pli élémentaire d'un stratifié carbone/époxy », 1994, Cachan, Ecole normale supérieure.
- [2] Berthelot, J.M., « Matériaux composites, comportement mécanique et analyse des structures » Livre, éditions : Lavoisier, 2005
- [3] «Glossaire des matériaux composites» - carma –Actualisation octobre 2006.
- [4] Ly, E.H.B., Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose. 2008, Grenoble, INPG.
- [5] S. Azem, M. Nechiche, M. Hakkoum : Elaboration et caractérisation d'un composite ceramique-métal (WC-bronze) par la méthode d'infiltration. Laboratoire d'Elaboration, Caractérisation et Modélisation des Matériaux (LEC2M). Université Mouloud Mammeri de tizi-Ozou, Algérie.
- [6]. S. H. Hong, B. K. Kim : Fabrication of W-20 wt% Cu composite nanopowder and sintered alloy with high thermal conductivity. Materials Letters 57, pp. 2761- 2767 : 2003.
- [7]. S. Tariolle, F. Thévenot, M.P. Dariel, N.Frumin, N.Frage : cermets carbure de dore infiltrés par un alliage de cuivre. Matériaux 2002.
- [8] J. Masounave, N. Villar : Elaboration des composites a particules. Techniques de l'Ingénieur, M2 448 ; 2001.
- [9] K.H. ROLL, in "Modern Developments in PM" Vol. 3, edited by H. H. Hausner (Plenum Press, New York, 1965) p. 261.
- [10] H. FISCHMEISTER, PMI 10 (1978) 119.
- [11] R.W. CAHN, Nature 276 (1978) 209.
- [12]. R. S. Sirohi, F. S. Chau, Optical Methods of Measurement, Marcel Dekker, Inc. New York, 1999.
- [13] D. Bouvard et G. Cizeron « La métallurgie de poudre », N° 270, volume25, 1994.
- [14] M. Eudier « Métallurgie des poudres », Technique de l'Ingénieur ; M866.
- [15] **Suk-Joong L. Kang**: Sintering Densification, Grain Growth, and Microstructure 2005, Pages 3-8
- [16] Charles MANIER « Spark Plasma Sintering : couplage entre les approches modélisation, instrumentation et Matériaux »

- [17] Michel EUDIER. Fabrication des produits frittés. M864 Techniques de l'ingénieur, traité Matériaux métalliques.
- [18] Didier Bernache – Assollant : Frittage en phase liquide technique de l'ingénieur AF 6621.
- [19] D. Abdenasser, Contribution à la compréhension des modes d'action tribologique par usinage, Projet de fin d'étude, Université de M'sila, 2016.
- [20] Jean Frêne, La tribologie de L'antiquité a nos jours ; Mécanique& Industries · January 2001.
- [21] OECD, Glossary of terms and definition in the field of friction, Organization for economic cooperation and development, 1969.
- [22] E. RABINOWICZ, Friction and wear of materials, John Wiley and sons Inc, New York, London, Sydney, 1965. (168, 169) pages.
- [23] ASTM, Norme G40-90A, 1990.
- [24] N. KHANAFI-BENGHALEM, Etude des mécanismes d'usure et de frottement de deux aciers X12CrNiMoSi25-20 et le 25CrMo4 (Etude comparative. Thèse de doctorat, Université de Sétif. 2007
- [25] Mathieu, H.J., E. Bergmaan, and R. Gras, Analyse et technologie des surfaces: couches minces et tribologie. Vol. 4. 2003: PPUR presses polytechniques.
- [26] J. Dhersn (1978).Usure avaries corrosion, Facteurs de destruction des matériels industriels
- [27] Nourouzi, S., Contribution à l'étude du procédé arc-fil pour la réalisation de dépôts métalliques durs résistants à l'usure abrasive. 2004, Limoges.
- [28] Mathieu, H.J., E. Bergmann, and R. Gras, Analyse et technologie des surfaces: couches minces et tribologie. Vol. 4. 2003: PPUR presses polytechniques.
- [29] Barrau, O., Etude tribologique de revêtement en régulation de turbines. Rapport de stage Turboméca-ENIT, 1999.
- [30] Stachowiak, G.W. and Batchelor, A.W., 2013. Engineering tribology. Butterworth-heinemann.
- [31] J.R. Davis, editor, ASM Specialty Handbook: Nickel, Cobalt, and their Alloys, p 68-91
- [32] Publication Number SMC-028 Copyright © Special Metals Corporation, 2005 (Feb 05).
- [33] T. lapauw, k. lambrinou, t. cabioch, joseph halim, Jun Lu, a. pesache.

