

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



UNIVERSITE DE BLIDA 1
FACULTE DE TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT DE MECANIQUE

Projet de Fin d'Etudes
Pour l'obtention du Diplôme de Master
Spécialité : génie des matériaux

**Elaboration et Etude microstructural et tribologique d'un composite
Cu/Cr₂AlC.**

Réalise par :

Zerrouki Abbas Abderrahmane
Adel
Chaib Seti Rahim

promoteur:

Haddad

Promotion : 2023/2024

Remercîment

Je remercie tout d'abord **ALLAH** de m'avoir prêté santé et volonté pour mener à terme ce projet de fin d'étude.

Je tiens à remercier tout particulièrement mon encadrant, Monsieur **HADDAD Adel** pour m'avoir initié à la recherche et de m'avoir proposé ce sujet passionnant et de m'avoir encadré tout le long de ces années d'études, merci d'avoir suivi ce travail avec grande disponibilité, de m'avoir fait bénéficier de son expérience et de m'avoir accordé une large liberté d'action pour mener ce travail dans d'excellentes conditions. Je leur suis reconnaissant de la confiance et de l'intérêt qu'il a pu m'apporter durant ces années. Merci pour les discussions scientifiques

. J'adresse des remerciements particuliers à mon Co-encadrant **BERBER Fouad** d'abord pour m'avoir guidé, encouragé et nourri de sa grande compétence durant mon séjour au sein du laboratoire (LERTI), merci pour les nombreuses discussions toujours enthousiastes que nous avons eues ensemble.

Je remercie toutes les personnes du laboratoire **LERTI** qui ont participé, de près ou de loin, à ces travaux.

On voudrait exprimer notre reconnaissance envers les amis et collègues qui nous ont apporté leur soutien moral et intellectuel tout au long de notre démarche.

Enfin, On tient à témoigner toute notre gratitude à nos familles pour leur confiance et leur soutien inestimable toute au long de notre vie.

CHAIB SETTI RAHIM & ZERROUKI ABASS ABDERAHMANE

ملخص

تهدف الدراسة إلى تقييم الخصائص المترابطة لوجية العينات مركب $\text{Cu} / \text{Cr}_2\text{AIC}$ بنسب مختلفة من طور MAX المضافة في النحاس. تم استخدام مقياس ثلاثي مثبت على قرص صلب لقياس معامل الاحتكاك ومعدلات آكل العينات. الاستنتاجات الرئيسية هي على النحو التالي:

تباين معامل الاحتكاك: يختلف معامل الاحتكاك وفقاً للنسبة المئوية المضافة لطور MAX. أظهرت العينات التي تحتوي على 1% و 5% من طور MAX معامل احتكاك أعلى من النحاس النقي، بينما أظهرت العينات التي تحتوي على 2% من طور MAX معامل احتكاك مماثل للنحاس النقي. قد تكون هذه الاختلافات ناتجة عن تفاوتات في أسطح العينات والنظير.

التباين في معدل التآكل: يختلف معدل تآكل العينات المركبة اعتماداً على النسبة المئوية لطور MAX المضافة. أظهرت العينات التي تحتوي على 1% و 5% من طور MAX معدلات تآكل أعلى من النحاس النقي، بينما أظهرت العينات التي تحتوي على 2% من طور MAX معدلات تآكل أقل. يمكن أن تعزى هذه الاختلافات إلى التغير في خصائص السطح والصلابة والتفاوتات في التآكل.

تأثير تركيز طور MAX: هناك علاقة معقدة بين تركيز طور MAX المضافة والخصائص المترابطة لوجية العينات المركبة. قد يكون التركيز الأمثل لطور MAX ضرورياً لتحقيق أداء مترابطة لوجية أفضل، مثل معامل الاحتكاك المنخفض ومعدل التآكل.

في الختام، تسلط الدراسة الضوء على تأثير النسبة المئوية لمرحلة MAX على الخصائص المترابطة لوجية العينات مركب $\text{Cu} / \text{Cr}_2\text{AIC}$. ومع ذلك، يوصى بدراسات إضافية لمواصلة استكشاف تركيز المرحلة MAX وغيره من المعلمات المترابطة لوجية، من أجل الحصول على نتائج أفضل. يمكن أن يسهل ذلك فهم مقاومة التآكل واستقرار الخصائص المترابطة لوجية في ظل ظروف مختلفة.

Résumé

L'étude vise à évaluer les propriétés tribologiques des échantillons composites Cu/Cr₂AlC avec différents pourcentages de la phase MAX ajoutée dans le cuivre. Un tribomètre pille sur disque a été utilisé pour mesurer le coefficient de frottement et le taux d'usure des échantillons. Les principales conclusions sont les suivantes :

Variation du coefficient de frottement : Le coefficient de frottement varie en fonction du pourcentage de la phase MAX ajoutée. Les échantillons avec 1% et 5% de la phase MAX ont montré des coefficients de frottement plus élevés que le cuivre pur, tandis que l'échantillon avec 2% de la phase MAX a montré un coefficient de frottement similaire au cuivre pur. Ces variations peuvent être dues à des interactions complexes entre les surfaces des échantillons et de la contrepartie.

Variation du taux d'usure : Le taux d'usure des échantillons composites diffère en fonction du pourcentage de la phase MAX ajoutée. Les échantillons avec 1% et 5% de la phase MAX ont montré des taux d'usure plus élevés que le cuivre pur, tandis que l'échantillon avec 2% de la phase MAX a montré un taux d'usure plus faible. Ces variations peuvent être attribuées à des modifications des propriétés de surface, de la dureté et des interactions avec la contrepartie.

Impact de la concentration de la phase MAX : Il existe une relation complexe entre la concentration de la phase MAX ajoutée et les propriétés tribologiques des échantillons composites. Une concentration optimale de la phase MAX pourrait être nécessaire pour obtenir de meilleures performances tribologiques, telles qu'un coefficient de frottement et un taux d'usure plus faibles.

En conclusion, l'étude met en évidence l'influence du pourcentage de la phase MAX sur les propriétés tribologiques des échantillons composites Cu/Cr₂AlC. Cependant, des études supplémentaires sont recommandées pour explorer davantage les concentrations de la phase MAX et d'autres paramètres tribologiques, afin d'obtenir des conclusions plus solides et une évaluation plus approfondie. Cela pourrait inclure l'examen de la résistance à l'abrasion et de la stabilité des propriétés tribologiques dans différentes conditions.

Summary

The study aims to evaluate the tribological properties of Cu/Cr₂AlC composite samples with different percentages of the MAX phase added in the copper. A disc-mounted tribometer was used to measure the coefficient of friction and the wear rate of the samples. The main conclusions are as follows:

Variation of coefficient of friction: The coefficient of friction varies according to the percentage of the MAX phase added. The samples with 1% and 5% of the MAX phase showed higher coefficients of friction than pure copper, while the sample with 2% of the MAX phase showed a coefficient of friction similar to pure copper. These variations may be due to complex interactions between the surfaces of the samples and the counterpart.

Variation in Wear Rate: The wear rate of composite samples differs depending on the percentage of MAX phase added. The samples with 1% and 5% of the MAX phase showed higher wear rates than pure copper, while the sample with 2% of the MAX phase showed a lower wear rate. These variations can be attributed to changes in surface properties, hardness, and interactions with the counterpart.

Impact of MAX phase concentration: There is a complex relationship between the concentration of added MAX phase and the tribological properties of composite samples. Optimal concentration of the MAX phase might be necessary to achieve better tribological performance, such as lower friction coefficient and wear rate.

In conclusion, the study highlights the influence of the percentage of the MAX phase on the tribological properties of the Cu/Cr₂AlC composite samples. However, additional studies are recommended to further explore the MAX phase concentrations and other tribological parameters, in order to obtain stronger conclusions and further evaluation. This could include examining abrasion resistance and stability of tribological properties under different conditions.

sommaire

Titre	Page
Remerciement	
Résumé	
Summary	
Liste des figures	
Introduction général	
CHAPITRE I : Synthèse des phases MAX	
I. INTRODUCTION SUR LES PHASES MAX :	03
I.1-Historique des phases MAX :	03
I.2-STRUCTURE	04
I.2.1- Éléments chimiques :	04
I.2.2-STRUCTURE CRISTALLOGRAPHIQUE :	05
I.3- Les liaisons interatomiques des phases MAX :	08
I.3.1- La liaison covalente	08
I.3.2-La liaison ionique	08
I.3.3- La liaison métallique	08
I.4-La microstructure des phases MAX	08
I.5- Les propriétés des phases MAX	10
I.5.1- Les propriétés thermiques	10
I.5.2- Résistance à l'oxydation	10
I.5.3- Les propriétés mécaniques	11
I.5.4-Les propriétés élastiques	11
I.5.5-Propriétés chimiques	13
I.6-Élaboration des phases MAX	14
I.6.1-Historique de frittage	14
I. 6.2- Techniques d'élaboration	15
I.6.3- Le frittage naturel	15
I.6.4-Frittage en phase solide	16
I.6.5-Les différentes étapes de frittage en phase solide	16
I.6.6-Le frittage en phase liquide	17
I.6.7-Le frittage réactif	18
I.6.8-Les étapes du procédé sont donc les suivantes :	18
I.6.9- Frittage sous pression mécanique	19
I.7-Équipements et atmosphères utilisés	21
I.7.1-Fours discontinus et continus	22
I.8 Conclusion	22
CHAPITRE II : GENERALITES SUR LE CUIVRE	

INTRODUCTION	24
2.1. L'histoire du cuivre	25
2.2. Fiche technique	25
2.3 Propriétés du cuivre	27
2.3.1. Propriétés physiques	27
2.3.2. Propriétés mécanique	28
2.3.3 Propriétés chimique	29
3.1. Le cuivre et ses alliages	30
4.1 Désignation et caractéristiques du cuivre et de ses alliages	32
.2.1 Principales caractéristiques du cuivre	32
4-Les applications du cuivre	34
conclusion	
CHAPITRE III: Tribologie	
Introduction	37
2. Histoire de la tribologie	37
3. Définition	38
4. Le but de la tribologie	38
5.Circuit tribologique	38
6.Les paramètre influençant sur la tribologie	38
7.Mesure du frottement	39
8. Mécanismes d'usure	41
9. Les différents types d'usure	43
9.1. Usure abrasive	43
9.2.Usure adhésive	46
9.3.Usure par fatigue	47
9.4.. Usure corrosive (ou tribochimique)	47
Conclusion	52
CHAPITRE IV : Partie expérimentale	
1. Introduction	54
2. Optimisation de la Température de frittage de cuivre	54
2.1. Pesée	54
2.2. Compactage à froid	55
2.3. Frittage	56
3- PREPARATION METALLOGRAPHIQUE	57
3. Synthèse de Cr ₂ AlC	59
3.1.la pesés	59
3.2. Homogénéisation	60
3.3.Compactage de la poudre	61
3.4.Encapsulation et cuisson	62
3.5. Récupération des poudres	63
.3.Microscopie optique	67
CHAPITRE 05 : Interprétations des résultats	

1-INTERPRETATION :	71
2- Observation Microscopique :	71
3-CALCUL DE L'USURE :	77
4- Trace d'usure :	79
5- Conclusion	81
6- Les perspectives futures de recherche peuvent inclure les éléments suivants :	82
Références bibliographiques	83

Liste des figures

Figure	page
Figure(I.1) : tableau périodique indiquant les éléments M, A et X pouvant former une phase MAX .	04
Figure I.3 Enchainements des plans pour les structures 211, 312 et 413 [12]	07
Figure I. 4: Observation optique du Ti ₃ SiC HIP 1450°C (a) Structure FG t=8(b) structure CGFG t=16h (c) structure CG t=24h [15].	09
Figure I.5 : Schéma de la formation d'une couche d'oxyde à la surface d'un matériau de Ti ₂ AlC, selon Cui et al. [17]	11
Figure I.6 : Courbe contrainte-déformation typique d'un matériau ductile.	12
Figure I.7: Les mécanismes de frittage : Croissance de grains et frittage	15
Figure 1.8 Frittage phase solide	16
Figure 1. 9 Frittage de deux sphères au stade final.	17
Figure I.10 : Représentation schématique des contributions respectives des trois grandes étapes du frittage en phase liquide.	18
Figure I.11 : Principe de : a) compaction isostatique à chaud (HIP). b) frittage sous charge (HP),	18
Figure I. 12 : Schématisation du procédé de frittage flash	21
Figure 1. 13 types de frittage	22
Figure II.2 : microstructure de cuivre	27
Figure II.5 : Principaux domaines d'application du cuivre et de ses alliages [12].	31
Figure II.7 : résistance a la rupture en fonction du pourcentage de zinc	33
Figure III. (pion/bille)-disque.	40
Figure 3. 2 Tribomètre de type	40
Figure 3.4: Schéma représentatif des modes d'usure.	42
Figure III.5 Usure abrasive a deux corps.	45
Figure III.6 Usure abrasive à trois corps fermée.	45
Figure III.7: Usure abrasive à trois corps ouverts.	46
Figure III.7 Phénomène élémentaire de l'usure adhésive .	46
Figure III. 8 Mécanisme d'usure par fatigue.	47
Figure 3. 6 Mécanisme d'usure par érosion	48
Figure 3. 7 Couple pion sur disque	51
Figure IV. 1 (A) cuivre pur. /(b) Balance de précision Type ADAM.	54
Figure IV. 2 Dispositif de compactage	55

Figure IV. 3 Presse hydraulique de type	55
Figure IV.4 la poudre de cuivre dans dispositif .	55
Figure IV.5 cuivre pure après compactage	56
figure IV.6 : graphe de	56
Figure IV. 7 Creuset en Alumine. Figure IV. 8 Four (Nabertherm B180).	57
Figure IV. 9 Polisseuse mécanique.	57
Figure IV. 10 Solution diamantée (A) 3 μ m ; (B) 1 μ m ; (C) 0.25 μ m	58
Figure IV. 11 Pastille avant et pendant et après polissage.	58
Figure IV. 11 Poudres utilisées	58
Figure IV. 12 Bromure de Potassium KBr .	59
Figure 4. 15 Schéma de compactage.	61
Figure IV. 16 Dispositif d'encapsulation	62
Figure IV. 17 Pastille encapsulé.	62
Figure IV.18 Les pastilles ont été placés dans des creusets en alumine	62
Figure 4. 19 Sel protecteur fondu	63
Figure IV. 20 Agitateur magnétique.	64
Figure IV. 21 Filtration de Cr ₂ AlC.	64
Figure IV. 22 Four MEMMERTI	65
Figure IV. 23 Poudre Cr ₂ AlC.	65
Figure IV. 24 Cr ₂ AlC récupérés.	65
Figure IV. 25 KBr récupérés.	65
Figure IV.26.les échantillon de Cu/Cr ₂ AlC.	66
Figure IV. 27 Micro d'uro-mètre de type Vickers (INOVATEST FALCON 400)	67
Figure IV. 28 Microscope optique de type Nikon Eclipse	68
Figure IV. 29 Tribomètre de type CSM Tribometer, Switzerland, Anton Paar TRB3.	69
Figure V .1 La microstructure d'échantillons a une température de frittage 800°C (a) cuivre pure ;b) cuivre + 1% Cr ₂ AlC ;c) cuivre + 2% Cr ₂ AlC...d) cuivre + 5% Cr ₂ AlC. Dans un même agrandissement .	71
Figure V.2 :1 La microstructure d'échantillons à une température de frittage 800°C (a) cuivre pure b) cuivre + 1% en poids Cr ₂ AlC c) cuivre + 2% Cr ₂ AlC ; d) cuivre + 5% Cr ₂ AlC. Dans un même agrandissement à l'échelle 100 μ m.	72
Figure V.3 La microstructure d'échantillons a une température de frittage 800°C (a) cuivre pure b) cuivre + 1% en poids Cr ₂ AlC C) cuivre + 2% Cr ₂ AlC ;d) cuivre +	72

5% Cr ₂ AlC. Dans un même agrandissement a l'échelle 500 μm.	
Figure V.4 la microstructure des l'échantillent (a) cuivre pure b) cuivre + 1% e Cr ₂ AlC c) cuivre + 2% Cr ₂ AlC ; d) cuivre + 5% Cr ₂ AlC. Dans un même agrandissement a l'échelle 100 μm, traité avec logiciel image j.	73
Figure V .5: Coefficient de frottement de cuivre pur contenant différentes concentrations de la phase MAX en fonction de distance (m).	75
Figure.12 : Les valeurs du taux d'usure (WR) calculées pour Cuivre pur et les composites élaborés sous charges (2N).	77
Figure IV.7 : Les valeurs du taux d'usure (WR) calculées Cu pure et les composites élaborés sous charges appliquées (2N).	78
Figure V.8 Microscopies optique des traces d'usure (charge 2N) de Cuivre et phase max	79
Figure V.9 Microscopies optique des traces d'usure (charge 2N) de Cuivre et phase max	80

Liste des tableaux

Tableau	Page
Tableau I.1: Une liste des phases MAX connues à ce jour, à la fois en vrac et en film mince [11]	05
Tableau (I.2) : Valeurs des paramètres de maille de quelques phases MAX	07
Tableau I.3: les propriétés de Cr ₂ AlC [20,21,22,23]	14
Tableau I. 4 : Une combinaison exceptionnelle entre les propriétés des matériaux métalliques et les céramiques	23
Tableau II. 1 : fiche technique du cuivre [7].	25
Tableau II.2 Données cristallographiques du cuivre métallique	26
Tableau II-4 : Les propriétés physico chimique de cuivre. [10]	30
Tableau IV. 1 Les caractéristiques des différentes poudres	60
Tableau V.1 De pourcentage de porosité dans les échantillon .	73
Tableau V. 2 Résultats micro dureté avant et après frittage.	74
Tableau V. 2 Résultats micro dureté avant et après frittage.	74
Tableau .3:le coefficient de frottement en fonction de pourcentage de la phase MAX (Cr ₂ AlC).	75
Tableau .3:le coefficient de frottement en fonction de pourcentage de la phase MAX (Cr ₂ AlC).	75
Tableau V.1: Taux d'usure des échantillons.	77

Introduction général

Les composites de cuivre, qui combinent les propriétés conductrices et mécaniques du cuivre avec les avantages d'autres matériaux, ont suscité un intérêt considérable dans le domaine du génie des matériaux. L'ajout de particules ou de phases secondaires dans la matrice de cuivre permet de modifier et d'améliorer les caractéristiques du matériau, ouvrant ainsi la voie à une gamme de nouvelles applications.

Dans cette étude, nous nous concentrons sur l'incorporation de Cr₂AlC, un carbure ternaire de chrome, aluminium et carbone, dans la matrice de cuivre. Le Cr₂AlC présente des propriétés intéressantes telles qu'une résistance élevée, une bonne conductivité thermique et une excellente résistance à l'oxydation. L'ajout de Cr₂AlC dans le cuivre pur offre la possibilité de combiner ces propriétés avec la conductivité électrique élevée du cuivre.

L'objectif de cette étude est d'évaluer les propriétés structurales, mécaniques et thermiques des composites de cuivre avec différentes concentrations de Cr₂AlC. Nous examinerons l'effet de l'ajout de Cr₂AlC sur la microstructure, la résistance mécanique, la conductivité électrique et la conductivité thermique des composites. Nous utiliserons des techniques d'observation, telles que la microscopie optique et électronique, pour analyser la morphologie et la distribution des phases dans les échantillons composites.

Les résultats de cette étude permettront de mieux comprendre les propriétés des composites de cuivre avec l'ajout de Cr₂AlC et ouvriront la voie à de nouvelles applications dans des domaines tels que l'industrie électronique, l'aérospatiale et l'énergie.

CHAPITRE I :

Synthèse des phases MAX

I. INTRODUCTION SUR LES PHASES MAX :**I.1-Historique des phases MAX :**

Les phases MAX sont une famille de matériaux qui a été découverte dans les années soixante par une équipe dirigée par W.Jeitschko et H.Nowonty [1] à Vienne. Cette découverte a conduit à la synthèse de plus de cent nouveaux carbures et nitrures, qui ont été appelés à l'époque les phases de Hagg ou "H Phases". La formule chimique de ces matériaux est M_2AX , où M représente un métal de transition et X est soit du carbone, soit de l'azote. Par la suite, Nowonty et d'autres chercheurs ont réussi à synthétiser environ quarante phases M_2AX , ainsi que d'autres composés tels que Ti_3SiC_2 et Ti_3GeC_2 . [2]

En 1970 [3,4] une publication sur la synthèse des phases Ti_2AlN et Ti_2AlC par une équipe russe, révèle que la micro - dureté des phases synthétisées était entre 21GPa et 24GPa, résultats qui ne correspondent pas aux valeurs trouvées plus récemment par d'autres équipes de recherches.

Dans les années 90, les « H Phases » ont suscité un regain d'intérêt dans la communauté scientifique, après avoir été délaissées pendant un certain temps. En 1996 [5,6], Barsoum et El-Raghy [7] de l'Université de Drexel à Philadelphie, aux États-Unis, ont réussi à synthétiser en grande quantité et à caractériser des échantillons monophasés de Ti_3SiC_2 . Ces matériaux présentent une combinaison unique de propriétés intermédiaires entre celles des céramiques et celles des métaux. Comme les céramiques, ils sont très rigides, ont une faible densité et sont hautement résistants à l'oxydation et aux chocs thermiques. Cependant, ils sont également usinables et ont de bonnes conductivités électriques et thermiques. Cette découverte a suscité un grand intérêt pour les H Phases en tant que nouveaux matériaux prometteurs pour une gamme d'applications industrielles.

Au début des années 2000, cette même équipe synthétise une nouvelle phase Ti_4AlN_3 [8,9], ayant des propriétés semblables et partageant la même structure de base que la phase Ti_3SiC_2 . Les conclusions tirées, ces matériaux, nombreux qu'ils soient, connaissent des compositions chimiques différentes tout en partageant une même structure cristallographique et des propriétés identiques. Ils sont désormais appelés les phases

$M_{n+1}AX_n$ (avec $n = 1, 2, \text{ ou } 3$) ou plus fréquemment « Phases MAX ».

I.2-STRUCTURE :

I.2.1- Éléments chimiques :

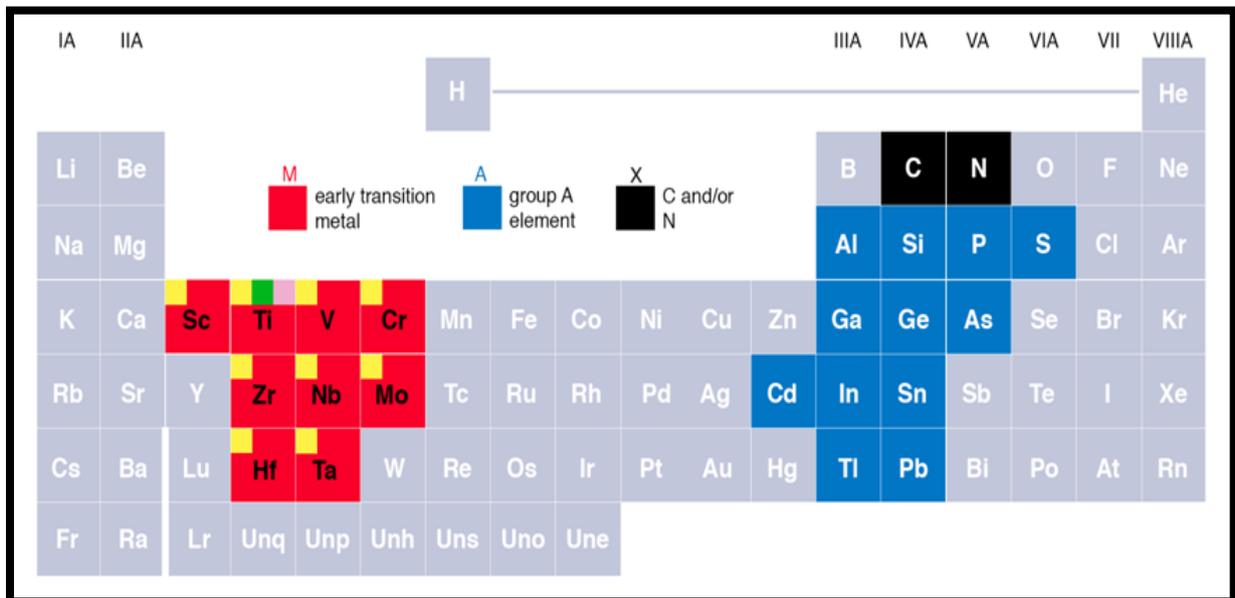
Les phases MAX tirent leur nom de leur composition chimique $M_{n+1}AX_n$ avec:

M : un métal de transition (Ti, Cr.....)

A : un élément du groupe A du tableau périodique (Si, Al,.....).

X : l'azote ou le carbone (C).

L'indice n varie de 1 à 3, et les structures M_2AX , M_3AX_2 et M_4AX_3 correspondantes sont nommées respectivement 211, 312 et 413. La .figure (I.1) montre les différents éléments utilisés et donne la liste des phases thermodynamiquement stables [10]



Figure(I.1) : tableau périodique indiquant les éléments M, A et X pouvant former une phase MAX .