- [34] M. Amer, M.W. Barsoum, T. El-Raghy, I. Wiess, S. LeClair, and D. Liptak. The Raman spectrum of Ti_3SiC_2 . *J. Amer. Cer. Soc.*, 84(10):5817-5819, 1998.
- [35] M.W. Barsoum and T. El-Raghy. The MAX phases: unique new carbide and nitride materials. *American Scientist*, 89 :334-343, 2001.
- [36] Alexandra SOUCHET : « Comportement tribologique d'une phase MAX : Transition et effets d'échelle sur différents Ti_3SiC_2 », 2004.
- [37] Miladin Radovic and Michel W. Barsoum ‘‘MAX phases: Bridging the gap between metals and ceramics’’
- [38] M.W. Barsoum. The $Mn_{n+1}AX_n$ phases: a new class of solids; thermodynamically stable nanolaminates. *Prog. Solid St. Chem.*, 28:201-281, 2000.
- [39] M.W. Barsoum, H.I. Yoo, I.K. Polushina, V.Yu. Rud, Yu.V. Rud and T. ElRaghy. Electrical conductivity, thermopower, and Hall Effect of Ti_3AlC_2 , Ti_4AlN_3 , and Ti_3SiC_2 . *Physical review B - American Physical Society*, 62(15):10195-10198, 2000
- [40] M.W. Barsoum. *Fundamentals of ceramics*. Mc Graw-Hill, 1997.
- [41] Noël HADDAD. Thèse de doctorat : Etude des propriétés diélectrique des phases $Mn_{n+1}AX_n$ par spectroscopie de pertes d'énergie des électrons, 2009.
- [42] Alexandra SOUCHET : « Comportement tribologique d'une phase MAX : Transition et effets d'échelle sur différents Ti_3SiC_2 p.63 », 2004.
- [43] : W. Jeitschko, H. Nowotny, ‘‘Die Kristallstruktur von Ti_3SiC_2 - ein neuer Komplexcarbidge-Typ’’, *Monatsh. Chem.*, 98 (2), 329-337, (1967).
- [44]: J. J. Nickl, K. K. Schweitzer, P. Luxenberg, ‘‘Gasphasenabscheidung im Systeme TiC-Si’’. *J. Less-Common Metals*, 335-353, 26, (1972).
- [45]: M. W. Barsoum, ‘‘The $Mn_{n+1}AX_n$ Phases: A New Class of Solids: Thermodynamically Stable Nanolaminates’’, *Progress in Solid State Chemistry*, 28(1-4), pp. 201-281, (2000).
- [46]: J. Morgiel, J. Lis, R. Pampuch, ‘‘Microstructure of Ti_3SiC_2 -based ceramics’’, *Mater. Lett.* 85-89, 27, (1996).
- [47]: J. Lis, Y. Miyamoto, R. Pampuch, K. Tanihata, ‘‘ Ti_3SiC_2 -based materials prepared by HIP-SHS techniques’’. *Mater. Lett.* 163-168, 22, (1995).
- [48]: R. Pampuch, J. Lis, L. Stobierski, M. Tymkiewicz, ‘‘Solid Combustion Synthesis of Ti_3SiC_2 ’’, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 283-5, (1989).
- [49]: T. Goto, T. Hirai, ‘‘Chemically vapor-deposited Ti_3SiC_2 ’’, *Mater. Res. Bull.*, 1195-1201, 22, (1987).

- [50] L.H. Ho-Duc, T. El-Raghy, M.W. Barsoum, Synthesis and characterization of 0.3 Vf TiC–Ti₃SiC₂ and 0.3 Vf SiC–Ti₃SiC₂ composites, *Journal of Alloys and Compounds* 350 (2003) 303–312.
- [51] J. Zhang, L. Wang, W. Jiang, L. Chen, Effect of TiC on the microstructure and properties of Ti₃SiC₂–TiC composites in situ fabricated by spark plasma sintering, *Materials Science and Engineering A* 487 (2008) 137–143.
- [52] C. Racault, F. Langlais, R. Naslain, Solid-state synthesis and characterization of the ternary phase Ti₃SiC₂, *Journal of Materials Science*, 29 (1994) 3384-3392.
- [53]. R. Radhakrishnan, J. J. Williams, M. Akinc, Synthesis and high-temperature stability of Ti₃SiC₂, *Journal of Alloys and Compounds*, 285 (1999) 85-8.
- [54] T. El-Raghy, M. W. Barsoum, Diffusion kinetics of the carburization and silicidation of Ti₃SiC₂, *Journal of Applied Physics*, 1 83 (1998) 112-119.
- [55] E. Wu, E. H. Kisi, S. J. Kennedy, A. J. Studer, In Situ Neutron Powder Diffraction Study of Ti₃SiC₂ Synthesis, *Journal of the American Ceramic Society*, 10 84 (2001) 2281-2288.