Tableau I.1: Une liste des phases MAX connues à ce jour, à la fois en vrac et en film mince [11]

Catégorie 211	Catégorie 312	Catégorie 413
Ti ₂ CdC, Sc ₂ InC, Ti ₂ AlC, Ti ₂ GaC, Ti ₂ InC, Ti ₂ TiC, V ₂ AlC, V ₂ GaC, Cr ₂ GaC, Ti ₂ AlN, Ti ₂ GaN, Ti ₂ InN, V ₂ GaN, Cr ₂ GaN, Ti ₂ GeC, Ti ₂ SnC, Ti ₂ PbC, V ₂ GeC, Cr ₂ AlC, Cr ₂ GeC, V ₂ PC, V ₂ AsC, Ti ₂ SC, Zr ₂ InC, Zr ₂ TiC, Nb ₂ AlC, Nb ₂ GaC, Nb ₂ InC, Mo ₂ GaC, Zr ₂ InN, Zr ₂ TiN, Zr ₂ SnC, Zr ₂ PbC, Nb ₂ SnC, Nb ₂ PC, Nb ₂ AsC, Zr ₂ SC, Nb ₂ SC, Hf ₂ InC, Hf ₂ TiC, Ta ₂ AlC, Ta ₂ GaC, Hf ₂ SnC, Hf ₂ PbC, Hf ₂ SnN, Hf ₂ SC	Ti ₃ AlC ₂ , V ₃ AlC ₂ , Ti ₃ SiC ₂ , Ti ₃ GeC ₂ , Ti ₃ SnC ₂ , Ta ₃ AlC ₂	Ti ₄ AlN ₃ , V ₄ AlC ₃ , Ti ₄ GaC ₃ , Ti ₄ SiC ₃ , Ti ₄ GeC ₃ , Nb ₄ AlC ₃ , Ta ₄ AlC ₃ ,

I.2.2-STRUCTURE CRISTALLOGRAPHIQUE :

Les phases MAX ont une structure hexagonale et sont décrites par le groupe d'espace P63/mmc. La figure (1 .2) présente les différentes mailles élémentaires selon la valeur de n, dans chaque cas, nous avons alternance de couches pures de l'élément M séparées par des couches de l'élément A, les atomes X remplissant les sites octaédriques entre les couches M, la différence entre ces trois groupes réside uniquement sur le nombre de couches M, dans le cas du groupe 211 (par exemple : Ti₂PbC, Zr₂PbC, Hf₂PbC) nous avons deux couches de l'élément M, trois pour le groupe 312 et quatre pour le groupe 413 cependant, dans tous les cas, l'atome X occupe les sites octaédriques formés par les atomes M, les éléments A se situent au centre de prismes trigonaux qui forment des sites de volume plus grand que celui

des sites octaédriques et ils sont donc à même d'accueillir des atomes A plus gros, les octaèdres M6X sont identiques à ceux trouvés dans les structures cubiques de type NaCl .

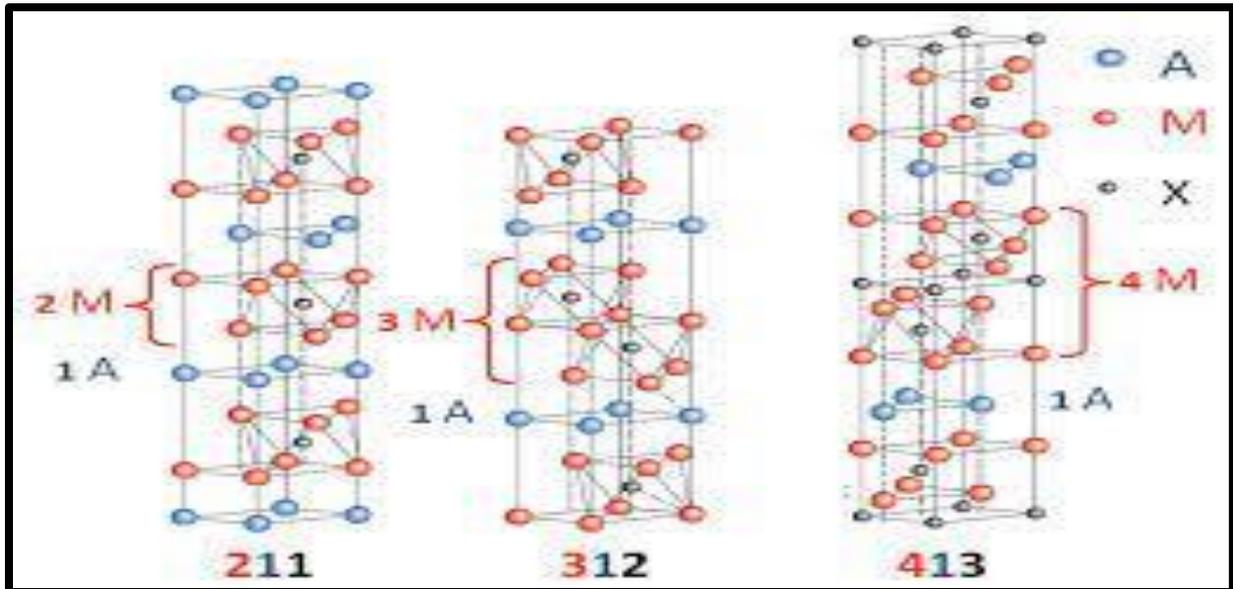


Figure (I.2) : Les trois mailles élémentaires des trois structures des phases MAX :

(a) Structure 211, (b) structure 321 et (c) structure 413. [12]

Les phases MAX sont des composés qui présentent une structure cristalline particulière. Elles sont constituées de plans métalliques A séparés par une couche d'octaèdres dans la phase M2AX, deux couches dans la phase M3AX2 et trois couches dans la phase M4AX3. Cette structure confère aux phases MAX une caractéristique de nanolamellaire qui est clairement observable sur les images de microscopie électronique haute résolution (METHR) [12]. Une image en Z-contraste de la phase Ti3SiC2 montre les empilements caractéristiques de ces phases, où les octaèdres forment une structure compacte où les atomes du métal de transition occupent des sites octaédriques, chacun d'eux étant occupé par un atome de carbone ou d'azote.

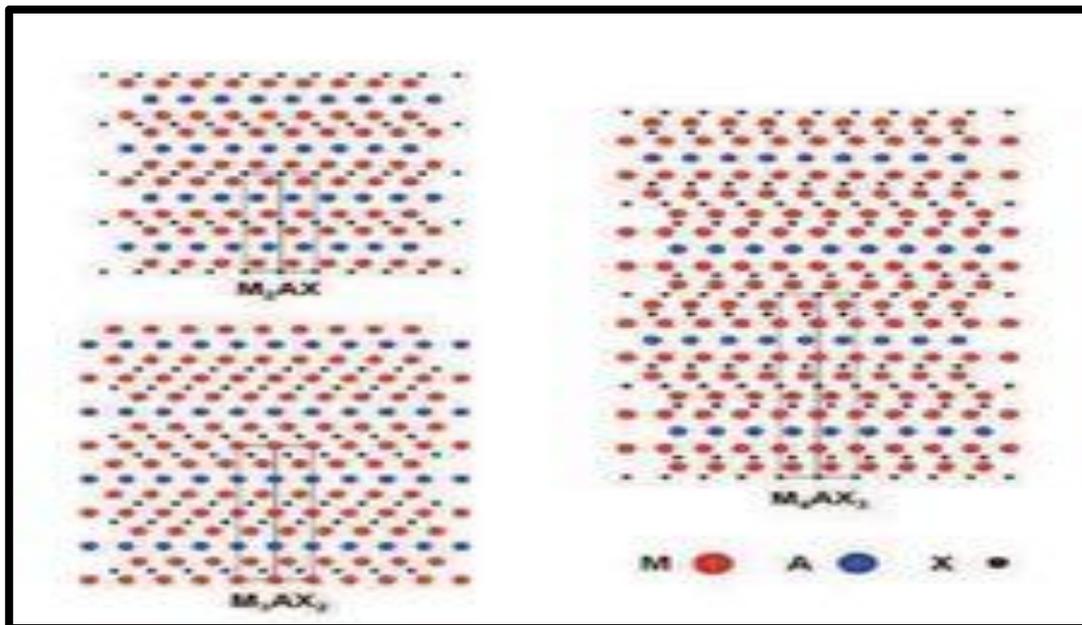


Figure I.3 Enchainements des plans pour les structures 211, 312 et 413 [12]

Phase	Paramètre a (Å)	Paramètre c (Å)	Rapport a/c
Ti2AlN	2,99	13,61	4,55
Ti2AlC	3,04	13,60	4,47
Cr2AlC	2,86	12,80	4,47
Ti2SC	3,22	11,20	3,47
Ti3SiC2	3,07	17,67	5,75
Ti3AlC2	3,08	18,58	6,03
Ti3SnC2	3,14	18,65	5,93
(V0,5Cr0,5)3AlC2	2,89	17,73	6,13
Ta3Al0,6Sn0,4C2	3,09	19,13	6,19
Ti4AlN3	2,99	23,27	7,78
Ti4SiC3	3,05	22,67	7,43
Ti4GaC3	3,05	23,37	7,66
Ti4GeC3	3,08	22,85	7,41
α-Ta4AlC3	3,11	24,12	7,75
β-Ta4AlC3	3,09	23,70	7,66
Nb4AlC3	3,13	24,12	7,70
V4AlC3	2,92	22,69	7,77

Tableau (I.2) : Valeurs des paramètres de maille de quelques phases MAX

I.3- Les liaisons interatomiques des phases MAX :

Tous comme les phases MX correspondantes aux phases MAX, On peut trouver les trois types de liaisons interatomiques dans ces dernières, covalentes, ioniques et Métalliques.

I.3.1- La liaison covalente :

Elle se manifeste dans les phases MAX par la liaison entre les atomes M et X, c'est la liaison la plus forte dans la structure des phases MAX. La liaison M-A dans la structure des phases MAX est aussi considérée comme covalente, mais elle est faible par rapport à la liaison M-X. En outre, la liaison covalente est le partage des électrons entre deux atomes ou dans une molécule.

I.3.2-La liaison ionique :

Il est clair que les liaisons dans les blocs MX ont un caractère covalent vu que la faible différence d'électronégativité ΔX entre les éléments M et X (liaison covalente prédominante pour $\Delta X < 1,7$ [13]. La liaison ionique est l'échange des électrons dans une molécule.

I.3.3- La liaison métallique :

Cette liaison est représentée dans la structure des phases MAX par M-M. Vu la domination de la densité d'état au niveau de Fermi $N(E_f)$ par les orbitales des atomes M dans les phases MAX. Cette dernière liaison est généralement la responsable de la bonne conductivité électrique de type métallique affichée par les phases MAX dû à la création d'un nuage électronique.

I.4-La microstructure des phases MAX :

La structure générale d'une céramique peut être composée d'une phase ou plusieurs phases différentes séparées par des joints de grains, des défauts ou des impuretés peuvent être présents à cause du procédé d'élaboration.

El-Raghy et al. [14] Ont étudié les structures finales obtenues lors de la synthèse de la phase MAX Ti_3SiC_2 par pressage isostatique à chaud. Ils ont obtenu trois types de microstructures, et cette dernière se change en fonction du temps de maintien et de la température.

Les paramètres exceptionnels des Phases MAX sont particuliers vu qu'elles combinent les propriétés caractéristiques des céramiques et les propriétés des métaux. Les phases MAX présentent des propriétés (thermique, mécanique et électrique) similaires avec les phases MAX.

- Une microstructure à grains fins notée FG.
- Une microstructure à gros grains notée CG.
- Une microstructure intermédiaire avec de gros grains dans une matrice de grains fins.

Ces matériaux ont la particularité de conjuguer certaines propriétés des métaux aux propriétés caractéristiques des céramiques. La figure suivante montre les trois microstructures des phases MAX [18].



Figure I. 4: Observation optique du Ti₃SiC HIP 1450°C (a) Structure FG t=8h (b) structure CGFG t=16h (c) structure CG t=24h [15].

I.5- Les propriétés des phases MAX :

L'intérêt des phases MAX découle de leur particularité à allier les avantages des métaux et des céramiques. Ce sont des matériaux réfractaires possédant une bonne stabilité chimique, des propriétés thermomécaniques remarquables, une bonne résistance à la corrosion et à l'oxydation et des conductivités thermiques et électriques élevées. Ils présentent aussi l'usinabilité des alliages métalliques. Ils peuvent être utilisés dans des conditions extrêmes, i.e. à haute température et sous atmosphère oxydante. Ils sont donc pressentis pour des applications dans le domaine de la propulsion, tant civile que militaire.

I.5.1- Les propriétés thermiques :

Les phases MAX sont des matériaux avec un point de fusion non congruent : le carbure ou nitrure binaire se forme ainsi qu'une phase liquide riche en élément A. Ti_3SiC_2 , par exemple, a une température de décomposition supérieure à 2300 °C sous vide ce qui en fait un matériau réfractaire [16]. Mais cette température en milieu oxydant est diminuée jusqu'à environ 1000°C.

I.5.2- Résistance à l'oxydation :

Pour des applications, notamment dans le domaine des transports, la résistance à l'oxydation en température est un paramètre critique pour les phases MAX. Leur composition les rend d'autant plus vulnérables à ce phénomène, du fait de l'affinité des métaux et du carbone avec l'oxygène. Ces phases commencent à s'oxyder dès 600 °C environ en suivant la réaction suivante (**Équation I-1**) :



Certaines phases MAX ont néanmoins démontré leur résistance aux atmosphères oxydantes. Celle-ci dépend de la capacité de la phase à former une couche passivante d'oxyde (dense et imperméable) à sa propre surface pour empêcher la diffusion de l'oxygène vers l'intérieur et donc la consommation du matériau sous-jacent.

Certaines phases MAX contenant de l'aluminium sur le site A, par exemple Cr_2AlC , Ti_2AlC et Ti_3AlC_2 , forment des couches protectrices de $\alpha-Al_2O_3$. Dans ces phases, l'élément A, faiblement lié à la structure, est capable de s'en extraire pour former une couche d'oxyde, protégeant le matériau jusqu'à des températures pouvant atteindre 1400 °C. Toutes les phases

MAX contenant de l'aluminium ne sont néanmoins pas protégées des conditions oxydantes. Ceci est lié à des phénomènes de compétition entre les réactions d'oxydation de l'élément A et de l'élément M. V_2AlC , Ta_2AlC et Nb_2AlC , par exemple, forment les composés M_2O_5 , qui ne donnent pas de couche adhérente, dès des températures relativement basses (600 °C-900 °C).

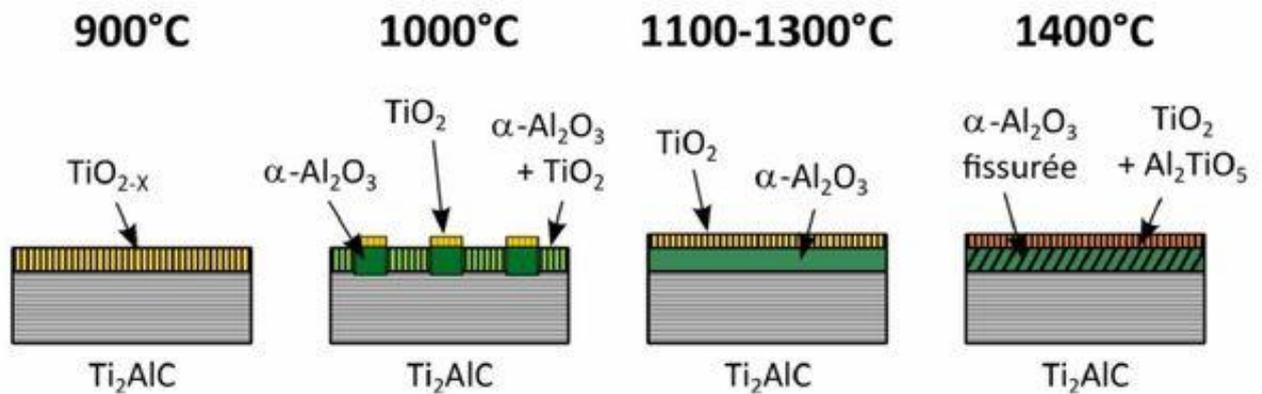


Figure I.5 : Schéma de la formation d'une couche d'oxyde à la surface d'un matériau de Ti_2AlC , selon Cui et al. [17]

I.5.3- Les propriétés mécaniques :

Les propriétés mécaniques des céramiques sont influencées par les matières premières utilisées et les techniques de fabrication, qui déterminent la microstructure finale ainsi que la distribution des phases présentes. Les phases MAX, qui sont également considérées comme des céramiques, sont également influencées par la taille des grains. Bien que les phases MAX soient relativement récentes, les recherches se sont principalement concentrées sur le composé Ti_3SiC_2 .

I.5.4- Les propriétés élastiques :

Soumis à une contrainte, un cristal se déforme de manière linéaire par rapport à cette contrainte pourvu que la déformation engendrée soit faible, lorsque la contrainte est supprimée, le matériau revient dans son état standard de manière réversible, ce comportement observé pour tous les matériaux est dit élastique, si la déformation dépasse un certain seuil, deux comportements sont observés [18]

Matériaux fragiles :

Le matériau rompt avant d’avoir quitté le régime élastique, la rupture dite fragile est caractérisée par l’absence de déformation plastique macroscopique et donc par la propagation très rapide des fissures avec faible consommation d’énergie, la rupture est bien nette, elle suit des plans cristallographiques, on parle de rupture par clivage (exemple: Verres, céramiques et à basse température les métaux cubiques centrés ou certains polymères).

Matériaux ductiles:

Au-delà du régime élastique (marqué par la limite d’élasticité ou yield strength) apparaît le régime plastique, voir figure I.10, le matériau commence à se déformer de manière irréversible, ceci se produit par un glissement des plans atomiques les uns sur les autres, ce glissement de plans atomiques se fait grâce au déplacement de défauts linéaires appelés dislocations, de la limite d’élasticité à la contrainte ultime (ultimate strength), on observe un régime de durcissement par déformation plastique aussi appelé écrouissage (strength hardening).[19]

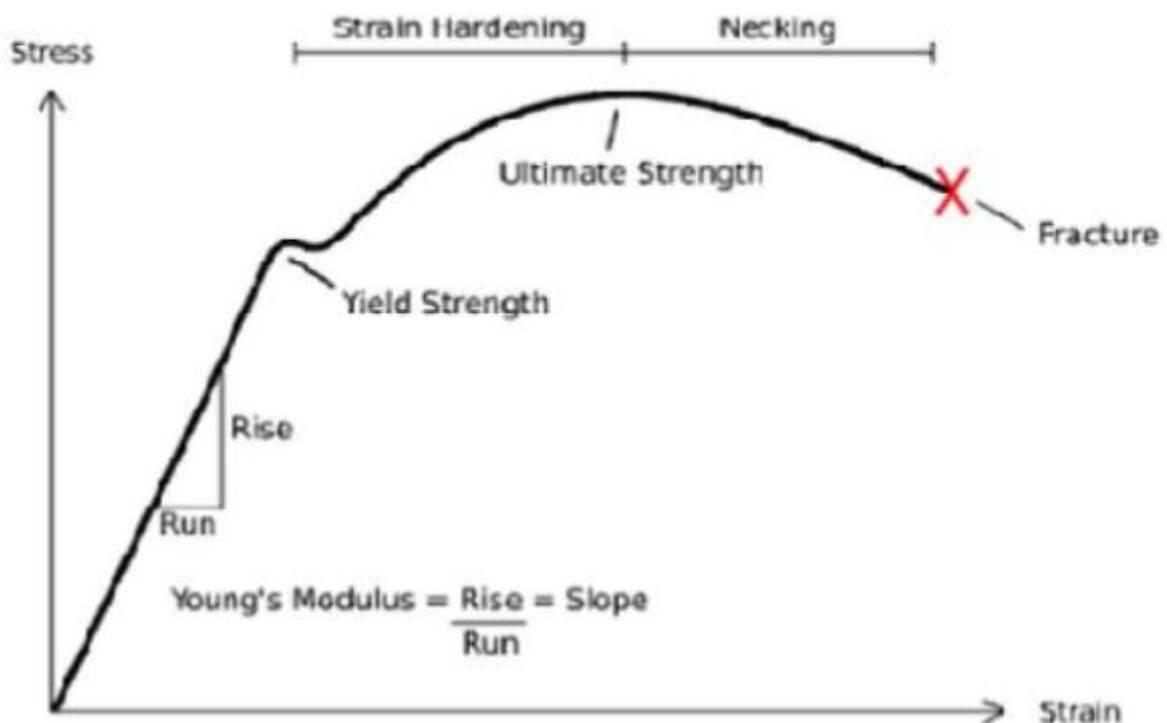


Figure I.6 : Courbe contrainte-déformation typique d’un matériau ductile.

Ce durcissement est dû aux mouvements des dislocations atomiques, enfin au-delà de la contrainte ultime, un étranglement se forme (necking) puis le matériau rompt, la limite d'élasticité d'un matériau dépend de plusieurs facteurs dont les principaux sont:

Les forces de cohésion interatomique: Plus les liaisons entre atomes sont importantes, plus il est difficile de les déplacer donc plus la limite d'élasticité est élevée.

La structure cristalline : Les glissements - les déplacements des dislocations se font plus facilement sur les plans atomiques ayant une forte densité, les cristaux ayant le plus de possibilités de glissements sont les cristaux de structure cubique à face centrée, de fait, les matériaux les plus ductiles or plomb, aluminium, cuivre sont cubiques à face centrée.

Les atomes étrangers bloquent les dislocations, les métaux purs sont plus ductiles que les métaux alliés.

Les dislocations sont bloquées par les joints de grain, plus il y a de joints de grain, donc plus les cristallites sont petits, plus la limite d'élasticité est élevée.

I.5.5-Propriétés chimiques :

Une bonne résistance à l'oxydation est nécessaire pour un matériau destiné à des applications sous air et à haute température. Les matériaux les plus résistants à l'oxydation sont les oxydes et, dans une moindre mesure, les autres céramiques (carbures – nitrures) mais qui présentent de faibles

Résistances aux chocs thermiques. Aussi, la capacité du matériau à développer une couche d'oxyde protectrice, telles que l'alumine Al_2O_3 et la chromite Cr_2O_3 , qui sert de barrière à la diffusion de l'oxygène, détermine aussi la résistance du matériau à l'oxydation. Ainsi, les phases MAX, notamment celles contenant de l'Al et Cr (systèmes Ti-Al-C, Cr-Al-C et V-Al-C) présentent une bonne résistance à l'oxydation dans les gammes de température 500-1300°C. Aussi, une bonne tenue à la corrosion dans des milieux acides et basiques est également révélée. Il est à signaler que, contrairement aux matériaux métalliques et céramiques, le nombre d'études menées sur la résistance de ces matériaux à la corrosion en milieu aqueux (acides ou bases), du moins celles dont nous avons connaissance, est relativement faible.

Les propriétés de Cr₂AlC :

Le paramètre de maille (Å)	a = 2.86, c = 12.82
Densité (g/cm ³)	5.1 - 5.24
Dureté Vickers (GPa)	5.5 ± 0.4
Module d'Young (GPa)	288
Résistance à la flexion (MPa)	483
Résistance à la compression (MPa)	1159
Résistivité électrique (μΩm)	0.71 - 0.74
Coefficient de dilatation thermique (K ⁻¹)	1.26 X 10 ⁻⁵

Tableau I.3: les propriétés de Cr₂AlC [20,21,22,23]

I.6-Élaboration des phases MAX :

I.6.1-Historique de frittage:

La science du frittage n'est pas une science nouvelle, bien au contraire, la technique de frittage est très ancienne puisqu'elle précède les procédés de métallurgie classique : les Égyptiens l'utilisaient déjà pour la fabrication d'instruments, 3 000 ans avant notre ère. Par contre, elles ne sont vraiment développées qu'au XXème siècle (1930). En effet, depuis l'apparition de la science des céramiques, on observe de nombreuses innovations aussi bien dans le domaine des procédés que dans celui des compositions qui permet alors de nouvelles utilisations de la céramique.

Le phénomène de frittage – sachant que c'est un processus très complexe et recouvrant un important domaine d'existence – peut se définir comme « la manière de traitement thermique, avec ou sans application de pressions extérieures, au moyen duquel un système de particules individuelles ou un corps poreux modifie quelques-unes de ses propriétés dans le sens de l'évolution vers un état de compacité maximale, c'est à dire vers un état de porosité nulle ».

Le frittage permet donc, par l'utilisation de fours à haute température, de consolider le matériau après les étapes de mise en forme et de consolidation de la pâte qui représentent les différents stades d'élaboration d'une céramique.

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

I. 6.2- Techniques d'élaboration :

Elaboration des phases MAX L'élaboration d'échantillons massifs des phases MAX se fait selon deux méthodes différentes : la première combine synthèse et densification des échantillons massifs in situ tandis que pour la seconde, seule la densification intervient, la phase MAX ayant été élaborée au préalable sous forme pulvérulente selon l'un des procédés détaillés. Les deux voies choisies font souvent intervenir une pression externe pour favoriser le processus de densification. Les méthodes les plus communément employées pour obtenir des matériaux denses sont la compression uniaxiale à chaud, la compression isostatique à chaud et le frittage flash. Cette partie présente une étude non exhaustive des différentes conditions expérimentales décrites dans la littérature pour l'élaboration d'échantillon massifs de Ti_3SiC_2 , Cr_2AlC , Ti_2AlC et Ti_3AlC_2 par compression uniaxiale à chaud, compression isostatique à chaud et frittage flash.

I.6.3- Le frittage naturel :

Principe :

Le frittage est un phénomène qui n'est pas encore bien maîtrisé, de nombreux articles de la littérature s'attachent à en améliorer la compréhension ainsi qu'à tenter de le simuler, l'enjeu pour les céramistes est de réussir à obtenir une densité égale à la valeur théorique pour la céramique, en apportant la plus faible quantité d'énergie possible. Le principe de frittage sans ajout de pression est appelé frittage naturel [24], il existe trois types de frittage.

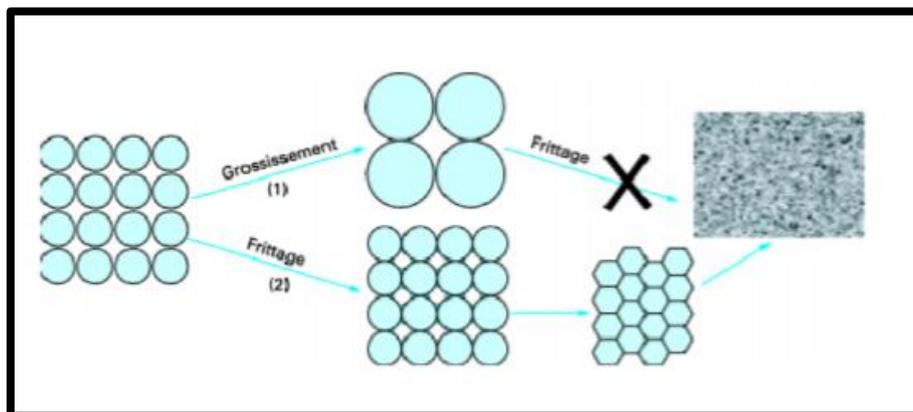


Figure I.7: Les mécanismes de frittage : Croissance de grains et frittage

I.6.4-Frittage en phase solide :

Au cours duquel tous les constituants restent solides. La densification est produite par la soudure et le changement de forme des grains. Ce frittage peut donc être monophasé à un constituant ou polyphasé.

On peut, de façon ponctuelle, ajouter des additifs qui permettent, sans créer de phase liquide, d'accélérer la densification. Ce mode de frittage est particulièrement utilisé pour les céramiques techniques dont la pureté des joints de grains est importante pour les propriétés d'usage : thermomécaniques (outils de coupe, barrières thermiques, combustible nucléaire), électriques ou magnétiques (diélectriques, varistances, supraconducteurs), optiques, voire biologiques [25].

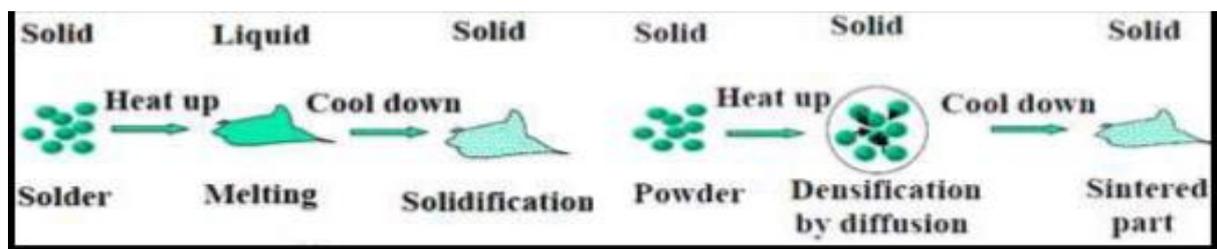


Figure 1.8 Frittage phase solide

I.6.5-Les différentes étapes de frittage en phase solide :

Le frittage en phase solide se déroule en trois étapes : le stade initial, le stade intermédiaire et

Le stade final. La densité relative ρ évolue au cours de ces étapes (.

Stade initial : $0,5 < \rho < 0,65$

Il y a d'abord formation rapide des ponts entre les particules par transport de matière, diffusion en surface, en volume, aux joints de grains ou en phase vapeur.

La courbure convexe des surfaces des grains et la courbure concave des cous se rapprochent.

On considère le stade initial terminé lorsque le rayon des ponts ou des cous atteint 40 à 50 % du rayon des particules.

Stade intermédiaire : $0,65 < \rho < 0,92$

Au cours de cette étape, la porosité ouverte est éliminée et on observe une densification importante.

Stade final : $\rho > 0,92$

Le stade final conduit à l'élimination de la porosité fermée. La microstructure peut évoluer avec des phénomènes plus ou moins marqués de croissance granulaire. Si toute la porosité disparaît, on atteint la densité théorique du matériau. Cette densité est difficile à atteindre.

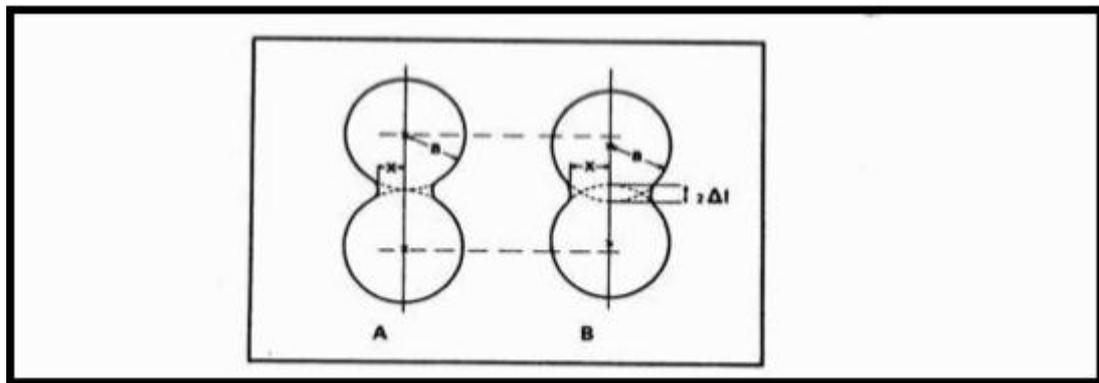


Figure 1. 9 Frittage de deux sphères au stade final.

I.6.6-Le frittage en phase liquide :

Dans ce processus de frittage, l'un des éléments constitutifs (qui représente une petite proportion) du mélange de poudres se transforme en phase liquide. Tout comme dans le frittage en phase solide, la réduction de l'énergie interfaciale joue un rôle clé en tant que force motrice. Il est essentiel que la phase liquide mouille efficacement la phase solide, ce qui favorise le processus.

Dans ce processus de frittage, l'un des éléments constitutifs (qui représente une petite proportion) du mélange de poudres se transforme en phase liquide. Tout comme dans le frittage en phase solide, la réduction de l'énergie interfaciale joue un rôle clé en tant que force motrice. Il est essentiel que la phase liquide mouille efficacement la phase solide, ce qui favorise le processus.

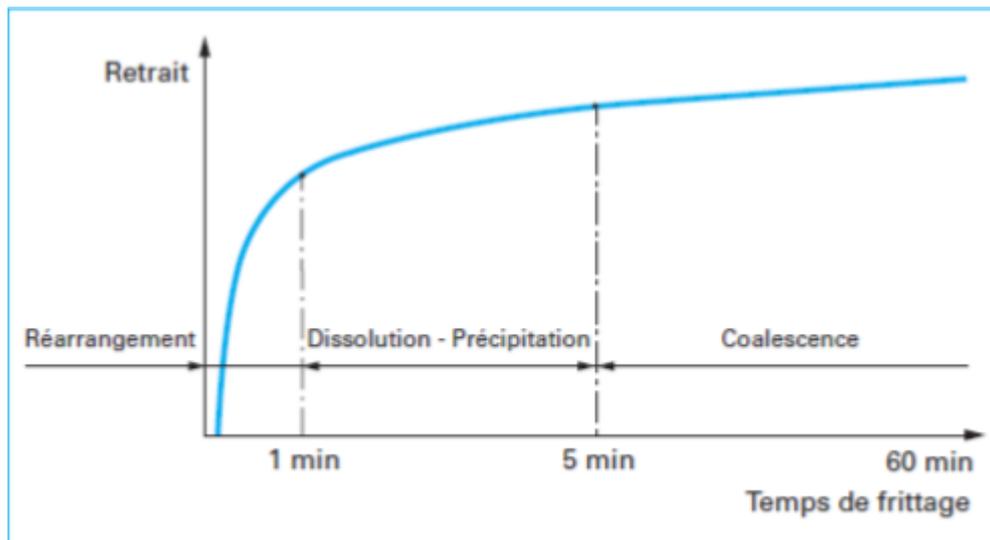


Figure I.10 : Représentation schématique des contributions respectives des trois grandes étapes du frittage en phase liquide.

I.6.7-Le frittage réactif :

Deux ou plusieurs constituants réagissent ensemble lors du frittage, la densification se faisant par précipitation du nouveau composé. Le principe du frittage est l'utilisation de l'énergie de surface lorsque le matériau est sous forme de poudre afin d'obtenir une structure dense. Deux phénomènes entrent en jeu pour réaliser le frittage :

- Un phénomène d'augmentation de la taille des particules de la poudre préalablement compactée, la taille des grains et des pores augmentent ensemble dans la structure.
- Un phénomène de création et d'extension de joints de grains, suivi d'un grossissement de grains qui permet à la structure de se densifier.
- La maîtrise du procédé comme la température et le temps de maintien après compactage à froid est important [26].

I.6.8-Les étapes du procédé sont donc les suivantes :

1. Obtention de la poudre initiale par un procédé adéquat, ou mélange des poudres de base dans le cas d'un frittage réactif.
2. Compaction de cette poudre afin de lui donner la forme finale de la pièce (en tenant compte du retrait).
3. Mise à la température de frittage dans un four, en général sous atmosphère contrôlée pendant le temps de frittage. Plus la poudre sera fine ($<1 \mu\text{m}$), plus l'énergie de surface sera importante et moins les porosités seront grandes, l'obtention d'une poudre de grande qualité

est donc primordiale, la poudre de base peut avoir la composition de la céramique finale ou bien être constituée du mélange stœchiométrique des différents éléments, comme dans le cas du frittage réactif, dans ce cas, la création du matériau sa densification et sa mise en forme se font simultanément, si la poudre de base a la composition finale de la céramique, elle doit être obtenue par un autre procédé, les poudres de carbure et de nitrure de silicium sont par exemple obtenues par réaction du silicium sur le carbone et l'azote respectivement, la poudre d'alumine est fabriquée à partir de son composé hydraté, la bauxite, extraite du gisement, puis concassée, chauffée et tamisée afin d'obtenir la poudre finale .[27]

I.6.9- Frittage sous pression mécanique :

Le frittage sous contraintes est effectué quand on veut obtenir une densification plus complète ou utiliser une température plus basse. Pour appliquer la pression on peut mettre en œuvre la compaction en matrice ou la compaction isostatique. Les contraintes appliquées activent la diffusion aux contacts particuliers à des températures relativement basses par rapport au frittage conventionnel et peuvent, pour les métaux, entraîner une déformation plastique. Les dislocations ainsi créées accélèrent encore les phénomènes de diffusion [28].

I.6.9.1-Technique du pressage à chaud unidirectionnel « HP » :

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

La charge de pressage est appliquée mécaniquement sur le piston à une vitesse et jusqu'à une valeur choisies. Elle est maintenue le temps voulu, puis enlevée à une certaine vitesse. Le refroidissement après Enlèvement de la charge se fait naturellement.

I.6.9.2-Technique du pressage isostatique à chaud « HIP » :

Le pressage isostatique à chaud (ou HIP, pour High Isostatic Pressing) est une méthode utilisée pour compacter des poudres pulvérulentes ou préalablement compactées. Son objectif est d'appliquer une pression uniforme dans toutes les directions lors du frittage de céramiques. Cette technique est largement employée pour le frittage réactif de phases MAX.

Le processus commence avec une poudre initiale composée d'un mélange des différentes poudres des éléments constitutifs du matériau final, dans des proportions stœchiométriques. Ces poudres sont mélangées pendant plusieurs heures dans un mélangeur rotatif, en utilisant des billes d'alumine.

Ensuite, l'échantillon est placé dans une capsule hermétique scellée sous vide ou sous atmosphère inerte, en fonction des besoins. Cette capsule est ensuite introduite dans un four où elle est soumise simultanément à la pression et à la température. La pression est dite isostatique car elle est générée par la pressurisation d'un gaz, tel que l'argon ou l'azote, qui agit sur l'échantillon dans toutes les directions de l'espace. La pression et la température peuvent atteindre respectivement jusqu'à 2000 bars et 2000 °C.

La température est générée par un résistor en graphite, alimenté par un courant maximal de 140A, tandis qu'un compresseur comprime l'argon injecté dans l'enceinte de la presse isostatique.

Cela permet d'obtenir une densification homogène de la poudre, améliorant ainsi les propriétés mécaniques et structurales du matériau final. Le processus de pressage isostatique à chaud offre donc un moyen efficace de produire des céramiques hautement densifiées et de qualité supérieure.

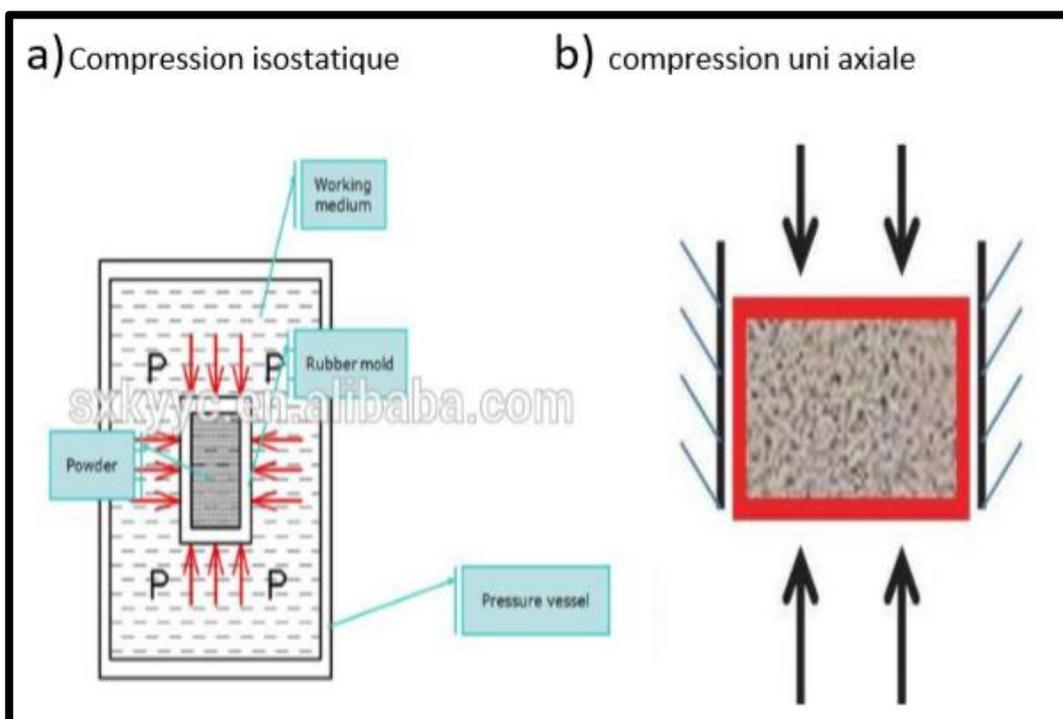


Figure I.11 : Principe de : a) compaction isostatique à chaud (HIP). b) frittage sous charge (HP),

I.6.9.3-Technique du Spark Plasma Sintering « SPS » :

Durant le SPS, le chauffage n'est pas conféré de l'extérieur comme pour le HP, mais plutôt généré par effet Joule sur l'ensemble « moule-pistons-échantillon ». En fonction de l'intensité du courant pulsé, il est possible d'effectuer des cycles thermiques très courts de l'ordre de quelques minutes. Par ailleurs l'application de pression pouvant atteindre les 100 MPA permet de diminuer les cycles thermiques du frittage, ce qui permet de considérablement diminuer le phénomène de croissance granulaire et de conserver des tailles de grains nanométriques.

A noter qu'il existe d'autres types de synthèse par dépôt comme le CVD « Chemical Vapeur Déposition », PVD « Physical Vapeur Déposition », et Dépôt par PLD « Pulsed Laser Déposition ».

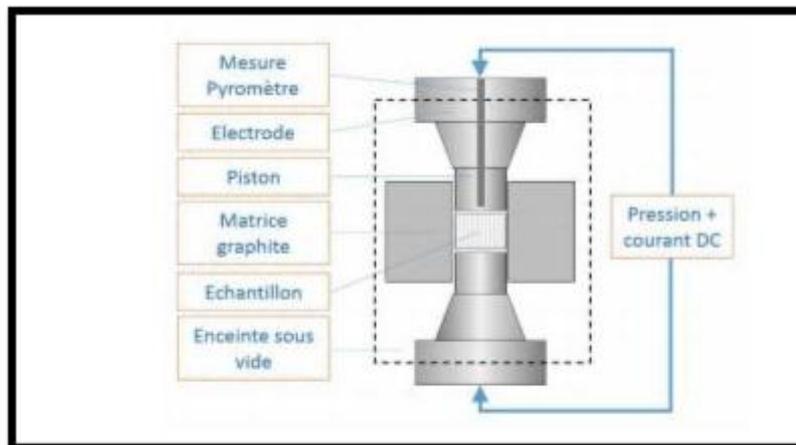


Figure I. 12 : Schématisation du procédé de frittage flash

I.7-Équipements et atmosphères utilisés :

Les fours de frittage sont des systèmes relativement complexes. Ils fournissent la chaleur nécessaire pour permettre la densification des pièces, mais leurs éléments constitutifs vont aussi jouer un rôle important.

Ainsi, de nombreux paramètres internes, tels que l'atmosphère, la pression, le matériau support, le type et la nature de l'enceinte, ou encore les éléments chauffants sont primordiaux pour une étape de densification optimale.

Avant de détailler l'influence de quelques-uns de ces facteurs, intéressons-nous brièvement aux différents types de four rencontrés industriellement [29]

I.7.1-Fours discontinus et continus :

Le frittage peut être effectué en discontinu (par batch), ou en continu.

Dans le premier cas, le four présente une enceinte fermée dans laquelle sont appliqués un cycle de température prédéterminé et une atmosphère contrôlée. Ces fours, adaptés aux séries plus faibles, présentent aussi l'avantage d'être plus polyvalents même si, au niveau productivité, ils sont moins performants que les fours de frittage en continu.

Dans le cas des fours en continu, les pièces se déplacent sur un tapis roulant et traversent des zones à températures et sous diverses atmosphères. Le profil de température est alors défini par la longueur du four et la vitesse à laquelle la charge se déplace.

I.8 Conclusion :

Le phénomène de frittage des céramiques permet donc de transformer une poudre minérale en pièce céramique dense, ceci qui explique alors pourquoi il est de plus en plus utilisé dans l'industrie et tend à encore se développer.

Sur un plan plus général, si la technique de frittage ne permet pas de se substituer à la métallurgie traditionnelle pour les pièces lourdes, elle est par contre appelée à jouer un rôle accru dans la production de nombreuses pièces comme par exemple des coussinets, des contacts électriques, des outils de coupe, ...

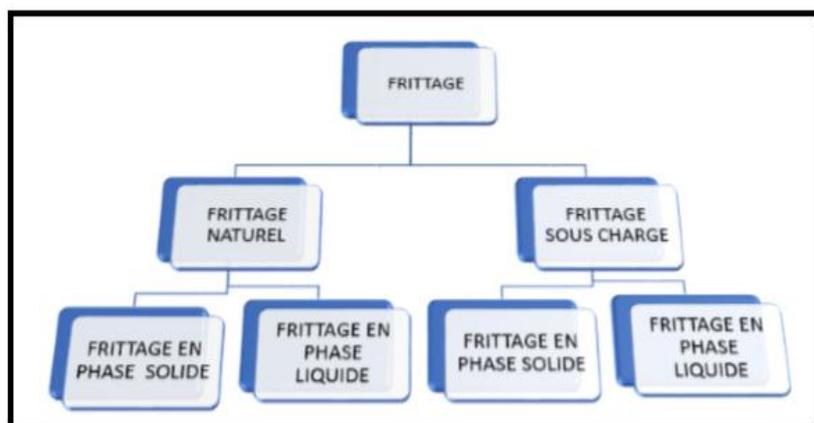


Figure 1. 13 types de frittage

Conclusion sur leurs propriétés générales :

La particularité des phases MAX réside dans leurs propriétés exceptionnelles qui résultent de leur structure nano-lamellaire et peuvent être résumées l'étude faite sur les propriétés des phases MAX dans le tableau suivant qui représente une combinaison exceptionnelle entre les propriétés des matériaux métalliques et les céramiques.

Tableau I. 4 : Une combinaison exceptionnelle entre les propriétés des matériaux métalliques et les céramiques

Propriétés métalliques	Propriétés céramiques
<ul style="list-style-type: none">- Excellents conducteurs électriques et Thermiques.- Très résistants aux chocs thermiques.- Tolérants à l'endommagement.- Facilement usinables.- Faible dureté.- Ténacité élevée.	<ul style="list-style-type: none">- Bonne résistance à l'oxydation.- Bonne résistance aux acides et aux bases.- Bonne résistance à la fatigue.- Réfractaires à haute température (>1300°C).- Conservation de l'essentiel des propriétés mécaniques à haute température.- Grande rigidité et faible densité.

Actuellement, plusieurs nouvelles solutions en voies de développement sur les phases MAX. Ces matériaux nano lamellaires augmentent le champ des applications industrielles à cause de leurs propriétés intéressantes [15].

CHAPITR II :
GENERALITES SUR LE
CUIVRE

INTRODUCTION :

Dans le temps moderne, le cuivre a connu un essor extraordinaire avec le développement de l'électricité dès le début du 20ème siècle. De nos jours, les applications électriques du cuivre restent son débouché fondamental et représentent environ la moitié de la consommation. Les propriétés du cuivre font qu'il convient très bien pour le transport de l'électricité. Non seulement le cuivre est malléable et ductile, mais il se caractérise par une bonne conductivité électrique et thermique [1]. Comme plusieurs autres métaux, le cuivre pur est obtenu par le procédé électrométallurgique par affinage électrolytique [2].

. Le Cuivre Dans la nature, le cuivre se présente essentiellement sous forme de minerais de sulfure qui doivent d'abord être traités pour fournir du métal brut, lequel peut ensuite être affiné pour atteindre une qualité convenant à l'usage désiré [3]. Il est l'un des métaux les plus anciennement connus. Sa métallurgie remonterait au 9e millénaire et l'on peut parler d'un âge du cuivre antérieur à l'âge du bronze. Le cuivre occupe une quantité modeste dans la composition de la croûte terrestre : 0,01% environ, où il se présente essentiellement sous forme de minerais sulfurés (80% du cuivre extrait), oxydés (15%) et à l'état natif (seulement 5% de toute la production actuelle de cuivre) [4].

Parmi les minerais les plus importantes il faut mentionner :

- La Chalcopirite, CuFeS_2 .
- La Bornite, Cu_3FeS_3
- La Chalcosite, CuS
- La Cuprite (pyrite cuprifère), Cu_2O
- Les carbonates basiques, malachite : CuCO_3 , $\text{Cu}(\text{OH})_2$ et Azurite: $2\text{CuCO}_3\text{-Cu}(\text{OH})_2$ sont exploités comme pierres d'ornement ou semi-précieuses. En métallurgie, le cuivre rentre dans de nombreux alliages comme le laiton (cuivre et zinc), le bronze (cuivre et étain), le maillechort (cuivre, nickel et zinc) [4].

2.1. L'histoire du cuivre :

Le cuivre est un des métaux les plus anciennement employés par l'Homme. Des objets en cuivre datant du neuvième millénaire avant Jésus-Christ ont été retrouvés en Irak. Sa métallurgie semble dater du cinquième millénaire, et son importance historique est telle que l'un de ses alliages, le bronze, a donné son nom à une période préhistorique (3500 ans à 1800 ans avant Jésus-Christ). Le colosse de Rhodes, l'une des sept merveilles du monde, terminé en 290 avant Jésus-Christ, a été réalisé, tout comme vingt-deux siècles plus tard la statue de la Liberté à New York, à l'aide de feuilles de cuivre. Actuellement avec une consommation mondiale de plus de 11 millions de tonnes par an c'est, après l'aluminium, le deuxième métal non ferreux le plus utilisé(5).

Moyennement abondant dans la croûte terrestre, le cuivre est inégalement réparti à la surface du globe et la plupart des gisements sont situés dans l'hémisphère sud (6). Le cuivre existait durant l'antiquité à l'état natif mais aujourd'hui il ne se présente plus que combiné à d'autres corps, sous la forme de sels. Ces sels contiennent de 30 à 90 % de cuivre mélangé aux stériles ou à d'autres métaux.

2.2. Fiche technique

Le tableau dessous représente quelque information physique et chimique sur le cuivre

Tableau II. 1 : fiche technique du cuivre [7].

Symbole	N° atomique	Électrons par niveau d'énergie	Masse atomique	Série	Densité	Point de fusion	Point d'ébullition
Cu	29	2, 8, 18, 1	63,546 u	métaux de transition	8,96	1.084,62 °C	2.562

Le cuivre est un élément métallique de couleur rouge brun, de symbole Cu et de numéro atomique 29. Le cuivre pur est très malléable et ductile, c'est un excellent conducteur d'électricité. Il présente également une bonne conductivité thermique; sa densité est de 8.9 et sa structure cristalline est cubique à face centrés (cfc) [8]. Le cuivre est un métal de transition du groupe IB comme l'or et l'argent.

Le cuivre cristallise dans une structure cubique à faces centrées appartenant au groupe d'espace Fm3m.

Tableau II.2 Données cristallographiques du cuivre métallique

Métal	Cu
Group d'espace	Fm3m
Paramètre de maille (Å)	a=3.615000
Volume (Å ³)	47.24
Masse molaire (g.mol ⁻¹)	63.54
Masse volumique (g.cm ⁻³)	8.935
Z (coordonnée)	4

La microstructure du cuivre :

Se réfère à l'organisation interne des grains et des phases présentes dans le matériau. Le cuivre pur a une structure cristalline cubique à faces centrées (CFC), ce qui signifie que ses atomes sont disposés de manière ordonnée selon une géométrie cubique et avec des atomes supplémentaires situés au centre de chaque face du cube.

La microstructure du cuivre peut être modifiée par divers traitements thermiques et mécaniques. Lorsqu'il est chauffé et refroidi rapidement, le cuivre peut subir une transformation appelée recuit, qui conduit à la formation de grains plus gros et moins nombreux. Cela donne une microstructure plus homogène et plus douce, ce qui rend le matériau plus malléable et plus facile à travailler.