- [56]. I. Kero, R. Tegman, M.-L. Antti, Carbon atmosphere effect on Ti₃SiC₂ based composites made from TiC/Si powders Accepted for publication in *Ceramics International*, (2010).
- [57]. L. Chen, Y. Sun, L. Li, Y. Ren, X. Ren: In situ TiC/Inconel 625 nanocomposites fabricated by selective laser melting: Densification behavior, microstructure evolution, and wear properties. Department of Mechanical Engineering, Jiang University, Zhenjiang 212013, China. Department of Aerospace and Civil Engineering University of Manchester, Manchester M13 9PL K.
- [58]. W. Hu, Z. Huang^{a,b}, Q. Yu, Y. Wang, Y. Jiao, C. Lei^a, L. Cai, H. Zhai, Y. Zhou: Ti₂AlC triggered in-situ ultrafine TiC/Inconel 718 composites: Microstructure and enhanced properties. Institute of Materials Science and Engineering, School of Mechanical and Electronic Control Engineering, Beijing Jiaotong University, Beijing 100044, China Key Laboratory of Vehicle Advanced Manufacturing, Measuring and Control Technology (Beijing Jiaotong University), Ministry of Education, Beijing 100044, China.
- [59]. Yuxin Li, Peikang Bai^a, Yaomin Wang, Jiandong Hu, Zuoxing Guo: Effect of TiC content on Ni/TiC composites by direct laser fabrication, College of Materials Science and Engineering, North University. 1 July 2008...
- [60]. N. Chiker, A. Benamor, Y. Hadji, A. Haddad, M. Hakem, M. Azzaz, T. Sahraoui, M. Hadji: Microstructure and Tribological Behavior of In Situ TiC-Ni(Si,Ti) Composites Elaborated from Ni and Ti₃SiC₂ Powders. (Submitted October 5, 2019; in revised form January 31, 2020).
- [61]. M. Sarvghad, G. Will, Theodore A. Steinberg: Corrosion of Inconel 601 in molten salts for thermal energy storage, *Corrosion of Inconel 601 in molten salts for thermal energy storage*.

- [62]. W. Wang, H. Zhai, L. Chen, Z. Huang, C. Baumgärtner, P. Greil, and G. Bei, Preparation and Mechanical Properties of In Situ TiC_x-Ni (Si, Ti) Alloy Composites, *Mater. Sci. Eng. A*, 2014, 616, p 214–218.
- [63]. L. Ca, R.F. Cochrane, and A.M. Mullis, Microstructural Evolution and Phase Formation in Rapidly Solidified Ni-25.3 at.% Si Alloy, *Metall. Mater. Trans. A*, 2015, 46, p 705–4715.
- [64]. W. Hu, Z. Huang, L. Cai, C. Lei, H. Zhai, S. Wo, X. Li, In-situ TiC and γ' -Ni₃(Al,Ti) triggered microstructural modification and strengthening of Ni matrix composite by reactive hot-press sintering pure Ni and Ti₂AlC precursor, *J. Alloys Compd.* 747 (2018) 1043–1052.
- [65]. T. Jiang, L. Chen, F. Jiang, H. Cai, J. Sun, Microstructural evolution and mechanical properties of a nickel-based superalloy through long-term service, *Mater. Sci. Eng. A* 656 (2016) 184–189,
- [66]. Q.Y. Yu, Z.H. Yao, J.X. Dong, Deformation and recrystallization behavior of a coarse-grain, nickel-base superalloy Udimet720Li ingot material, *Mater. Charact.* 107 (2015) 398–410,
- [67]. Y.S. Zhang, Z. Han, K. Wang, and K. Lu, Friction and Wear Behaviors of Nanocrystalline Surface Layer of Pure Copper, *Wear*, 2006, 260, p 942–948.
- [68]. Z.S. Hu, J.X. Dong, and G.X. Chen, Study on Antiwear and Reducing Friction Additive of Nanometer Ferric Oxide, *Tribol. Int.*, 1998, 31, p 355–360
- [69]. L. Xiang, C. Gao, Y. Wang, Z. Pan, and D. Hu, Tribological and Tribochemical Properties of Magnetite Nanoflakes as Additives in Oil Lubricants, *Particuology*, 2013, 17, p 136–144.
- [70]. A.K. Srivastava and K. Das, The Abrasive Wear Resistance of TiC and (Ti, W)C-Reinforced Fe-17Mn Austenitic Steel Matrix Composites, *Tribol. Int.*, 2010, 43, p 944–950.
- [71]. V.G.B. Kumar, C.S.P. Rao, and N. Selvaraj, Studies on Mechanical and Dry Sliding Wear of Al6061-SiC Composites, *Compos. Part B Eng.*, 2012, 43, p 1185–1191.