En revanche, si le cuivre est déformé à froid par laminage ou par étirage, sa microstructure subit un durcissement par déformation. Cela conduit à la formation de dislocations, qui sont des défauts linéaires dans la structure cristalline. Les dislocations interfèrent avec le mouvement des atomes et rendent le matériau plus rigide et plus résistant.

En plus des grains et des dislocations, la microstructure du cuivre peut également contenir des impuretés ou des phases secondaires. Par exemple, le cuivre peut contenir de petites quantités d'oxygène, de soufre, de phosphore ou d'autres éléments qui ont été incorporés lors de la

fabrication du matériau. Ces impuretés peuvent former des phases distinctes à l'intérieur de la microstructure, ce qui peut affecter les propriétés du cuivre.

En résumé, la microstructure du cuivre est déterminée par la taille, la forme et la distribution des grains, la densité des dislocations et la présence d'impuretés ou de phases secondaires. Ces caractéristiques microstructurales influencent les propriétés mécaniques, électriques et thermiques du cuivre,

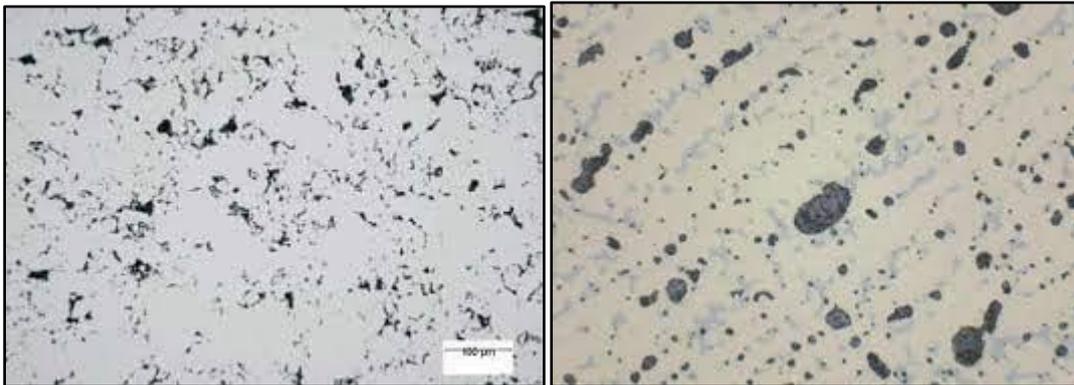


Figure II.2 : microstructure de cuivre

2.3 Propriétés du cuivre :

2.3.1. Propriétés physiques :

La plupart des propriétés du cuivre métallique dépendent du degré de pureté et de la source du métal. Les variations de propriétés sont causées par :

- Grade de cuivre, c'est-à-dire la teneur en oxygène : cuivre désoxydé, cuivre sans oxygène
- Contenu d'impuretés natives (par exemple, arsenic) ou restes d'additifs (par exemple, phosphore), qui forment des solutions solides ou des phases séparées aux joints de grains[9]
- Prétraitement thermique et mécanique du métal, qui conduit à des états tels que le cuivre coulé, cuivre laminé à chaud, travaillé à froid (dur) cuivre, cuivre recuit (doux) et fritté.

Ces différences de propriété sont liées à la pureté et aux imperfections détectées dans le réseau cristallin. Deux groupes de propriétés doivent être distingués :

- Faible dépendance à l'égard du réseau cristallin détecté, par exemple, les propriétés

- caloriques et thermodynamiques, comportement magnétique et caractéristiques nucléaires. Grande dépendance vis-à-vis des défauts, par exemple conductivité électriques,

- conductivité thermique, comportement plastique, phénomènes cinétiques et résistance à la corrosion.

Les variations de propriétés sont causées soit par des imperfections physiques du réseau (luxations, vides du réseau et atomes interstitiels) ou par des imperfections chimiques (substitution solutions solides) [9]

2.3.2. Propriétés mécanique :

Le cuivre possède plusieurs propriétés mécaniques qui en font un matériau intéressant dans de nombreuses applications. Voici quelques-unes des principales propriétés mécaniques du cuivre :

Résistance mécanique : Le cuivre pur est relativement mou et a une faible résistance mécanique. Cependant, sa résistance peut être considérablement améliorée par un durcissement par déformation à froid ou par l'ajout d'éléments d'alliage. Par exemple, l'alliage de cuivre le plus couramment utilisé est le laiton, qui est un alliage de cuivre et de zinc. Les alliages de cuivre présentent une gamme de résistances mécaniques, adaptées à différentes applications.

Ductilité : Le cuivre est un matériau ductile, ce qui signifie qu'il peut être déformé de manière significative sans se rompre. Cette ductilité permet au cuivre d'être facilement transformé en fils, en feuilles minces ou en tubes, ce qui le rend approprié pour une utilisation dans les industries de l'électricité, de la plomberie et de l'électronique.

Ténacité : Le cuivre présente une bonne ténacité, ce qui signifie qu'il peut absorber une quantité raisonnable d'énergie avant de se rompre. Cela le rend résistant aux chocs et aux impacts, ce qui est important dans de nombreuses applications.

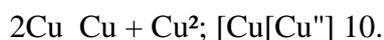
Résistance à la corrosion : Le cuivre possède une excellente résistance à la corrosion, ce qui en fait un matériau idéal pour les applications exposées à des environnements corrosifs. Il forme naturellement une couche protectrice d'oxyde de cuivre qui le protège contre la corrosion atmosphérique, et il est également résistant à la corrosion dans l'eau de mer et de nombreux autres liquides.

Conductivité électrique et thermique : Le cuivre est l'un des meilleurs conducteurs électriques et thermiques parmi les métaux non précieux. Sa conductivité électrique élevée en fait un choix privilégié pour les applications nécessitant une bonne conductivité, telles que les fils et les câbles électriques. Sa conductivité thermique élevée le rend également utile dans les applications de transfert de chaleur.

2.3.3 Propriétés chimique :

Le cuivre précède l'argent et l'or dans le sous-groupe b de la première colonne de la classification périodique des éléments de Mendeleïev (Annexe 1). Neuvième des dix éléments de transition compris entre le calcium et le gallium, il est le premier à posséder une sous-couche 3 d complète. L'arrangement des électrons implique que le cuivre est normalement monovalent, et les sels cuivreux ressemblent en effet aux sels d'argent, auxquels ils sont souvent mêlés dans la nature.

L'oxyde, le sulfure et les halogénures cuivreux ont une structure covalente prédominante. Ils cristallisent dans le système cubique du type de celui de la blende. Les halogénures sont facilement fusibles et sont semi-conducteurs. L'ion Cu est incolore et diamagnétique. En raison de son rayon important (0,091 nm), il ne donne pas d'hydrates et ses complexes sont peu stables. D'une façon générale, les sels cuivreux sont instables en solution en raison de l'équilibre suivant:



Les sels cuivriques anhydres cristallisés sont diversement colorés, mais la solution ammoniacale d'un sel cuivrique est toujours d'un beau bleu foncé, coloration caractéristique des ions $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$; les hydrates ont une couleur bleue ou verte. Très stables les complexes cuivriques (hydrates, amines) sont tous paramagnétiques lorsqu'ils ont un électron célibataire et une structure dsp^2

Métal noble, le cuivre, à l'inverse du fer, du zinc et du plomb, ne déplace pas l'hydrogène de ses solutions, et n'est donc pas soluble dans les hydracides. Il est soluble, en revanche, dans les acides oxydants (acide nitrique, acide sulfurique concentré et chaud). L'ammoniaque le dissout également en donnant une solution bleue connue sous le nom de " liqueur de Schweitzer "

Le cuivre résiste bien à la corrosion atmosphérique et marine, de longue exposition entraîne la formation d'une fine couche de carbonate basique d'un beau vert appelé « vert de gris ». C'est la patine de certains toits.[10]

Tableau II -4 : Les propriétés physico chimique de cuivre. [10]

Métal	Cu
Etat ordinaire	Solide
Nombre atomique	29
Configuration électronique	[Ar] 3d ⁹ 4s ²
Masse atomique (g/mole)	63.546
Point de fusion (°C)	1083
Point d'ébullition a 1 atm (°C)	2595
Electronegativite (v)	1.9
Potentiel normal M ⁿ⁺ / M (v)	0,522/0,345
Rayon atomique (A)	1.57
Rayon ionique (A)	0,96/0,72
Masse volumique a 20°C (g. cm ⁻³)	8.96
Energie de 1 ^{ere} ionisation (KJ .mol ⁻¹)	178
Energie de 2 ^e ionisation (KJ .mol ⁻¹)	646
Energie de fusion	13,05 KJ /mol
Energie de vaporisation	300,3 KJ/mol
Volume molaire	7,11.10 ⁻⁶ m ³ /mol
Pression de vapeur	0,0505 Pa (1084,4°C)
Vitesse du son	3570 m/s (20°C)

3.1. Le cuivre et ses alliages :

Le cuivre et ses alliages sont utilisés depuis l'antiquité [11] car ils possèdent une combinaison de propriétés intéressantes (comme la conductivité électrique, et la résistance à la corrosion). Le cuivre est en effet le plus ancien métal utilisé par l'homme qui s'en est d'abord servi pour fabriquer de petits outils

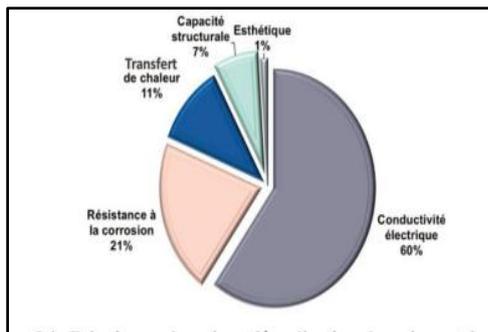


Figure II.5 : Principaux domaines d'application du cuivre et de ses alliages [12].

Le cuivre, du fait de son excellente conductivité électrique a été choisi en 1913 par la Commission Électrotechnique Internationale comme matériau de référence pour établir une échelle relative de conductivité électrique. Ainsi, la conductivité électrique du cuivre standard recuit d'une pureté de 99,90% a été prise par définition comme étant égale à 100% IACS (International Annealed Copper Standard) [13]. La conductivité électrique du cuivre ayant la pureté la plus élevée (99,999%) est égale à 103,06 % IACS [14].

Le cuivre pur présente une résistance mécanique et une résistance à la corrosion insuffisante pour un grand nombre d'applications, mais celles-ci peuvent être améliorées par ajout d'éléments d'alliages. Notons cependant que c'est toujours au détriment de la conductivité électrique.

Les grandes familles d'alliages de cuivre utilisés industriellement sont [15]:

Les cuivres faiblement alliés :

Cette dénomination concerne les alliages contenant une faible quantité d'éléments d'addition (<2,5 % massique). Ces additions permettent d'optimiser le compromis entre les propriétés électriques, thermiques, de résistance à la corrosion et les propriétés mécaniques.

Un apport d'argent (0,02-1,2 % massique) pourra par exemple améliorer la tenue à chaud du cuivre pur en augmentant sa température d'adoucissement à l'état écroui, (application pour les moteurs électriques) [16].

Une faible addition de chrome (0,5-1,2 % massique) permet d'obtenir un excellent compromis entre conductibilité électrique ou thermique et résistance aux déformations à chaud (application pour les éléments de frein, et les électrodes de soudage par résistance) [12].

Alliages de cuivre :

Les laitons sont des alliages de cuivre contenant 5 à 45 % massique de zinc. Ils sont faciles à mettre en œuvre et peuvent contenir d'autres éléments afin de leur conférer certaines propriétés spécifiques. Le laiton est utilisé pour le décolletage, comme l'usinage de pièces sur tour automatique.

Les cupro-aluminiums contiennent entre 4 et 14 % massique d'aluminium avec possibilité d'addition (5%) de fer, nickel ou manganèse. Ils possèdent une bonne résistance à la corrosion chimique, et sont caractérisés par une résistance mécanique élevée.

Les cupro-nickels (contenant de 5 à 44 % massique de Ni) sont caractérisés par une résistance à la corrosion marine-élevée ainsi que de bonnes caractéristiques mécaniques.

Les bronzes, sont des alliages de cuivre et d'étain. C'est le premier alliage fabriqué par l'homme dès 3900 avant J.C. Les bronzes présentent toujours une teneur résiduelle en phosphore variant entre 0,03 et 0,3% suite à leur procédé d'extraction et désoxydation par addition du phosphore.

4.1 Désignation et caractéristiques du cuivre et de ses alliages :

Le cuivre est un métal de couleur rouge orangé possédant une haute conductibilité thermique et électrique ainsi qu'une bonne tenue aux corrosions courantes. Ce sont ses propriétés qui en font un métal employé pur ou faiblement allié dans la construction électrique, le transport d'électricité et le bâtiment (Figure II.6) En revanche, en mécanique, le cuivre pur n'est pas ou peu employé. Ce sont des alliages de cuivre qui sont utilisés tels que par exemple: Les laitons, alliages de cuivre et de zinc, qui se forment et s'usinent aisément. Ces alliages de couleur jaune sont parfois improprement appelés cuivre jaune.

.2.1 Principales caractéristiques du cuivre :

Le cuivre est plus lourd que l'acier (densité 8,9), fond à 1083°C, a une grande résistance à la corrosion et une plasticité ou une ductilité élevée (très malléable : A% jusqu'à 50%). Sa grande conductivité électrique le rend indispensable dans les industries électriques et électroniques et sa grande conductibilité thermique est un atout pour la transmission de la

chaleur. Seul l'argent fait mieux pour ces deux propriétés. Sa structure cristalline est cubique à faces centrées et il présente des propriétés fongicides.

a) Les cuivres purs :

Le cuivre utilisé pur (usages électriques principalement mais aussi thermiques...) est soit un cuivre affiné (endurant, plus fragile, plus cassant), soit un cuivre désoxydé ou débarrassé de toute trace d'oxygène (moins fragile et très haute conductivité). L'addition d'argent, d'arsenic, cadmium et zirconium améliore diverses propriétés (dureté...) sans modifier les propriétés de conductivité électrique de manière significative.

b) Les laitons : C'est la famille la plus utilisée, l'addition de zinc, jusqu'à 42%, diminue le prix de base augmente la résistance à la rupture (R_r) et l'allongement pour cent A%, ce qui favorise l'emboutissage ($A\% = 60\%$ avec 31% de Zn) et diminue la température de fusion, ce qui facilite le moulage. [13-14] Une addition supplémentaire de plomb, de 2 à 3%, augmente considérablement l'usinabilité. Les laitons ainsi obtenus, dits laitons de décolletage, servent de référence pour évaluer l'usinabilité des autres matériaux (figure II.7)

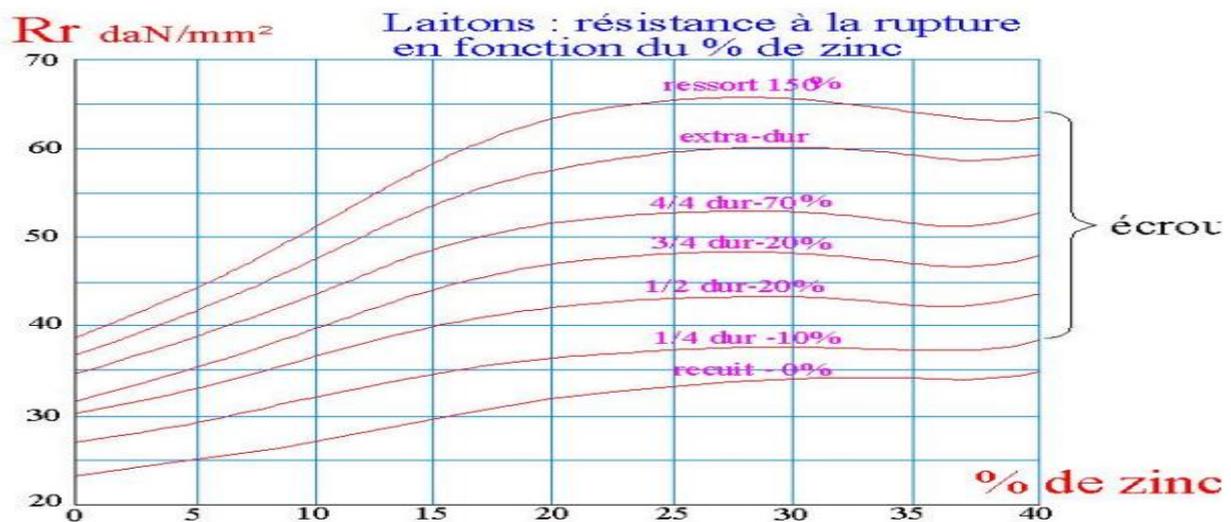


Figure II.7 : résistance a la rupture en fonction du pourcentage de zinc

b) Les bronzes :

L'étain (Sn), addition de 4 à 22% (jusqu'à 25% pour les cloches), a un rôle comparable au zinc mais avec une action plus forte ; il est également plus coûteux. Une addition de phosphore ($P < 1\%$) améliore les caractéristiques mécaniques, les propriétés antifriction, l'aptitude au moulage et a un rôle désoxydant. Les bronzes phosphoreux

constituent le groupe le plus important. L'addition de plomb (Pb) améliore l'usinabilité et l'addition de zinc, diminue le prix de revient (bronzes.chrysocales). [17]

4-Les applications du cuivre:

On retrouve du cuivre dans un grand nombre d'applications contemporaines et dans de nombreuses industries différentes : télécommunications, bâtiments, transports, énergie et énergies renouvelables. Du fait de sa très bonne conductivité électrique et thermique, le cuivre est utilisé dans de nombreuses applications. Il est le meilleur conducteur électrique parmi l'ensemble des métaux non précieux. À titre d'exemple, la conductivité électrique du cuivre ($59,6 \times 10^6 \text{ S.m}^{-1}$).

Le cuivre présente une bonne résistance à la corrosion, cependant inférieure à celle de l'or. Il a d'excellentes propriétés en soudage et brasage et peut également être soudé à l'arc, bien que les résultats obtenus soient meilleurs avec la technique de soudage à l'arc sous gaz neutre, avec apport de métal.

Il est également utilisé comme matériau pour la fabrication des radiateurs pour ordinateurs ou automobiles, du fait de sa meilleure conductivité thermique que celle de l'aluminium. Les tubes à vide, les tubes à rayons cathodiques et les magnétrons présents dans les fours à micro-onde font appel au cuivre, comme les guides d'ondes pour l'émission de micro-ondes.

-Le cuivre a un effet bactériostatique et fongicide. Dans certaines applications, cette propriété sert à prévenir le développement des germes et champignons (canalisations d'eau sanitaire, culture de la vigne, coques de bateaux et boiseries...).

-Il est par ailleurs un oligo-élément vital pour toutes les plantes supérieures et les animaux. Il est naturellement présent dans le corps humain et indispensable au bon fonctionnement de nombreuses fonctions physiologiques : système nerveux et cardiovasculaire, absorption du fer, croissance osseuse, bonne marche des fonctions immunitaires et régulation du cholestérol.

conclusion:

Le cuivre est un métal précieux et polyvalent qui a joué un rôle crucial dans le développement de l'humanité depuis des milliers d'années. Sa conductivité électrique exceptionnelle en fait un matériau essentiel dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. Il est utilisé dans la construction des fils électriques, des câbles, des transformateurs, des moteurs et de nombreuses autres applications liées à l'énergie.

En plus de sa conductivité électrique, le cuivre possède également une excellente conductivité thermique, ce qui en fait un choix populaire dans l'industrie de la climatisation, des systèmes de refroidissement et des échangeurs de chaleur.

Le cuivre est également utilisé dans de nombreuses autres industries, telles que la construction, l'automobile, l'électronique grand public, les télécommunications et la fabrication de pièces de monnaie. Son excellente résistance à la corrosion en fait un matériau durable et fiable, adapté à une large gamme d'applications.

En plus de ses propriétés physiques et chimiques, le cuivre est également un élément essentiel pour la santé humaine. Il joue un rôle vital dans le fonctionnement du système immunitaire, la formation du tissu conjonctif, la production d'énergie cellulaire et bien d'autres processus biologiques. Il est présent dans de nombreux aliments et peut également être utilisé comme complément alimentaire.

Cependant, il est important de noter que l'extraction et le traitement du cuivre peuvent avoir des impacts environnementaux significatifs. L'extraction minière peut entraîner la dégradation des sols, la pollution de l'eau et la destruction des écosystèmes. De plus, la fabrication de produits en cuivre peut générer des déchets et des émissions polluantes. Pour réduire ces impacts négatifs, il est essentiel de promouvoir des pratiques d'extraction et de production durables, ainsi que de favoriser le recyclage du cuivre. Le recyclage permet de réduire la demande en cuivre vierge, de préserver les ressources naturelles et de limiter les déchets.

En conclusion, le cuivre est un métal précieux et polyvalent, largement utilisé dans de nombreux secteurs industriels en raison de ses excellentes propriétés physiques et chimiques. Cependant, il est important de trouver un équilibre entre l'utilisation du cuivre et la protection de l'environnement afin de garantir sa durabilité à long terme.

CHAPITRE III:

Tribologie

1. Introduction :

La tribologie est la science qui étudie l'ensemble des phénomènes qui ont lieu lorsque des corps en contact sont mis en mouvement relatif. Elle présente trois aspects distincts : le frottement qui est la résistance à un déplacement imposé, l'usure suite à la dégradation des surfaces qui se traduit par une perte de matière et la lubrification qui consiste à interposer un fluide entre les deux corps en contact. C'est une science pluridisciplinaire faisant intervenir des notions de mécanique, de physicochimie et de science des matériaux en général. Au début du vingtième siècle, la tribologie s'appuyait sur l'étude des volumes, avec une domination des concepts de la mécanique permettant d'établir des lois de comportement. Au milieu du vingtième siècle, la tribologie s'est tournée vers l'étude des surfaces grâce aux concepts de la physique des surfaces. Depuis une vingtaine d'années, la recherche en tribologie porte sur l'étude de la dynamique des interfaces avec la prise de conscience du rôle fondamental des éléments inter faciaux dans un contact. Les phénomènes de frottement ne sont pas décrits par des propriétés intrinsèques des matériaux, ce qui rend leur prédiction particulièrement délicate. En outre, le frottement et l'usure sont des phénomènes indépendants. Il est en effet possible de concevoir des systèmes à usure faible et frottement élevé (freins) ou à usure forte et frottement faible (usinage). Enfin, l'introduction de la notion de contact à trois corps, qui s'articule autour des concepts de triplet tribologique, de circuit tribologique et de mécanisme d'accommodation de vitesse, a permis une meilleure compréhension des mécanismes de frottement et d'usure [1].

2. Histoire de la tribologie :

La tribologie, terme créé en 1966, trouve son origine dans les mots grecs "tribein" qui signifie frotter, et "logos" qui signifie parole, étude ou science. Ainsi, la tribologie désigne l'étude scientifique du frottement. Elle englobe également l'analyse de la lubrification et de l'usure des éléments mécaniques.

Il convient de souligner que le frottement ne présente pas uniquement des aspects négatifs. Par exemple, la tenue de route d'un véhicule dépend directement du frottement entre les pneus et la chaussée. De même, sans le frottement, l'homme serait incapable de marcher. Remontant dans le temps, il est intéressant de noter que l'homme a découvert le feu il y a plus de 100 000 ans en frottant un morceau de bois dur à l'intérieur d'un morceau de bois tendre.

Cependant, dès la création des premiers mécanismes, l'homme s'est efforcé de réduire l'usure et de minimiser le frottement afin de diminuer les efforts nécessaires. Pour illustrer l'importance du problème, on peut mentionner le cas des voitures modernes, où plus d'un quart de la puissance déclarée du moteur est perdu en raison du frottement dans le moteur et la transmission. [2]

3. Définition :

La tribologie est la branche de la mécanique qui étudie le frottement, l'usure et la lubrification des surfaces de contact entre deux solides. Elle s'intéresse principalement aux corps solides ou à l'interaction entre un solide et un lubrifiant liquide (huile), onctueux (graisse) ou granulaire (poudre).

L'Usure est la perte progressive du matériau ; est une conséquence du frottement, et se produit au niveau de la zone de contact entre deux solides (généralement). La lubrification permet de séparer les surfaces en contact par un film lubrifiant, et donc de limiter le frottement et l'usure.

4. Le but de la tribologie :

La tribologie entre en jeu de façon significative dans de nombreux domaines industriels : conservation de l'énergie, un compte rendu du département de l'énergie américain estimait que le développement de la tribologie pouvait réduire la consommation énergétique de ce pays de 11%. Elle veille aussi à assurer :

- Le bon fonctionnement et la fiabilité des machines.
- Diminuer le coût d'obtention des surfaces frottés.
- Améliorer le rendement et la longévité des machines.
- Assurer la sécurité des biens et des personnes, particulièrement dans le domaine du transport
- Contribuer à la santé publique et au confort, par exemple en diminuant les bruits, très nombreux, liés aux contacts mécaniques. Le tableau 3.1 montre que la tribologie trouve ses applications dans deux grands domaines : celui des systèmes mécaniques et celui de la mise en œuvre des matériaux.

5.Circuit tribologique :

L'ensemble des détériorations de la surface et la perte de matériau donnent les caractéristiques de l'usure. Ce processus se traduit par un enchaînement d'événements liés essentiellement à la présence du troisième corps : détachement des particules, piégeage et formation de débris pour aboutir à l'établissement d'un régime stationnaire traduisant

l'équilibre entre détachement et élimination des particules. Cet enchaînement demande de ne pas confondre particules détachées et particules d'usure, et est fortement influencé par la géométrie des premiers corps et la rigidité du mécanisme (« signature du tribomètre ») [1]. Le gradient de vitesse auquel sont soumis les débris qui constituent le troisième corps (Adhérent ou non après ouverture du contact) peut se traduire en termes de débits, dont les différentes

6. Les paramètres influençant sur la tribologie :

Multitude de paramètres influençant à plus ou moins grande échelle le fonctionnement du système. Ces paramètres peuvent aller des caractéristiques du mouvement (amplitude, vitesse...), de la géométrie du contact (ouvert/fermé, jeux.), des sollicitations extérieures (pression, nombre de cycle...), en passant par l'environnement (température, humidité...), la topographie des pièces (rugosités...) et le couple de matériau en jeu (caractéristiques mécaniques, composition...). Ces études des systèmes tribologiques, via la généralisation de l'utilisation des traitements et revêtements de surfaces permettent donc une optimisation des surfaces visant à assurer le bon fonctionnement et la fiabilité des machines, la diminution du coût d'obtention des surfaces frottées, l'amélioration du rendement et la longévité des machines tout en assurant la sécurité des biens et des personnes.

7. Mesure du frottement :

Le facteur de frottement se mesure au moyen d'un tribomètre. La figure 2 présente un tribomètre (pion/bille) -disque qui est parmi les appareils les plus couramment utilisés. Il se compose d'un arbre en rotation à vitesse variable sur lequel se fixe un disque constituant le premier matériau à tester. Un pion ou une bille réalisée avec le deuxième matériau du couple tribologique se monte sur un support équipé d'un capteur de force normale et tangentielle. Une force normale est appliquée au support de manière à presser le pion sur le disque. Puis le disque est mis en rotation et la force tangentielle est mesurée. L'objectif de cet essai c'est de stimuler différentes conditions tribologiques. Le coefficient de frottement (μ), est une grandeur adimensionnelle définie par le rapport entre la force tangentielle F_T et la force normale appliquée F_N :

$$\mu = F_T / F_N.$$

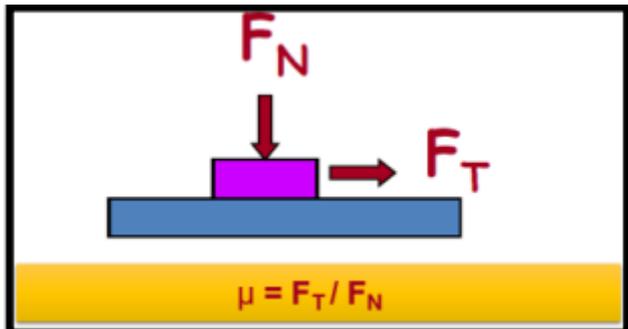


Figure III. (pion/bille)-disque.

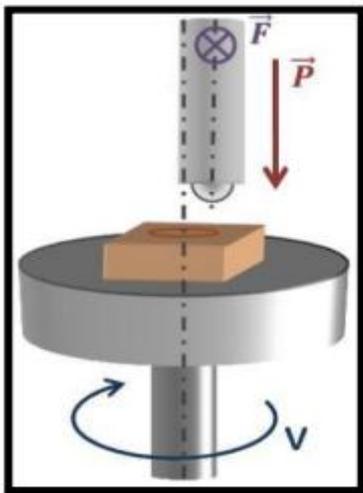


Figure 3. 2 Tribomètre de type

IL faut mettre le point sur la réalité que l'essai (pion/bille) -disque, est un système en lui-même, qui dépend de plusieurs paramètres, tel que :

- La Géométrie de la surface, Figure 3. 3 Tribomètre de type Figure 3. 1 (pion/bille)-disque.
- La Charge appliquée,
- La vitesse de rotation,
- Les Conditions environnementales (humidité, température)
- Les Propriétés physiques, thermiques et chimiques du lubrifiant (s'il est utilisé durant le test),
- La nature de l'antagoniste (Propriétés mécaniques, thermiques, chimiques et métallurgiques), Lorsqu'on parle de tribologie, on ne parle pas juste, de deux surfaces qui se

frottent, on parle d'un système entier, qui dépend de plusieurs paramètres. Pour améliorer un système tribologique on se réfère généralement à ses 4 solutions :

- Matériaux résistant à l'usure.
- Lubrification.
- Revêtement.
- L'environnement.

8. Mécanismes d'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 généralement combattue à cause de ses effets négatifs, mais elle présente aussi des aspects favorables. L'affûtage d'un outil, la finition d'une surface.

par rectification, l'écriture de la craie sur le tableau ou du crayon sur le papier sont des exemples d'usures abrasives utiles. [3]

Dans les premiers instants du frottement, ce sont les écrans superficiels qui subissent l'ensemble des mécanismes inhérents au frottement (effets thermiques, mécaniques ou chimiques). Ensuite, ces mécanismes se relaient ou s'interpénètrent en fonction des multiples conditions présentes.

En général, une pièce subit tout au long de sa vie 3 étapes d'usure:

- Rodage: usure rapide avec une vitesse d'usure régulièrement décroissante.
- Marche normale: durée de vie (usure faible et constante).
- Vieillesse et mort: vitesse d'usure croissante. [3]

L'usure dite mécanique décrit celle gouvernée par un processus de déformation et de fissuration. Le processus de déformation joue un rôle dominant dans les matériaux ductiles, par contre c'est la fissuration qui domine les matériaux fragiles.

L'usure chimique décrit l'usure qui est majoritairement dominée par le taux de croissance des réactions chimiques accélérées mécaniquement par la friction.

Ainsi que l'usure thermique c'est celle qui est dominé par une fusion causé par la génération de la chaleur lors de la friction, l'usure diffusive est un terme utilisé aussi pour décrire l'usure thermique à haute température. [4]

Les trois descriptions de l'usure mentionné décrivent brièvement la caractérisation des mécanismes d'usure, cependant elles ne sont pas suffisant pour introduire les modes d'usure pour la prédiction du taux d'usure, les paragraphes qui suivent montre les différents mécanismes possibles dans un système tribologique.

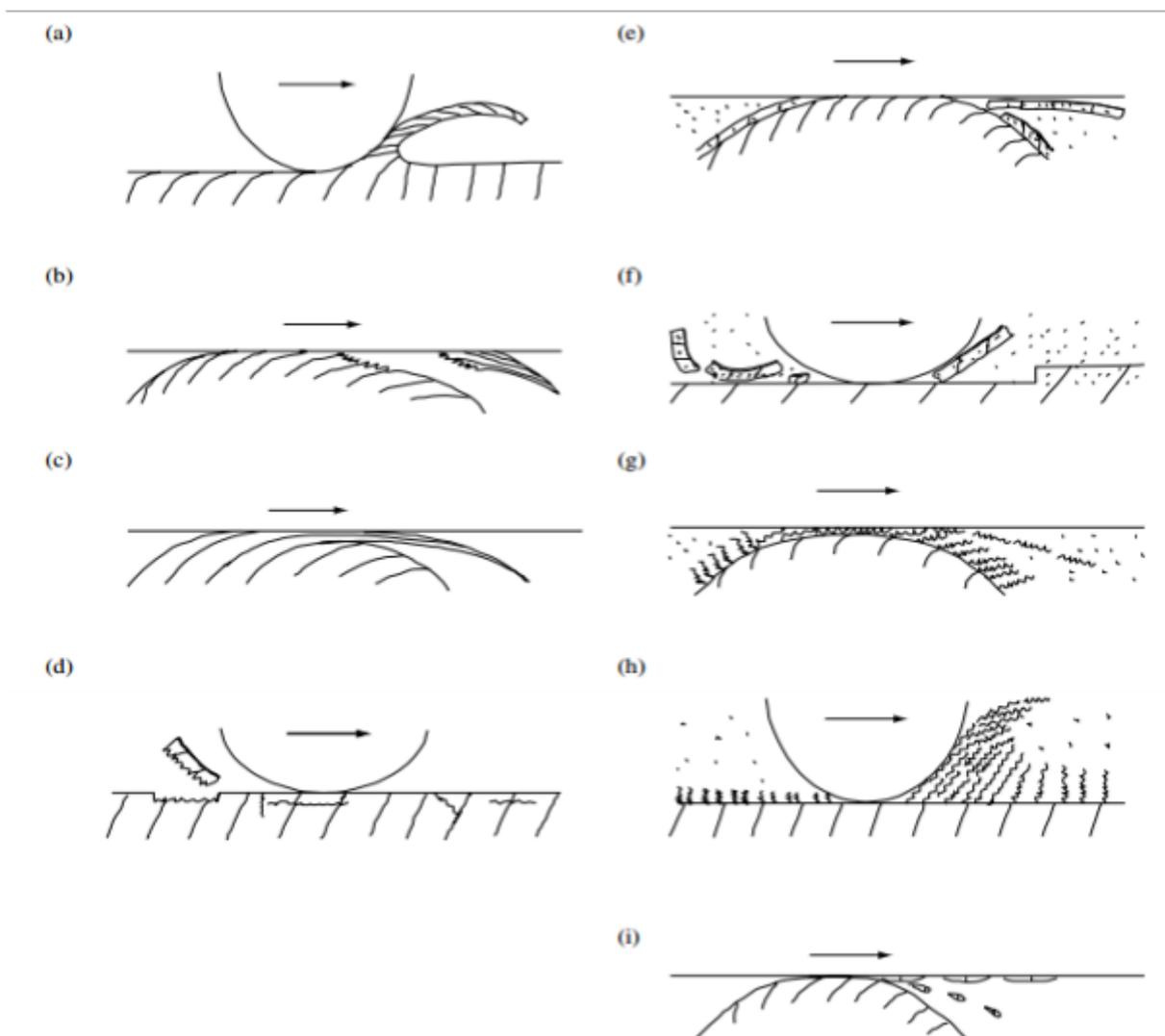


Figure 3.4: Schéma représentatif des modes d'usure: (a) Usure abrasive par micro coupe d'une surface ductile; (b) usure adhésive; (c) Flux d'usure accumulé par un flux de cisaillement plastique; (d) Usure par fatigue via l'initiation de fissure et propagation; (e) l'usure corrosive fracture des tribo-films ductiles (f) Usure corrosive par délamination des tribo-films fragiles; (g) Usure corrosive par accumulation d'un flux plastique de cisaillement des tribo-films

ductiles; (h) usure corrosive par écrasement des tribo-films; and (i) Usure par fusion via une fusion locale et transfert ou diffusion. [4]

9. Les différents types d'usure : Les mécanismes de dégradation des surfaces rencontrés sont nombreux et variés comme on peut le constater dans le tableau II.1. L'usure correspondant à l'ensemble des phénomènes conduisant à des pertes de masse ou à des évolutions géométriques significatives du contact pouvant s'accompagner d'effets secondaires liés au jeu dans le mécanisme en mouvement, à la perte de cote, à l'émission de débris, à l'endommagement de surfaces [5]

En réalité ces mécanismes, dits d'usure, sont des mécanismes de transformations tribologiques de surface avec ou sans détachement de particules ; et l'usure, au sens de la mécanique, se traduit par l'émission de débris hors du contact dans le respect de la conservation des débits.

9.1. Usure abrasive :

L'usure abrasive est définie comme étant l'usure par déplacement de matière [6] elle est généralement engendrée soit par des particules préexistantes (matériaux granulaires), soit par des débris écrouis (ou protubérances) emprisonnés à l'interface du contact. [7] On différenciera le labourage (déplacement de matière et formation de bourrelets), prédominant pour les matériaux ductiles, de la coupe (enlèvement de matière), particulièrement repéré pour des matériaux fragiles. [3] On distingue ainsi suivant l'application, différents types de configuration, de sollicitation et de milieu. [7]

Les contacts réels sont généralement complexes. Selon la configuration mécanique on distingue :

- l'abrasion à deux corps,
- l'abrasion à trois corps fermés,
- l'abrasion à trois corps ouverts. [7]

I Cette forme d'usure se manifeste par des polissages, des griffures, des micro-labourages, des arrachements de particules. Le micro-labourage (ou micro-usinage) se manifeste par des rayures à la surface du matériau le plus tendre sans arrachement de matière mais provoquant

sur les bords du sillon une déformation plastique. Le plus souvent pour lutter contre l'usure abrasive, on cherche à durcir les matériaux (au moins leur surface). [8]

Les surfaces endommagées par abrasion présentent des sillons de profondeur variable, parallèles au déplacement. L'usure est assez constante au cours du temps, le volume des débris croît linéairement avec la charge appliquée et la distance parcourue.

La perte de matière dépend à la fois du matériau usé et de l'antagoniste, et l'aspect des sillons fournit de précieuses indications:

S'ils sont brillants et très peu profonds, les aspérités de la pièce antagoniste ont raclé les couches d'oxydes,

- S'ils sont isolés, et brusquement interrompus, des particules dures introduites entre les surfaces sont plus ou moins incrustées,
- S'ils sont interrompus et rayent la pièce dure, des particules abrasives sont enchâssées dans la pièce tendre,

S'ils sont interrompus et marquent la pièce tendre, la pièce antagoniste plus dure est trop rugueuse.

Ainsi que la ductilité et la dureté des matériaux en contact, d'autres paramètres jouent un rôle et l'abrasion est un processus dans lequel interviennent la géométrie des pièces en contact, la topographie de leurs surfaces (hauteur et forme des rugosités), les caractéristiques mécaniques et métallurgiques des matériaux (fragilité, élasticité, plasticité.), les caractéristiques physico-chimiques résultant de l'environnement.

L'usure abrasive à deux corps figure 3.5 est un processus d'usure par déplacement et/ou enlèvement de matière de la surface frottante d'une pièce mécanique sous l'action d'aspérités dures fixes. Une aspérité de la surface la plus dure raye la surface la plus tendre. [7]

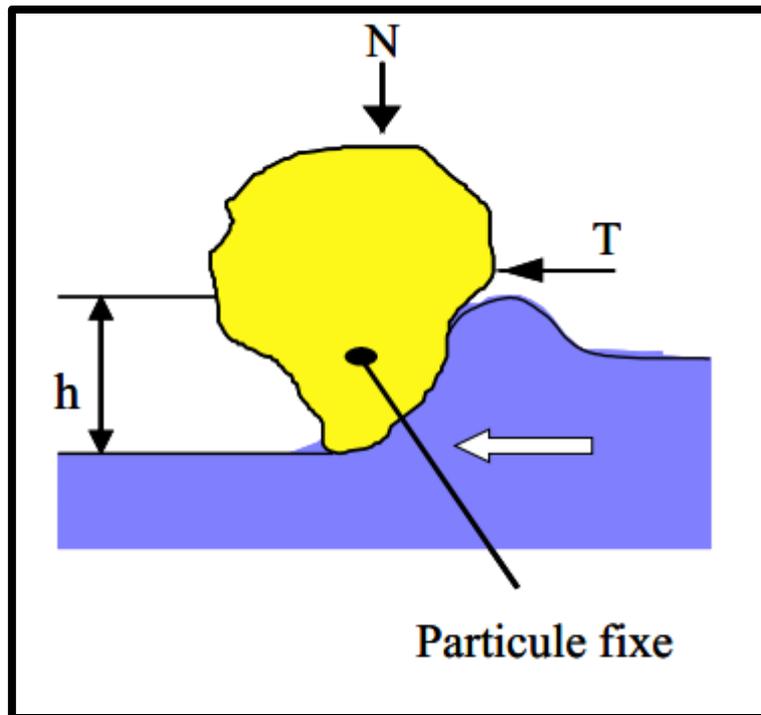


Figure III.5 Usure abrasive a deux corps.

L'usure abrasive à trois corps fermée est générée lorsqu'on frotte deux surfaces avec interposition d'abrasifs libres Figure 3.6 Dans les configurations d'abrasion à trois corps, faut distinguer deux cas : il

- la distance entre les surfaces est du même ordre de grandeur que la dimension des grains abrasifs ($D \leq D_{\text{max grain}}$),
- la distance entre les surfaces est supérieure à la dimension des grains ($D > D_{\text{max grain}}$).

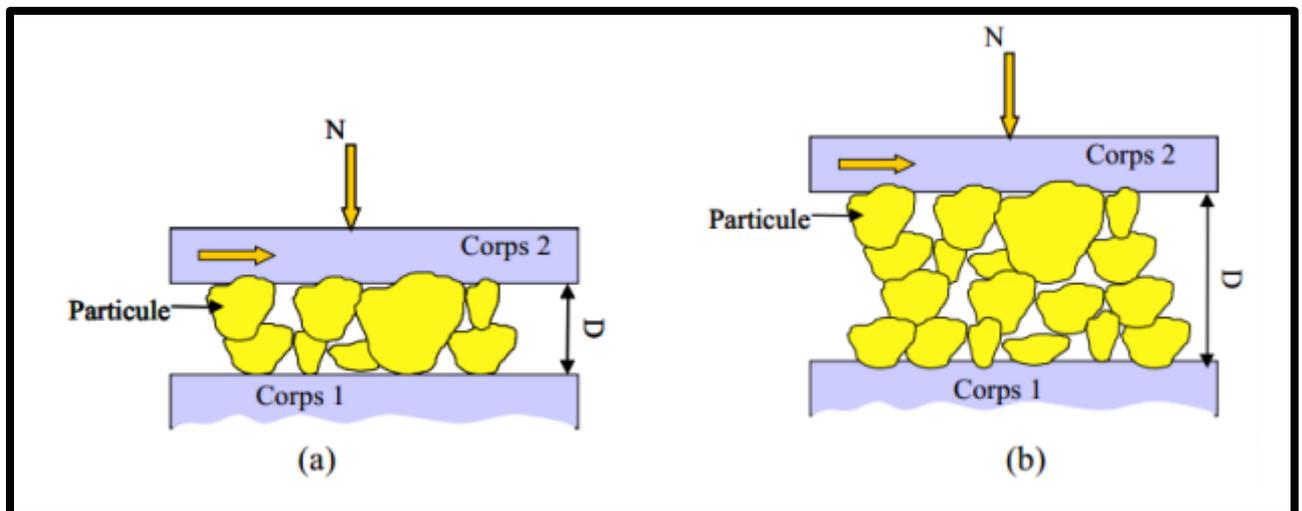


Figure III.6 Usure abrasive à trois corps fermée.

Dans le cas de l'abrasion à trois corps, si une seule surface intervient dans le processus de frottement, on parle d'usure abrasive à trois corps ouverte Figure 3.7 Ce type de configuration est souvent rencontré dans le cas de matériaux granulaires en contact avec un solide. [7]

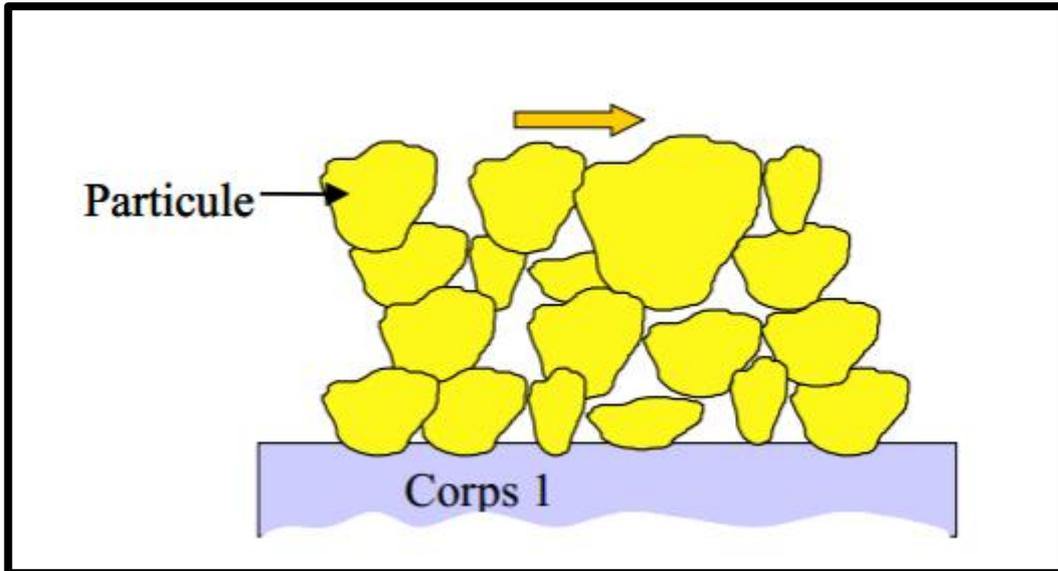


Figure III.7: Usure abrasive à trois corps ouverts.

9.2.Usure adhésive :

L'usure adhésive fait appel à des notions de physico-chimie. Il y a formation de liaisons (intermoléculaires, interatomiques) à l'interface. On parle d'usure douce lorsqu'on a cisaillement de ces liaisons. L'usure sévère (aussi appelée « grippage ») apparaît lorsqu'il y a arrachement de matière de l'une des surfaces. D'où la formation d'un « film de transfert » collé à la surface antagoniste

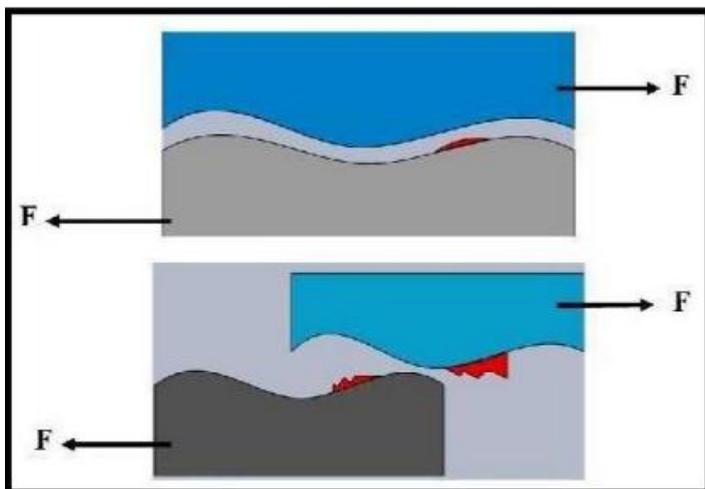


Figure III.7 Phénomène élémentaire de l'usure adhésive .

9.3. Usure par fatigue:

L'endommagement des surfaces par fatigue de contact se manifeste lorsque les couches superficielles sont soumises à des contraintes répétées ou alternées qui conduisent à l'amorçage des fissures. Ces sollicitations peuvent être d'origine mécanique ou thermique. Les dégradations apparaissent sous forme des piqûres, fissures, écaillage et s'accompagnent des modifications structurales. [6] Les fissures se propagent vers la surface et il y a détachement de «< grosses >> particules dont la taille peut atteindre le millimètre. [8]

On parlera particulièrement d'égrènement lorsqu'il y a formation de trous correspondant à la microstructure initiale des matériaux. Il y a « déchaussement » au niveau des joints de grains d'un métal par exemple. On parle de délamination lorsque les déformations plastiques répétées des premiers corps conduisent à des fissures en sous-surface, parallèles à la surface. Il y a propagation des fissures le long du plan de cisaillement maximum. [3]

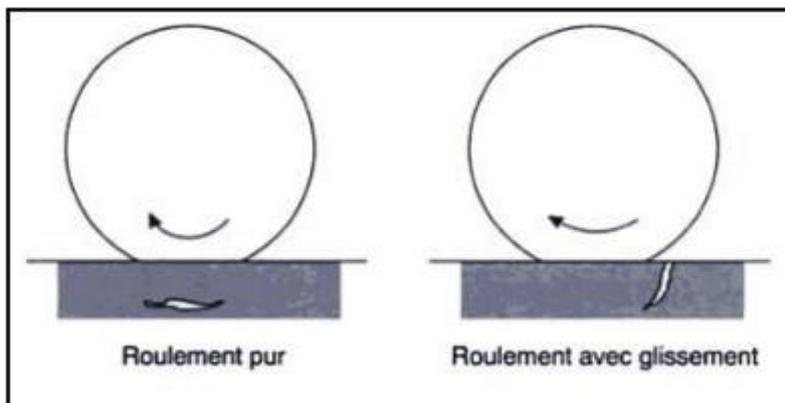


Figure III. 8 Mécanisme d'usure par fatigue.

9.4.. Usure corrosive (ou tribochimique) :

Endommagement est ici dominé par des réactions chimiques, et les produits de corrosion sont enlevés par action mécanique. Il y a formation de films inter-faciaux compactés. [3]

En effet c'est un système à trois composantes, où interviennent la réactivité chimique entre les surfaces, la réactivité chimique avec le milieu environnant et la réactivité physico-chimique avec les débris. Ce type de dégradation résulte d'une seule ou de plusieurs réactions chimiques sous l'effet d'agent corrosif (environnement, lubrifiant) et des contraintes

Mécaniques pendant le frottement. Suivant l'état structural superficiel, il se crée des oxydes réactionnels dépendant de l'environnement. Suite au frottement entre les surfaces, la rupture des aspérités qui s'oxydent, forme des débris en général très stables et très durs. Ces derniers jouent alors un rôle abrasif et viennent dégrader les surfaces antagonistes et donc entretenir l'usure. Par contre, il est possible de rencontrer une configuration moins agressive par la formation de films d'oxydes adhérents à la surface d'un des antagonistes et suffisamment résistants au cisaillement pour jouer un rôle protecteur. [8]

Usure par érosion :

L'usure par érosion résulte de l'impact de particules solides ou liquides sur la surface d'un matériau solide. Ce processus d'usure est influencé par les caractéristiques des matériaux impliqués, l'angle d'impact, la vitesse de l'impact et la taille des particules.

Lorsque l'érosion se produit à faible angle d'incidence, elle entraîne l'enlèvement de matière sous forme de copeaux. À mesure que l'angle augmente, à faible vitesse, des impacts répétés peuvent entraîner une propagation lente de fissures dans le matériau. Si la vitesse est plus élevée, des déformations plastiques se produisent, formant un bourrelet qui est ensuite enlevé par l'impact d'autres particules. Dans les mêmes conditions, en fonction des propriétés du matériau érodé, la fissuration peut également entraîner l'enlèvement de matière. À grande vitesse et grand angle d'incidence, la particule peut se fusionner avec le matériau érodé. Dans des cas extrêmes, comme la collision d'une météorite avec une planète, et pour certains matériaux spécifiques, la particule incidente peut même fusionner avec le solide érodé, provoquant des projections de débris à proximité de l'impact. À l'échelle atomique, l'impact entre un atome et un atome d'un cristal peut entraîner l'enlèvement de ce dernier. Ainsi, l'usure par érosion présente de nombreuses similitudes avec l'usure abrasive.

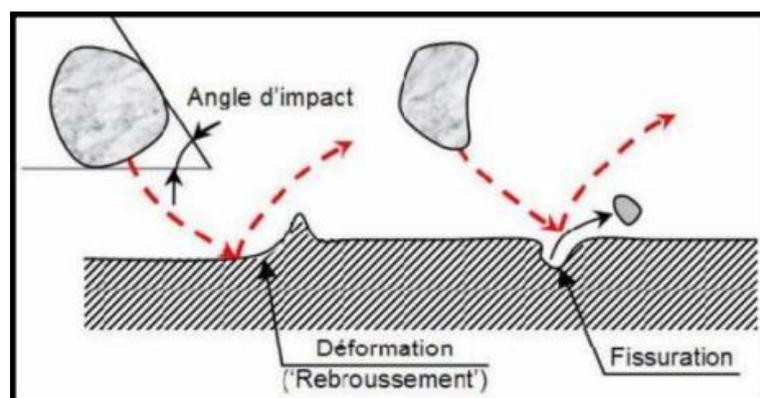


Figure 3. 6 Mécanisme d'usure par érosion

Usure par fretting :

. Une situation d'usure en fretting correspond au contact de deux corps soumis à un déplacement alterné de faible amplitude, générant des débris et/ou des dégradations de surface à l'intérieur du contact. Une particularité du chargement de fretting est d'imposer au matériau un chargement cyclique alterné associé à la sollicitation tangentielle. Dans certains cas, des fissures orientées perpendiculairement à la surface peuvent apparaître à l'extérieur du contact, pour un nombre de cycles élevé aussi bien pour des matériaux ductiles que fragiles (phénomène de fatigue de surface). Si les débris d'usure générés dans l'interface ne peuvent pas être évacués rapidement à l'extérieur (contacts fermés), ils peuvent créer des dysfonctionnements ou des dégradations particulières (difficulté de démontage des assemblages due au colmatage des interfaces, usure abrasive...). Dans le cas d'une atmosphère créant une corrosion des débris d'usure, on parle de fretting-corrosion.

Quantification de l'usure :

On peut déterminer le taux d'usure (W) en mesurant la perte de masse ou de volume à partir de l'échantillon testé. La méthode conventionnelle consiste à mesurer la masse de l'échantillon testé avant et après le test, et appliquées ces valeurs dans l'équation ci-dessous :
Où : $W = \frac{m_i - m_f}{\rho \cdot F \cdot d}$. m_i est la masse initiale de l'échantillon testé, m_f la masse finale de l'échantillon, ρ la densité de l'échantillon, F la force appliquée et d représente la distance parcourue par le pion ou la bille durant le test. La deuxième méthode (plus précise) consiste à mesurer le volume d'usure pour déterminer W . Cette méthode est basée sur la profilométrie 2D ; à l'aide d'un profilomètre 2D on peut déduire la profondeur et la morphologie de la trace d'usure. Avec cette méthode, le taux d'usure est calculé en trouvant initialement la surface des tracés 2D fournie par l'ordinateur et en la multipliant par la circonférence de la piste ($2\pi r$), où r symbolise le rayon de la piste, pour calculer le volume d'usure (V). Le volume d'usure est ensuite divisé par la charge normale appliquée (FN) et la distance (d) parcourue par la bille comme indiqué dans l'équation ci-dessous : $W = \frac{V}{FN \cdot d}$

Taux d'usure : W (mm³/Nm)

V : volume usé (mm³) Chapitre 03 : Tribologie 44

F : force appliquée (N)

L : distance de glissement (m)

Tribomètre type "pion sur disque" :

C'est un essai qui consiste à stimuler un système tribologique, en mettant les surfaces des deux antagonistes en contact, se frottant l'une à l'autre. Le disque tourne à une vitesse de rotation ω , en appliquant une charge normale F_N sur le pion qui est fixe. De là on peut déterminer le coefficient de frottement μ qui est la (force normale / force tangentielle), le taux d'usure WR "Wear rate", par une mesure gravimétrique. La mise en charge s'effectue par gravité sur la partie supérieure du tribomètre, à l'extérieur du dispositif, grâce à un bras de levier muni d'un contrepoids pour équilibrer le poids de l'arbre. Une vérification directe de la valeur de la charge normale est menée avec un capteur de force de tension-compression positionné directement entre le pion et le disque au moyen d'un montage adapté. La composante tangentielle de l'effort pion - disque est mesurée par un capteur de force, les températures du disque sont mesurées par un thermocouple monté au centre sur la face inférieure du disque, figure.II.8. La position du pion par rapport au repère fixe lié au bâti est mesurée par l'intermédiaire d'un capteur. A partir des valeurs de la force de frottement, du rayon moyen de la piste de frottement du disque et la valeur de la force normale appliquée sur le pion, on peut obtenir l'évolution temporelle du coefficient de frottement

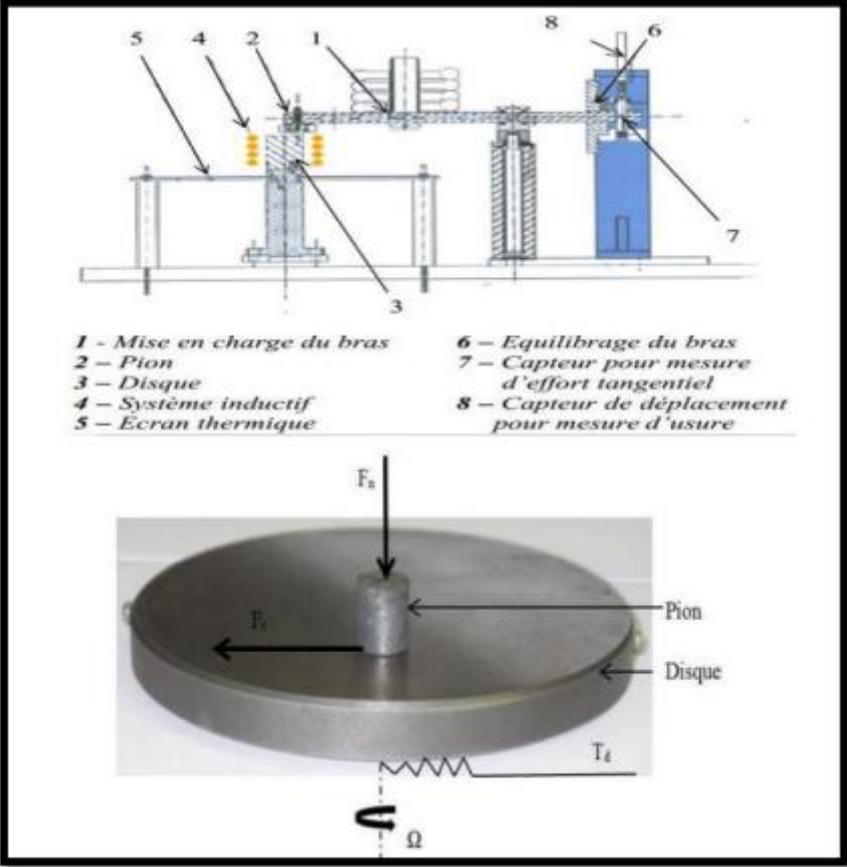


Figure 3. 7 Couple pion sur disque

Conclusion :

La tribologie est une discipline scientifique qui étudie les phénomènes de frottement, d'usure et de lubrification des surfaces en contact. Après avoir examiné en détail les principaux aspects de la tribologie, nous pouvons tirer plusieurs conclusions importantes :

Importance de la tribologie : La tribologie revêt une grande importance dans de nombreux domaines de la vie quotidienne et de l'industrie. Elle joue un rôle crucial dans la conception et le fonctionnement efficace des machines, des moteurs, des systèmes de transport, des dispositifs médicaux, etc. En comprenant les phénomènes tribologiques, on peut améliorer les performances, la durabilité et la fiabilité des systèmes mécaniques.

Frottement et usure : Le frottement et l'usure sont des phénomènes inévitables qui se produisent lorsque deux surfaces entrent en contact et se déplacent l'une par rapport à l'autre. Comprendre les mécanismes de frottement et d'usure permet de minimiser les pertes d'énergie, de prolonger la durée de vie des composants et de réduire les coûts d'entretien.

Lubrification : La lubrification est essentielle pour réduire le frottement et l'usure entre les surfaces en contact. Les lubrifiants, tels que les huiles et les graisses, forment une couche protectrice entre les surfaces, réduisant ainsi les forces de frottement. La sélection appropriée du lubrifiant et la conception de systèmes de lubrification efficaces sont cruciales pour assurer le bon fonctionnement des machines et la réduction de l'usure.

Coefficients de frottement : Les coefficients de frottement sont des paramètres importants pour caractériser le comportement tribologique des matériaux et des systèmes. Ils dépendent de nombreux facteurs, tels que la rugosité des surfaces, les propriétés des matériaux, les conditions de lubrification et les vitesses de glissement. Comprendre et contrôler les coefficients de frottement est essentiel pour optimiser les performances et la durabilité des systèmes tribologiques.

Techniques et approches : La tribologie utilise diverses techniques expérimentales et de modélisation pour étudier les phénomènes tribologiques. Cela comprend des tests de frottement et d'usure, des mesures de rugosité de surface, des analyses chimiques et structurales, ainsi que des simulations informatiques. L'utilisation de ces techniques permet d'acquérir une compréhension approfondie des mécanismes tribologiques et de développer des solutions innovantes pour résoudre les problèmes liés à la friction, à l'usure et à la lubrification.

CHAPITRE IV :

Partie expérimentale

1. Introduction :

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

L'objectif de notre travail est de synthétiser un matériau composite Cu/Cr₂AlC en utilisant la méthode des sels fondu au niveau de laboratoire de recherche et laboratoireSDMUniversité de Blida1. Nous avons aussi vu les microstructures, étude de la micro durezza, étude tribologique.

2. Optimisation de la Température de frittage de cuivre :

Une poudre de cuivre fine pure a été utilisée de la marque (BIOCHEM) dans notre cas afin d'optimiser la meilleure température de frittage. Pour cela, on a mis en valeur plusieurs tests, dans des déférentes températures (800.900 et 1000 C°).

2.1. Pesée :

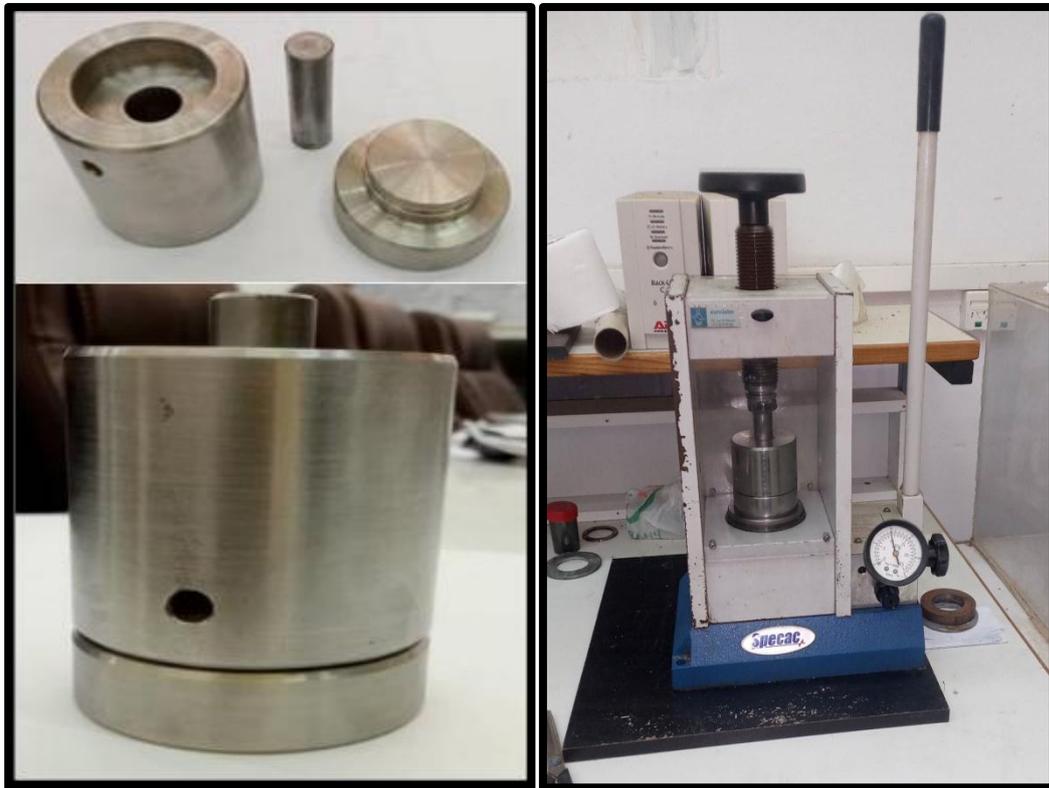
Afin d'avoir la stœchiométrie désirée on a fait la pesée 7g de la poudre de cuivre pure à quatre reprises à l'aide d'une balance de précision (10^{-4}) de type (ADAM) au niveau de laboratoire études et recherche en technologie industrielle (LERTI)



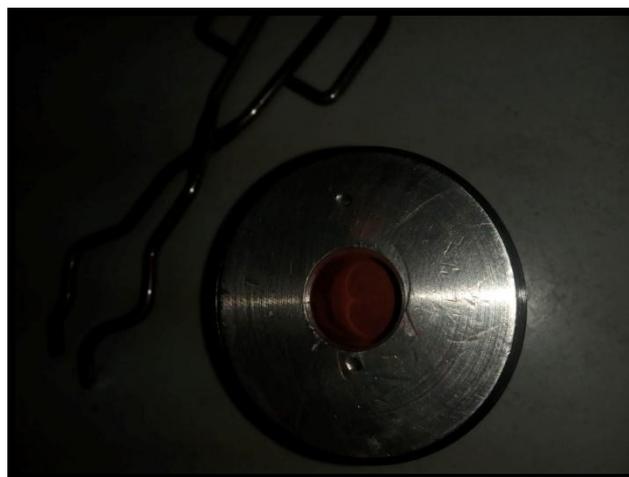
Figure IV. 1 (A) cuivre pur. / (b) Balance de précision Type ADAM.

2.2. Compactage à froid :

Après la pesée, la poudre est mise dans un dispositif de compactage uni axiale à froid en inox 316 en utilisant une presse hydraulique de type (specac presse 30 Ton). En appliquant une pression 7 Tonne , afin d'avoir des échantillons qui ont une même pression.

**Figure IV. 2 Dispositif de compactage.****Figure IV. 3 Presse hydraulique de type**

(specac presse 30 Ton)

**Figure IV.4 la poudre de cuivre dans dispositif .**

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



Figure IV.5 cuivre pure après compactage

2.3. Frittage :

La préparation des échantillons dans le four à différentes températures, la vitesse de chauffe pour chaque température est de 5°C / min.

Dans un four (Nabertherm B180) au niveau de laboratoire (LRTTI) (université de Blida 1) qui a été utilisé pour le traitement thermique (frittage) libre (naturel).

Le cycle thermique de frittage a été fait dans différentes températures : 800°C un temps de montée dans le four de 2h et 40min et un temps de maintien de 1H et on laisse refroidir dans un four fermé.

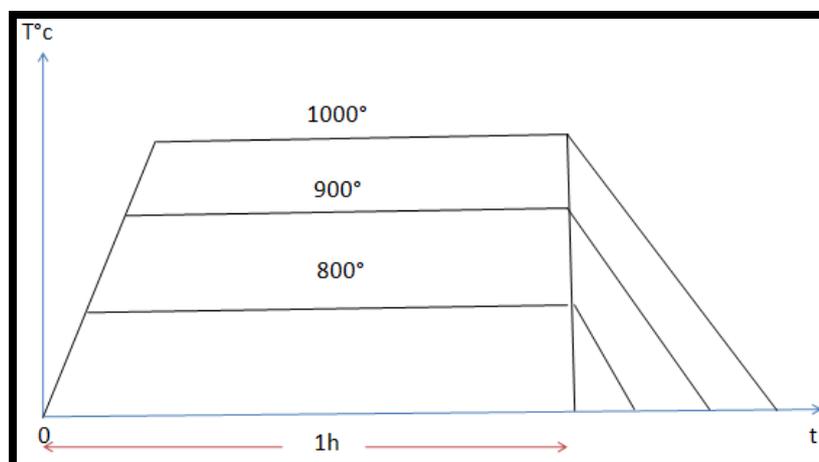


figure IV.6 : graphe de



Figure IV. 7 Creuset en Alumine. Figure IV. 8 Four (Nabertherm B180).

3- PREPARATION METALLOGRAPHIQUE :

- Polissage:

Après le frittage, les échantillons vont subir des opérations de polissage avec une polisseuse mécanique au niveau de laboratoire pédagogique de Science des Matériaux SDM (université de Blida 1).

Le polissage est une opération visant à affiner les rayures afin de pouvoir observer la microstructure de matériaux ce dernier a été effectuée avec des papiers abrasifs en carbure de silicium (SiC) de différentes granulométries: 80 pour éliminer la couche de le EDM puis 120 ,200, 400, 600, 800, 1000, 1200, 2000,4000 pour obtenir une surface plane surface plane,



Figure IV. 9 Polisseuse mécanique.

Le polissage de finition a été réalisé manuellement avec une solution diamantée de $3\mu\text{m}$ et $1\mu\text{m}$ et $0.25\mu\text{m}$ sur une peau de chamois afin d'avoir une surface nette comme un miroir. Cette opération a été faite au niveau de laboratoire d'études et recherche en technologie industrielle (LERTI) (université de Blida 1).

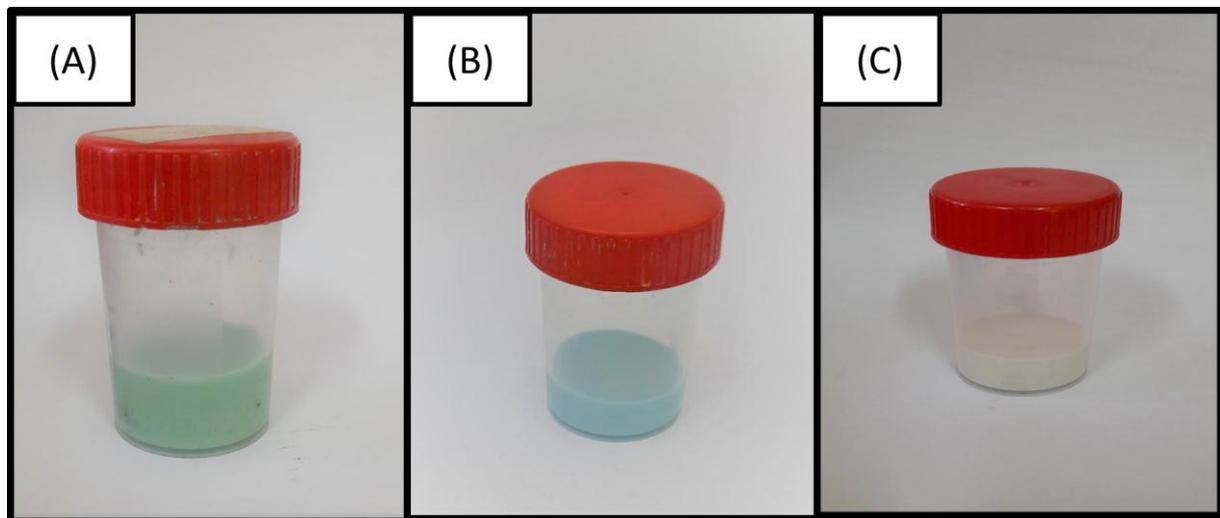


Figure IV. 10 Solution diamantée (A) $3\mu\text{m}$; (B) $1\mu\text{m}$; (C) $0.25\mu\text{m}$



Figure IV. 11 Pastille avant et pendant et après polissage.

3. Synthèse de Cr₂AlC :

Précédemment, un mémoire de Master dans le laboratoire du LERTI à l'Université de Saad Dahleb Blida 1, a synthétisé Cr₂AlC dans un bain de sel KBr. Ils ont rapporté la température de frittage optimale était à 1000°C avec un temps de maintien d'une heure, ce qui était un résultat difficile à battre. Dans la continuité de leur travail, nous avons relevé le défi de synthétiser nous aussi cette phase et nous avons suivi en détail leur étape suivie.

3.1.la pesés :

Pour la synthèse de Cr₂AlC, les poudres de Chrome 'Cr', Aluminium 'Al', carbone 'C' ont été utilisés et le sel de Bromure de Potassium 'KBr' a été ajouté comme protection lors de la synthèse de la phase Cr₂AlC.



Figure IV. 11 Poudres utilisées



Figure IV. 12 Bromure de Potassium KBr .

Les quantités et les caractéristiques des différentes poudres sont regroupées dans le tableau ci-dessous:

Tableau IV. 1 Les caractéristiques des différentes poudres

Elément	La masse (g)	Marque	Masse molaire (g/mol)
Al	4.363	BIOCHEM	53.96
Cr	14.01	BIOCHEM	51.99
C	1.61757	Graphite	12.011

3.2. Homogénéisation :

Nous avons mélangé nos poudres déjà pesé dans une boîte de prélèvement avec des billes en acier 100Cr6 de diamètre 6mm, Cette technique consiste concassage des grains afin d'assurer l'homogénéisation des poudres, pendant 24h par agitation manuelle.



Figure IV.13. Billes en acier 100Cr6



figure IV.14 l'homogénéisation des poudres

3.3.Compactage de la poudre:

Après l'homogénéisation de nos poudres on met le mélange dans le dispositif avant de faire le compactage uni-axiale à froid. En utilisant une presse hydraulique de type HYDRAULIC(specac presse 30 Ton) (figure 15) en appliquant une pression de 10 Tonnes pendant 5 min . Cette opération a été faite de laboratoire études et recherche en technologie industrielle (LERTI).(saaddahlab blida1).

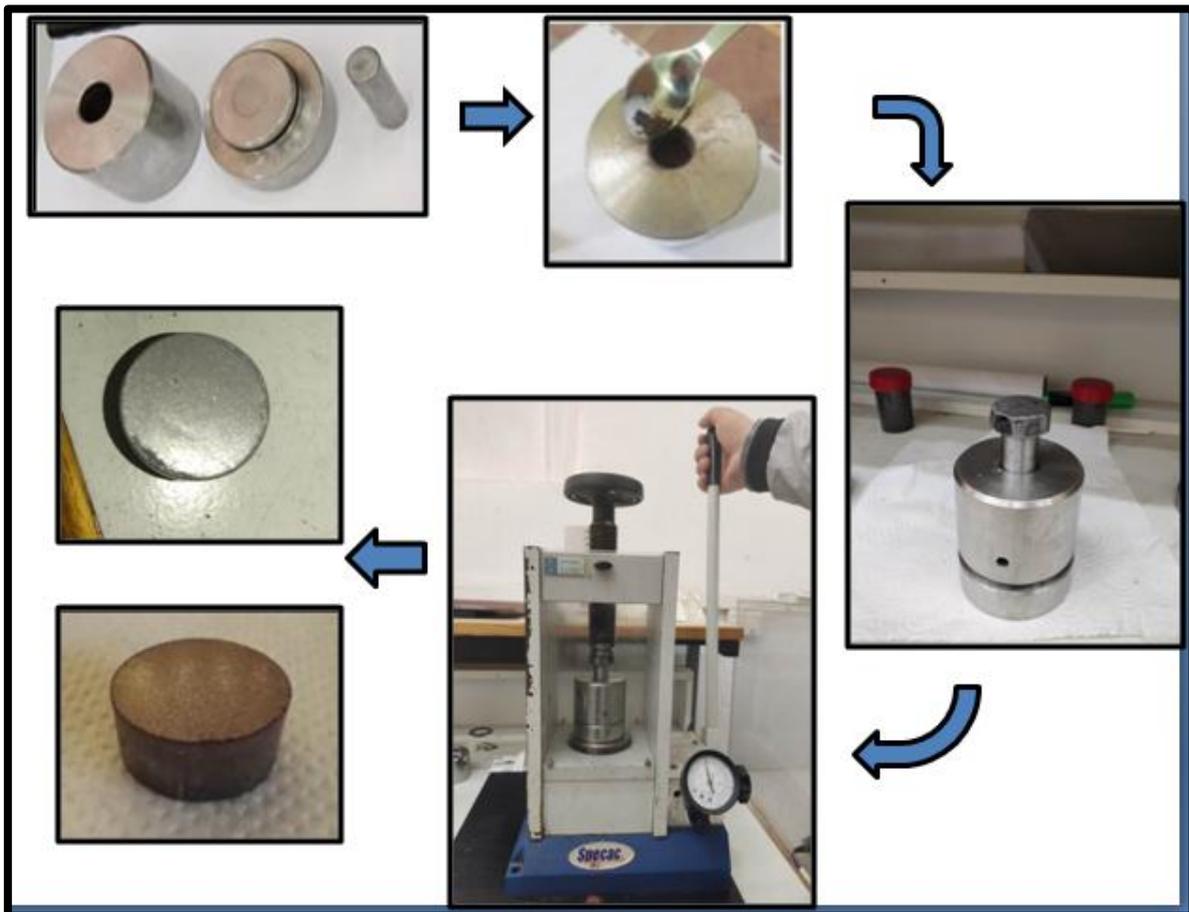


Figure 4. 15 Schéma de compactage.

3.4. Encapsulation et cuisson :

Le mélange des poudres compactés est placé dans le dispositif de compactage puis pastiller avec du sel KBr sous une pression de 5 tonnes pendant 5 min.

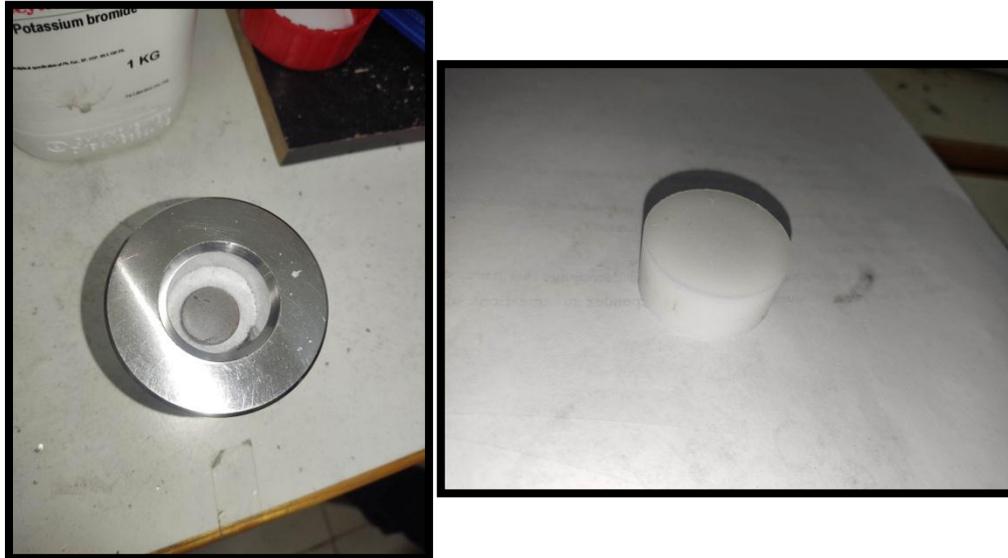


Figure IV. 16 Dispositif d'encapsulation Figure IV. 17 Pastille encapsulé.

Les pastilles ont été placés dans des creusets en alumine Al_2O_3 et enveloppé avec du KBr, puis introduites dans un four a moufle a une température de $1000^{\circ}C$, un temps de maintien de 1h et, une vitesse de chauffage de $5^{\circ}C/min$, la durée de la montée de la température a $1000^{\circ}C$ est de 3h20min



Figure IV.18 Les pastilles ont été placés dans des creusets en alumine

3.5. Récupération des poudres :

3.5.1. Solubilité dans l'eau: Pour récupérer les échantillons après refroidissement dans le four fermé, les creusets seront immergés dans l'eau pour permettre au sel de se dissoudre.



Figure 4. 19 Sel protecteur fondu

Cette méthode de lavage qui est utilisée pour extraire le sel, peut être divisée en deux étapes :

Etape 1 : L'échantillon a été placé sur un agitateur magnétique, qui a été maintenu à 70 °C.

Etape 2 : Filtration : les poudres ont été récupérées à travers un dispositif de filtration.

Puis les poudres ont été séchées dans un four de marque (MEMMERT), à une température de 80° C. pendant 24 heures.

Puis nous les avons mises dans des tubes pour les amener à des examens.



Figure IV. 20 Agitateur magnétique.

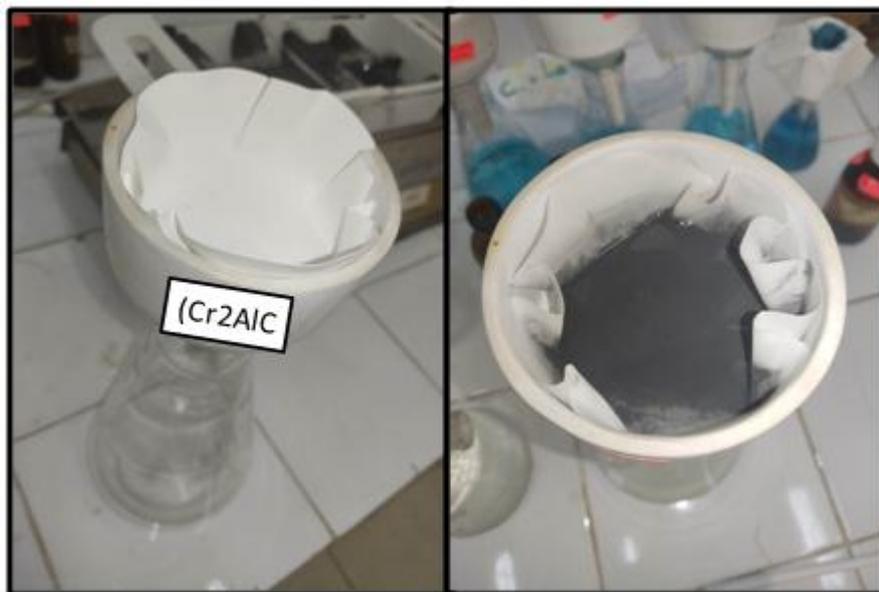


Figure IV. 21 Filtration de Cr_2AlC .



Figure IV. 22 Four MEMMERT Figure IV. 23 Poudre Cr₂AlC.



Figure IV. 24 Cr₂AlC récupérés. Figure IV. 25 KBr récupérés. 4.

Elaboration de notre composite Cu/Cr₂AlC :

Afin d'élaborer notre composite on a mélangé des pourcentages de la poudre d'aluminium avec des pourcentages de la phases MAX synthétiser pour avoir des pastilles de 5g suivant le tableau ci-dessous :

Pourcentage	Masse de cuivre (g)	Masse de Cr ₂ AlC(g)
1%	4.95	0.05
2%	4.90	0.1
5%	4.75	0.25

On a suivi les mêmes procédures précédentes :

- L'homogénéisation
- compactage a 7 Tonnes avec 3min de maintien sous cette charge
- Le frittage dans une température de 800°c que nous avons estimé la meilleur pour le frittage car a cette température on a trouvé que la dureté augmente
- . - Récupération de notre creuset après avoir laissé refroidir dans le four
- Récupération des L'échantillonet Polissage des pastilles.

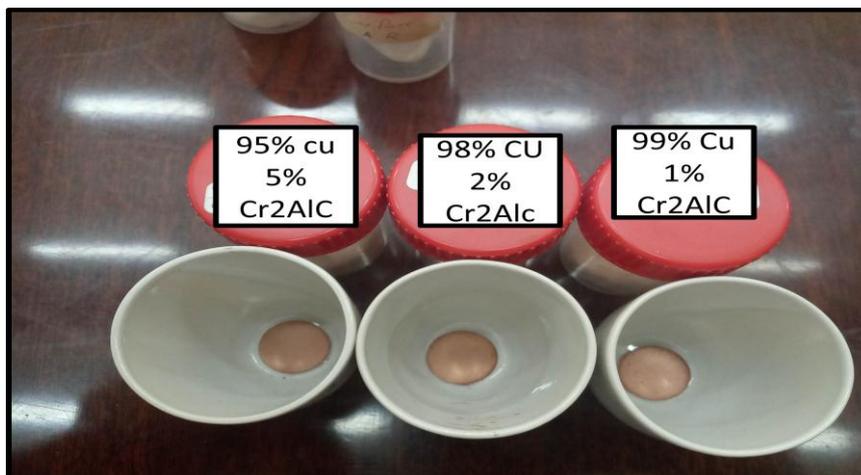


Figure IV.26.les échantillon de Cu/Cr₂AlC.

MICRO DURETE :

Les tests de micro dureté ont été réalisé au niveau de laboratoire LERTI a l'aide d'un micro duromètre de type Vickers (INOVATEST FALCON 400), on a effectué les mesures de micro dureté sur les différents échantillons, avec une charge de 100 gf et un temps de maintien de 10 secondes.

L'appareil est équipé avec un système qui donne la mesure automatique des deux diagonales de l'empreinte. On a pris la moyenne de 3 indentations pour chaque échantillon pour toucher toutes les régions de chaque échantillon. La mesure de micro dureté VICKERS est faite avec une pointe pyramidale normalisée en diamant de base carrée. L'empreinte a la forme d'un carré.



FigureIV. 27 Micro d'uromètre de type Vickers (INOVATEST FALCON 400)

.3.Microscopie optique :

La microscopie est une technique utilisée pour inspecter les échantillons au niveau microstructurale. Pour cela on a utilisé un microscope optique de type Nikon Eclipse LV150N équipé d'une caméra connectée à un ordinateur et permettant d'enregistrer la micrographie observée. La microscopie optique a été faite au niveau de laboratoire études et recherche en technologie industrielle (LERTI) (université de Blida 1).



FigureIV. 28 Microscope optique de type Nikon Eclipse LV150N

Comportement tribologique (essai pion sur disque) :

L'essai d'usure a été réalisé à l'aide d'un tribomètre pion-disque l'air ambiant au sein de laboratoire études et recherche en technologie industrielle (LERTI) (université de Blida 1) à l'aide d'un tribomètre de type CSM Tribomètre, Switzerland, Anton Paar TRB3 (FigureIV.29) Ses caractéristiques sont les suivants :

- Gamme de force : 1- 20 N.
- Vitesse de rotation : 0.3 - 500 t/minIV

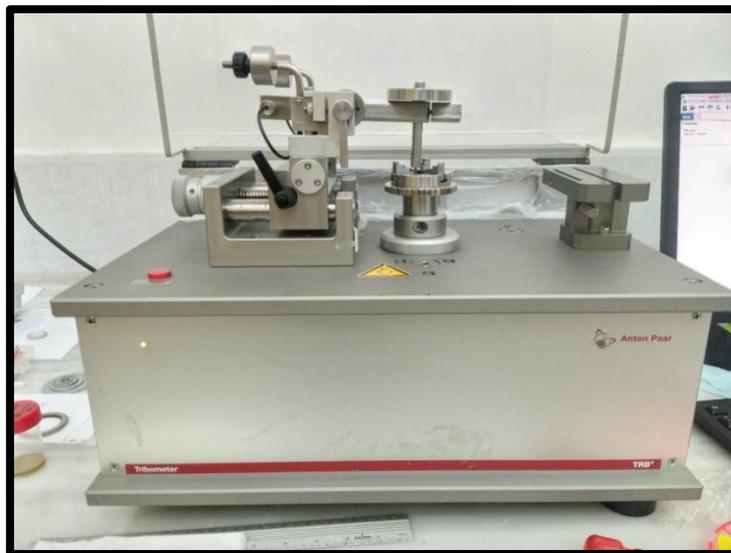


Figure IV. 29 Tribomètre de type CSM Tribometer, Switzerland, Anton Paar TRB3.

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 ($\text{inc601/Ti}_3\text{SiC}_2$), 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 IV.1 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).

$$W = V/F.d \dots \dots \dots \text{IV.1}$$

Où

W : représente le taux d'usure ($\text{mm}^3 / \text{N/m}$)

V : Volume d'usure (mm^3),

F: la force normale du contact (N)

d : la distance totale parcourue (m).

CHAPITRE 05 :

Interprétations des résultats

1-INTERPRETATION :

Dans cette section finale, nous analyserons les résultats du test de tribologie et fournirons des interprétations pertinentes concernant l'usure, les marques d'usure, ainsi que l'interprétation des images issues du microscope optique et du profilomètre.

2- Observation Microscopique :

Au cours de cette étude, nous avons utilisé la microscopie optique pour observer quatre échantillons composites, chacun contenant une matrice de cuivre pur avec différents pourcentages de Cr₂AlC. Les échantillons ont été désignés comme suit : un échantillon de cuivre pur (échantillon 1), un échantillon de cuivre avec 1% de Cr₂AlC en poids (échantillon2), un échantillon de cuivre avec 2% de Cr₂AlC en poids (échantillon 3) et un échantillon de cuivre avec 5% de Cr₂AlC en poids (échantillon 4). À l'aide de la microscopie optique, nous avons pu examiner en détail la structure et les caractéristiques de chaque échantillon, en mettant l'accent sur la matrice de cuivre et la présence de Cr₂AlC.

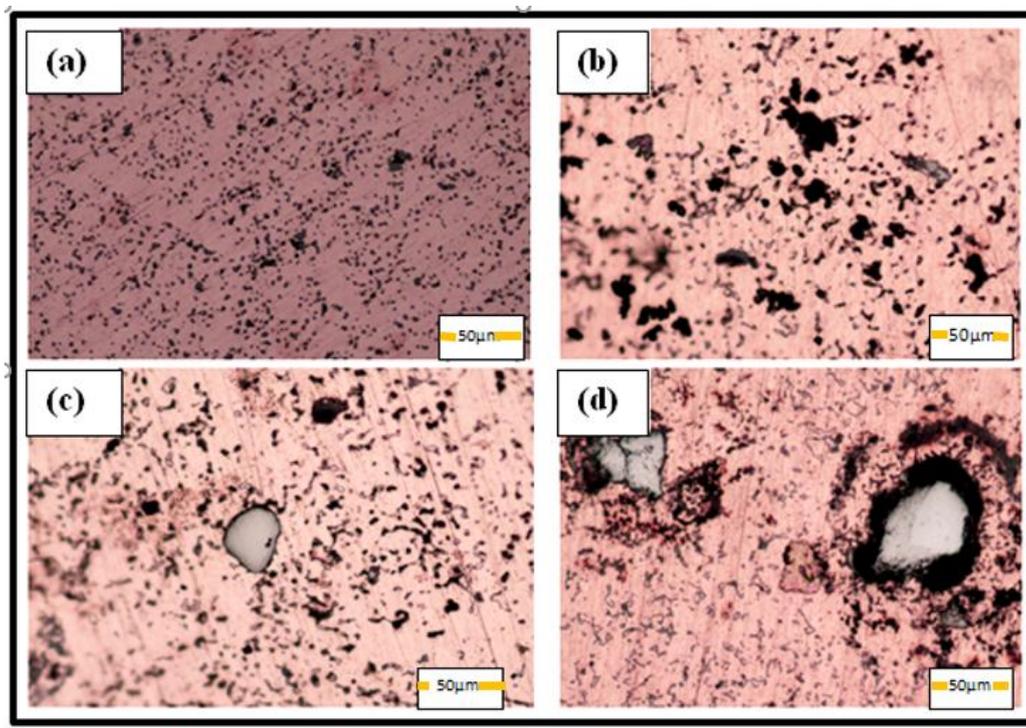


Figure V.1 La microstructure d'échantillons a une température de frittage 800°C (a) cuivre pure ;b) cuivre + 1% Cr₂AlC ;c) cuivre + 2% Cr₂AlC...d) cuivre + 5% Cr₂AlC. Dans un même agrandissement .

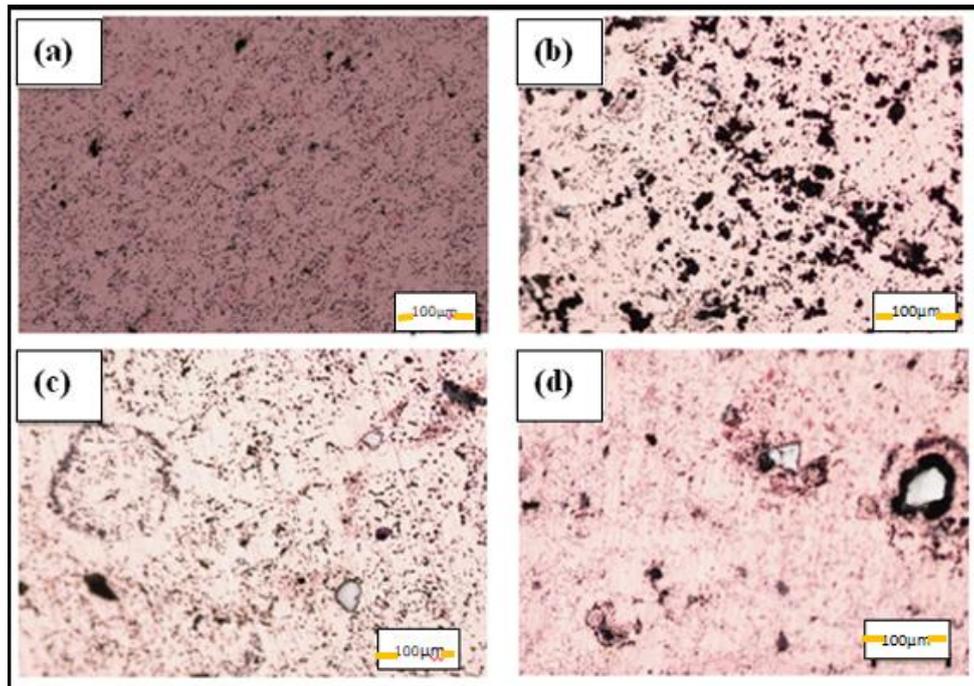


Figure V.2 :1 La microstructure d'échantillons à une température de frittage 800°C (a) cuivre pure b) cuivre + 1% en poids Cr₂AlC c) cuivre + 2% Cr₂AlC ; d) cuivre + 5% Cr₂AlC. Dans un même agrandissement à l'échelle 100µm.

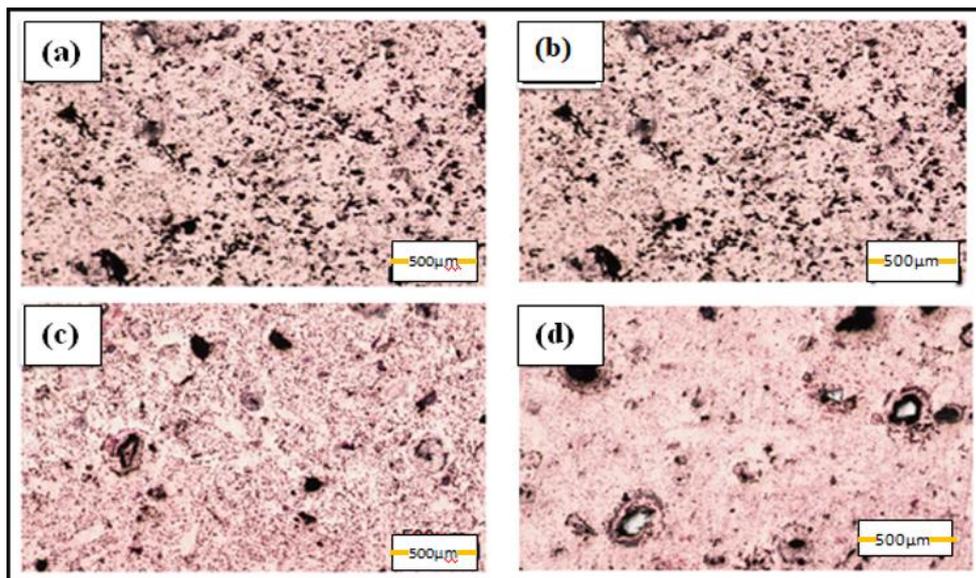


Figure V.3 La microstructure d'échantillons a une température de frittage 800°C (a) cuivre pure b) cuivre + 1% en poids Cr₂AlC C) cuivre + 2% Cr₂AlC ;d) cuivre + 5% Cr₂AlC. Dans un même agrandissement à l'échelle 500 µm.

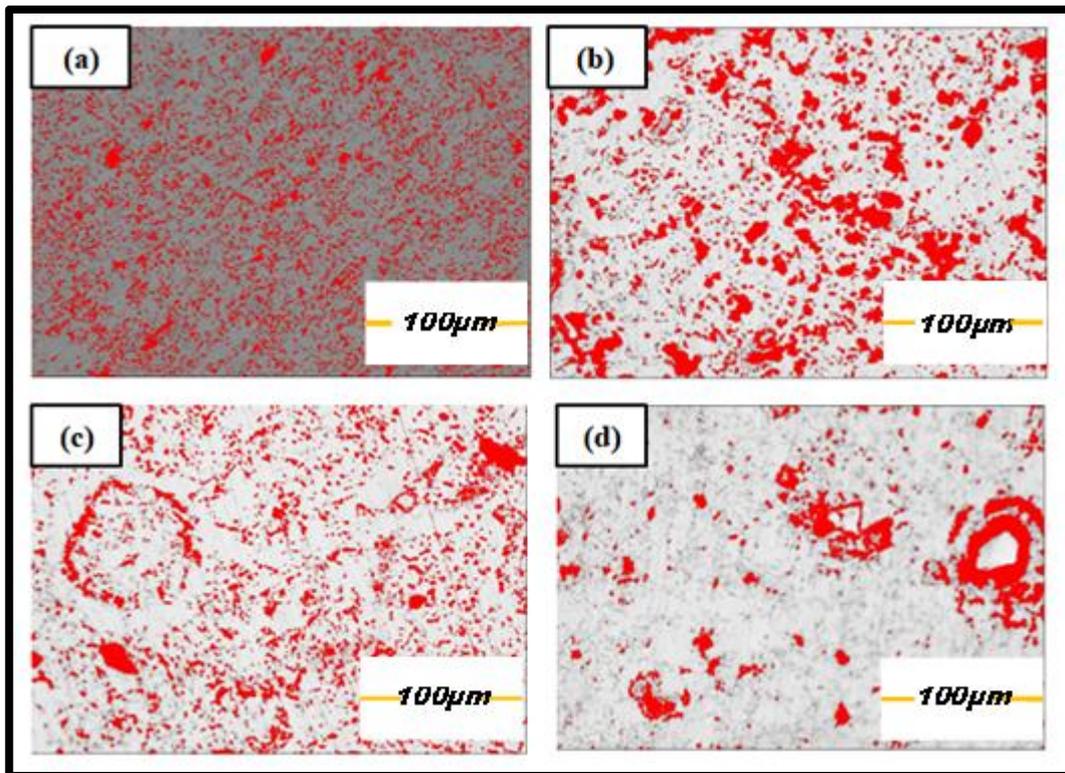


Figure V.4 la microstructure des l échantillent (a) cuivre pure b) cuivre + 1% e Cr2AlC c) cuivre + 2% Cr2AlC ; d) cuivre + 5% Cr2AlC. Dans un même agrandissement a l'échelle 100 µm, traité avec logiciel image j.

Tableau V.1 De pourcentage de porosité dans les échantillent .

Echantillon	Cu pur	1%	2%	5%
% porosité	16.82	21.97	14.96	8.84

Les figure(V.1) et (V.2) ,(V.3) ;(V.4) ;tableau V.1

est intéressant de noter que lorsque le taux de renfort (Cr2AlC) augmente, le taux de porosité diminue. Cette observation suggère une relation inverse entre le taux de porosité et le taux de renfort.

La porosité se réfère aux vides ou aux espaces non remplis dans un matériau. Une porosité élevée peut affaiblir la structure et réduire les performances mécaniques d'un matériau. Ainsi, une diminution du taux de porosité est souvent considérée comme bénéfique, car elle indique une densité accrue et une meilleure qualité du matériau.

D'autre part, le taux de renfort, dans ce cas le Cr₂AlC, fait référence à la quantité de renfort incorporée dans la matrice du matériau. Les renforts peuvent améliorer les propriétés mécaniques, la résistance à l'usure et la résistance à la corrosion du matériau.

Les particules de Cr₂AlC agissent comme des noyaux de croissance ou des obstacles à la formation de pores, contribuant ainsi à une augmentation de la densité du matériau composite. De plus, le Cr₂AlC peut jouer un rôle de liaison entre les grains de cuivre, renforçant les liaisons et réduisant les espaces vides

Ainsi, lorsque le taux de renfort (Cr₂AlC) augmente, il est possible d'observer une réduction du taux de porosité. Cela peut s'expliquer par le fait que le renfort aide à remplir les vides et à réduire les espaces non remplis, ce qui conduit à une diminution de la porosité globale du matériau.

La dureté Vickers :

On a fait une étude de micro dureté avant et après frittage d'échantillon de cuivre pure fritté à température 800° pendant 2h, Hardness 100gs à 10s. On a trouvé ces résultats qui sont classés dans ce tableau:

Tableau V. 2 Résultats micro dureté avant et après frittage.

Echantillon	Micro dureté avant frittage (HV)	T° de frittage	Micro dureté après frittage (HV)
01	54.93	800	91.60HV

Etude de comportement tribologique :

Dans cette partie on va intéresser au comportement tribologique des échantillons.

Test Tribologiques bille sur disque :

La propriété tribologique des échantillons composites Cu/Cr₂AlC élaborés avec pourcentage de la phase MAX ajoutés dans le cuivre afin de limiter l'usure et améliorer les comportements en frottement, a été mesurée sur un tribomètre pion sur disque (Anton Paar).

Les propriétés tribologiques des échantillons ont été étudiées sur un testeur de frottement pion sur disque. Le test a été mené à une vitesse de rotation de 10cm/s et sous une charge de 2 N pendant 50 min. Le matériau de l'échantillon supérieur est une bille en acier d'un diamètre de 6 mm, et la contrepartie est un disque de composite Cu/Cr₂AlC de 20 mm×2 mm de taille.

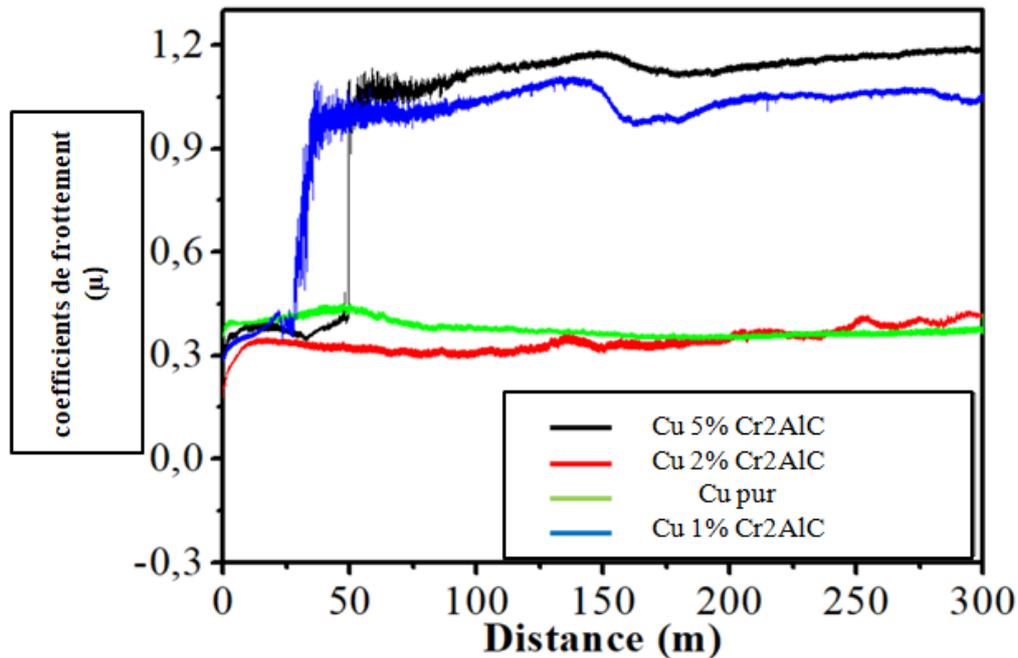


Figure V.5: Coefficient de frottement de cuivre pur contenant différentes concentrations de la phase MAX en fonction de distance (m).

Tableau .3: le coefficient de frottement en fonction de pourcentage de la phase MAX (Cr2AlC).

Pourcentage de Cr2AlC	0%	1%	2%	5%
Coefficient de frottement	0.337	0.965	0.343	1.011

Les résultats des tests de tribologie sur les échantillons composites Cu/Cr2AlC avec différents pourcentages de la phase MAX ajoutée dans le cuivre montrent des variations significatives du coefficient de frottement. Voici une synthèse des observations :

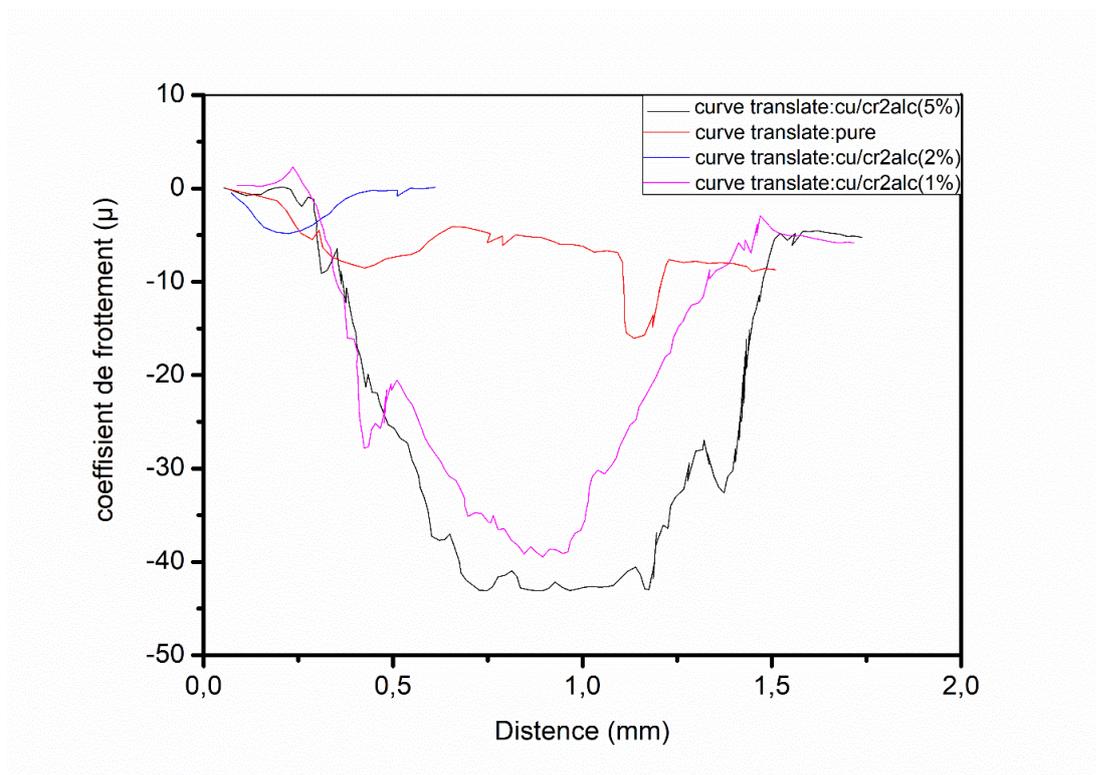
L'échantillon de cuivre pur (0% de la phase MAX) présente un coefficient de frottement de 0.33, indiquant une résistance au frottement relativement élevée due à une adhérence accrue entre les surfaces en contact.

L'ajout de 1% de la phase MAX dans le cuivre entraîne une augmentation du coefficient de frottement à 0.96. Cela peut être dû à des modifications des propriétés de surface, de l'adhérence et des interactions avec la contrepartie en acier.

L'échantillon avec 2% de la phase MAX ajoutée présente un coefficient de frottement de 0.34, se rapprochant de celui du cuivre pur. L'ajout d'une plus grande quantité de la phase MAX peut avoir réduit les effets négatifs sur le coefficient de frottement, ramenant la valeur à des niveaux similaires à ceux du cuivre pur.

En revanche, l'échantillon avec 5% de la phase MAX ajoutée affiche un coefficient de frottement élevé de 1.01. Une plus grande quantité de la phase MAX peut avoir provoqué des interactions incompatibles avec la contrepartie en acier, entraînant une augmentation significative du coefficient de frottement.

Ces résultats indiquent que la concentration de la phase MAX dans le composite Cu/Cr₂AlC a une influence notable sur le coefficient de frottement. Des concentrations plus élevées peuvent entraîner une augmentation ou une diminution du coefficient de frottement, en fonction des propriétés spécifiques du matériau et des interactions avec la contrepartie en acier.



3-CALCUL DE L'USURE :

Pour calculer le taux d'usure de chaque échantillon on a appliqué la loi ci-dessous :

$$W = V / D \cdot F (\text{mm}^3/\text{N} \cdot \text{m})$$

Où W, v, D, F représentant taux d'usure, volume, distance parcourue, la charge normal, respectivement Le tableau suivant montre les taux d'usure des échantillons après chaque test :

Tableau V.1: Taux d'usure des échantillons.

Pourcentage	Cu pur	1%	2%	5%
Aire de trace (mm²)	3333.57*10 ⁻⁶	29696.52*10 ⁻⁶	846.570*10 ⁻⁶	40097.89*10 ⁻⁶
Rayons (mm)	5	5	5.01	5
La charge normale (N)	2	2	2	2
Distance parcourue (m)	300	300	300	300
Taux d'usure (mm³ /N.m)	1.74*10 ⁻⁴	1.55*10 ⁻³	4.53*10 ⁻⁵	2.099*10 ⁻³

Figure.12 : Les valeurs du taux d'usure (WR) calculées pour Cuivre pur et les composites élaborés sous charges (2N).

Les résultats du test de tribologie montrent également des variations dans le taux d'usure des échantillons composites Cu/Cr2AlC avec différents pourcentages de la phase MAX ajoutée dans le cuivre.

1. Échantillon de cuivre pur (0% de la phase MAX) : Le taux d'usure mesuré pour cet échantillon est de 1.74×10^{-4} . Le cuivre pur peut avoir une résistance à l'usure relativement faible en raison de sa tendance à s'adhérer et à s'user rapidement lors du frottement. Cela peut être attribué à des processus d'adhésion et d'abrasion entre les surfaces de contact.

2. Échantillon avec 1% de la phase MAX ajoutée : Dans cet échantillon, le taux d'usure mesuré est de 2.09×10^{-3} . peut avoir modifié les propriétés de surface de l'échantillon,y

compris sa dureté et sa résistance à l'usure. Il est possible que cette modification ait entraîné une augmentation du taux d'usure par rapport au cuivre pur.

3. Échantillon avec 2% de la phase MAX ajoutée : Dans cet échantillon, le taux d'usure mesuré est de 4.53×10^{-5} . La présence de 2% de la phase MAX ajoutée peut avoir amélioré la résistance à l'usure de l'échantillon en formant une interface plus solide et en réduisant l'adhérence et l'abrasion entre les surfaces en contact. Cela peut expliquer le taux d'usure plus faible observé par rapport au cuivre pur et à l'échantillon avec 1% de la phase MAX.

4. Échantillon avec 5% de la phase MAX ajoutée : Dans cet échantillon, le taux d'usure mesuré est de 1.55×10^{-3} . Bien que l'ajout de 5% de la phase MAX puisse potentiellement améliorer les propriétés tribologiques de l'échantillon, il est possible que cette concentration plus élevée ait entraîné des interactions incompatibles avec la contrepartie en acier, ce qui a augmenté le taux d'usure.

En résumé, les variations observées dans les taux d'usure des échantillons composites Cu/Cr₂AlC peuvent être attribuées aux propriétés tribologiques complexes des matériaux, aux interactions spécifiques entre les surfaces des échantillons et de la contrepartie, ainsi qu'à la quantité de la phase MAX ajoutée. Différentes concentrations de la phase MAX peuvent influencer la dureté, l'adhérence, la lubrification et d'autres facteurs qui affectent directement le taux d'usure des échantillons.

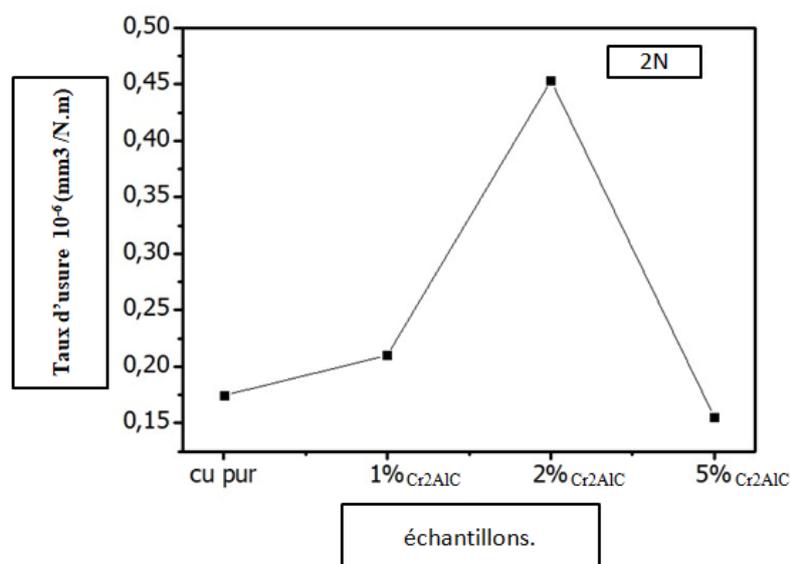


Figure IV.7 : Les valeurs du taux d'usure (WR) calculées Cu pure et les composites élaborés sous charges appliquées (2N).

4- Trace d'usure :

La figure V.8 montre les microscopies optiques des traces d'usure après une charge de 2N pour les différents échantillons élaborés.

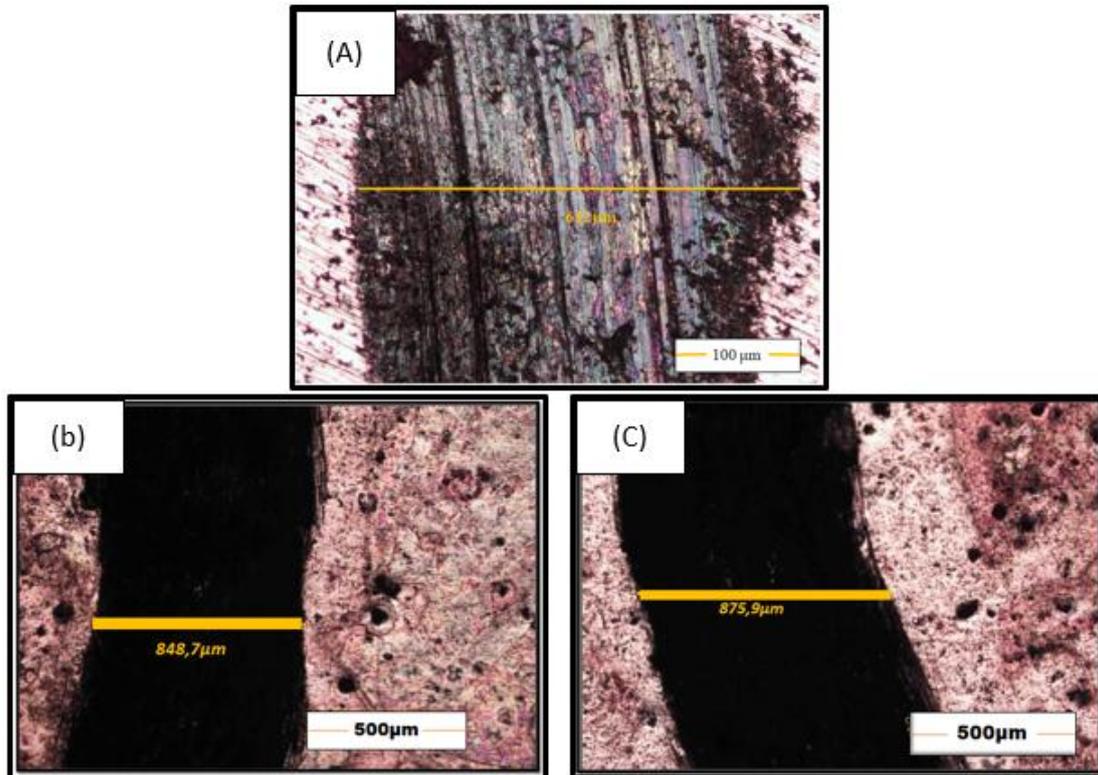


Figure V.8 Microscopies optique des traces d'usure (charge 2N) de Cuivre et phase max (Cr₂AlC) a) cuivre pure , b-c) Cu/Cr₂Alc 1%

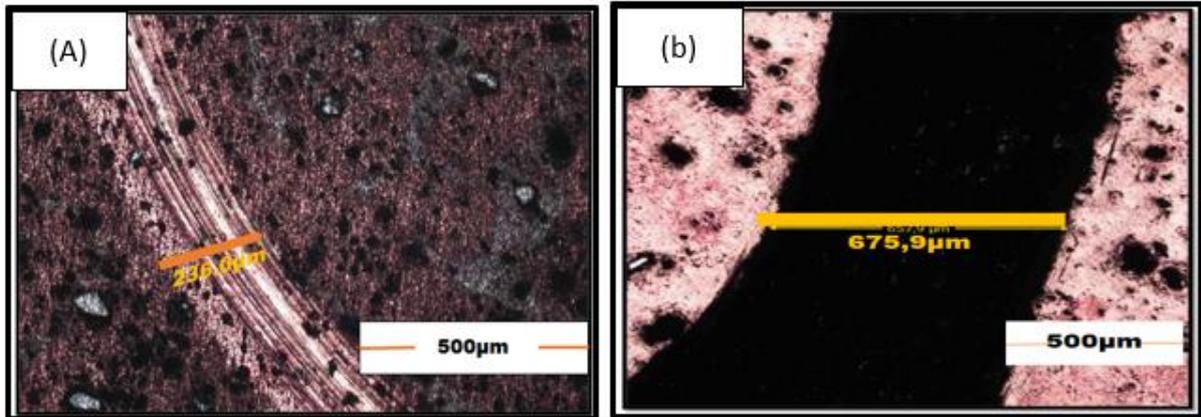


Figure V.9 Microscopies optique des traces d'usure (charge 2N) de Cuivre et phase max

(Cr₂AlC) a) Cu/Cr₂Alc 2%, b) Cu/Cr₂Alc 5%

5- Conclusion:

En conclusion, notre étude porte sur l'évaluation des propriétés tribologiques des échantillons composites Cu/Cr₂AlC élaborés avec différents pourcentages de la phase MAX ajoutée dans le cuivre. Nous avons utilisé un tribomètre pion sur disque pour mesurer le coefficient de frottement et le taux d'usure des échantillons. Voici les principales conclusions de notre étude :

1. Variation du coefficient de frottement : Les résultats montrent que le coefficient de frottement varie en fonction du pourcentage de la phase MAX ajoutée. Nous avons observé des valeurs plus élevées que celle du cuivre pur pour les échantillons avec 1% et 5% de la phase MAX. Cependant, l'échantillon avec 2% de la phase MAX a montré un coefficient de frottement plus proche de celui du cuivre pur. Ces variations peuvent être dues à des interactions complexes entre les surfaces des échantillons et de la contrepartie.

2. Variation du taux d'usure : Le taux d'usure des échantillons composites Cu/Cr₂AlC diffère également en fonction du pourcentage de la phase MAX ajoutée. Les échantillons avec 1% et 5% de la phase MAX ont montré des taux d'usure plus élevés que le cuivre pur, tandis que l'échantillon avec 2% de la phase MAX a montré un taux d'usure plus faible. Ces variations peuvent être attribuées à des modifications des propriétés de surface, de la dureté et des interactions avec la contrepartie.

3. Impact de la concentration de la phase MAX : Les résultats suggèrent qu'il existe une relation complexe entre la concentration de la phase MAX ajoutée et les propriétés tribologiques des échantillons composites. Une concentration optimale de la phase MAX pourrait être nécessaire pour obtenir de meilleures performances tribologiques, telles qu'un coefficient de frottement et un taux d'usure plus faibles.

En conclusion, notre étude met en évidence l'influence du pourcentage de la phase MAX sur les propriétés tribologiques des échantillons composites Cu/Cr₂AlC. Cependant, pour obtenir une évaluation plus approfondie et des conclusions plus solides, il est recommandé de mener des études complémentaires en variant davantage les concentrations de la phase MAX et en explorant d'autres paramètres tribologiques, tels que la résistance à l'abrasion et la stabilité des propriétés tribologiques dans des conditions différentes.

6- Les perspectives futures de recherche peuvent inclure les éléments suivants :

Études approfondies sur les mécanismes de frottement et d'usure : Pour mieux comprendre les interactions complexes entre les surfaces des échantillons composites Cu/Cr₂AlC et la contrepartie, des études complémentaires peuvent être réalisées pour examiner les mécanismes de frottement et d'usure spécifiques qui se produisent à l'interface. Cela peut inclure l'utilisation de techniques de caractérisation avancées, telles que la microscopie électronique à balayage (MEB) et la spectroscopie de photoélectrons X (XPS), pour analyser les changements de surface et les réactions chimiques qui se produisent pendant les essais tribologiques.

Optimisation de la concentration de la phase MAX : La recherche future peut se concentrer sur la détermination précise de la concentration optimale de la phase MAX ajoutée dans les échantillons composites Cu/Cr₂AlC. Cela peut être réalisé en testant différents pourcentages de la phase MAX et en évaluant les propriétés tribologiques correspondantes, telles que le coefficient de frottement et le taux d'usure. L'objectif serait de trouver le point où les performances tribologiques sont les meilleures.

Étude de la stabilité des propriétés tribologiques : Il serait intéressant de comprendre comment les propriétés tribologiques des échantillons composites Cu/Cr₂AlC évoluent dans des conditions de fonctionnement réelles, telles que des cycles de charge et de température. Des études complémentaires peuvent être menées pour évaluer la stabilité des propriétés tribologiques à long terme et pour déterminer si les performances tribologiques des échantillons restent constantes ou se détériorent avec le temps.

Exploration d'autres paramètres tribologiques : En plus du coefficient de frottement et du taux d'usure, d'autres paramètres tribologiques peuvent être étudiés pour obtenir une évaluation plus complète des performances des échantillons composites. Cela peut inclure des tests d'abrasion pour évaluer la résistance à l'usure dans des conditions d'usure plus sévères. De plus, d'autres tests tribologiques, tels que les tests de lubrification, peuvent être effectués pour étudier l'influence des lubrifiants sur les propriétés tribologiques des échantillons.

En réalisant ces études complémentaires, une meilleure compréhension des propriétés tribologiques des échantillons composites Cu/Cr₂AlC peut être obtenue, ce qui pourrait conduire à des améliorations significatives dans la conception et l'utilisation de ces matériaux dans des applications tribologiques.

**Références
bibliographiques :**

Références bibliographiques :

- [1] Jeitschko, W., Nowotny, H. & Benesovsky, F. Kohlenstoffhaltige ternaire Verbindungen (H-Phase). Monatshefte für Chemie 332, 2–6 (1963).
- [2] D. B. Williams and C. B. Carter. Transmission Electron Microscopy. Plenum Press -New York Volumes I-IV. (1996).
- [3] V.Ivchenko, M.Lesnaya, V.Nemchenko, T. Y. K. some physical properties of ternary compounds in the system Ti-Al-C. Powder Metall. Met. Ceram. 5, 367–369 (1976).
- [4] V.Ivchenko, T. Y. K. Abrasive properties of the ternary compounds in the systems TiAlC and Ti-Al-N. Powder Metall. Met. Ceram. 8, 626–628 (1976).
- [5] Barsoum, M. W. & El-Raghy, T. Synthesis and characterization of a remarkable ceramic: Ti₃SiC₂. J. Am. Ceram. Soc. 79, 1953–1956 (1996).
- [6] Procopio, a T. & Barsoum, M. W. Characterization of Ti₄AlN₃. Metall. Mater. Trans.A31, 333–337 (2000).
- [7] Pham Tram, Structure et propriétés mécaniques de films minces AlCrN, PhD university of Poitiers (2011).
- [8] S. Shanmugan, D. Mutharasu, P. Anithambigai, N. Teeba and I. Abdul Rafa, Synthesis and structural properties of DC sputtered AlN thin films on different substrates, Journal of Ceramic Processing Research 14 (3), 385-390 (2013).
- [9] C. Duquenne, M- P. Besland, E. Gautron, P- Y. Tessier, B. Angleraud, P- Y. Youan, M- A.Djouadi, Dépôt et épitaxie d'AlN à basse température par Pulvérisation Magnétron, Le Courrier 44, 5-7 (2009).
- [10] M.W. Barsoum and T. El-Raghy. The MAX phases : unique new carbide and nitride materials. American Scientist, 89 :334_343, 2001.
- [11]
- [12] Palmquist, J. P. et al. Mn_nAlX_n phases in the Ti-Si-C system studied by thin- film Synthesis and ab initio calculations. Phys. Rev. B - Condens. Matter Mater. Phys. 70, 1–13 (2004).
- [13] Neckel, A, Electronic structure of stoichiometric and Non-stoichiometric TiC AND TiN vol.485, Kluwer Academic press, Amsterdam (1999).
- [14] N. Haddad, Etude des propriétés diélectriques des phases MAX par spectroscopie de pertes d'énergies des électrons, Thèse de doctorat de l'université Paris Sud-Paris XI, 2009.

Références bibliographiques :

- [15] Thèse de doctorat Adel Haddad, Traitement thermochimiques et comportement tribologiques des phases MAX.
- [16] M. Radovic, M.W. Barsoum, MAX phases: Bridging the gap between metals and ceramics, MAX Phases. 92 (n.d.) 8.
- [17] M.W. Barsoum, MAX phases - Properties of Machinables Ternary Carbides and Nitrides, WileyVCH, 2013.
- [18] B. Cui, D.D. Jayaseelan, W.E. Lee, Microstructural evolution during high-temperature oxidation of Ti₂AlC ceramics, Acta Mater. 59 (2011) 4116–4125. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.03.035>.
- [19] J. LUBLINER : Plasticity Theory. University of California, Berkeley, 2008.
- [20] Calcul de constantes élastiques de matériaux solides par simulations Monte Carlo N. Desbiens, E. Bourasseau , J.-B. Maillet , C. Denoual (2009).
- [21] Jovic, V.D., Barsoum, M.W. "Electrolytic cell and electrodes for use in electrochemical processes. US patent 7,001,494, U.S. Patent Office, (USA) (2006).
- [22] Le Flem, M., Liu, X., Doriot, S., and Cozzika, T. "Irradiation damage in Ti₃(Si,Al)C₂: a TEM investigation "Int. J. Appl. Ceram. Technol., 7, 766-775 (2010).
- [23] El-Raghy, T. and Lyons, P. "stick resistant cooking utensils. US patent 7,217,907, USPTO? ED. (USA) (2007).
- [24] Hajas, D.E., Baben, M.t., Hallstest, B., Iskandar, R., Mayer, J., and Schneider, J.M., "Oxidation of Cr₂AlC coatings in the temperature range of 1230 to 1410°C" surface coating Tech, 206, 591-598. 2011.
- [25] Barsoum, M. . Fundamentals of Ceramics. (2002).
- [26] Didier BERNACHE-ASSOLLANT et Jean-Pierre BONNET. Aspects physico-chimiques -Partie 1 : frittage en phase solide, 2005
- [27] Thèse de doctorat Ellodie Drouelle, Relations microstructure, propriétés mécaniques et résistance à l'oxydation de la phase MAX Ti₃AlC₂, (2016).
- [28] Alexandra SOUCHET. Thèse de doctorat: Comportement tribologique d'une phase Max Transition et effets d'échelle sur différents Ti₃SiC₂ , 2004.
- [29] Delphine MOINARD et Claire RIGOLLET. Techniques de l'Ingénieur. Procédés de frittage PIM , 2011

Références bibliographiques :

- [1]. N.Glinka. Chimie générale T2. Traduit du russe, édition Mir (1979).
- [2] Antropov. Electrochimie théorique, édition Min(1979).
- [3] OCDE « recyclage des déchets de cuivre , plomb et zinc » , monographies sur l'environnement N° 109 paris 1995.
- [4] mohamed HADOUD « Contribution a l'étud des éléments chimiques en traces dans les eaux souterraines profondes de la wilaya de Biskra- Cas du cuivre et du zinc » , thèse de Magister
- [5]: Vignes JL., Khodan A., Ailloud P. et Grass D., Une vie de cuivre : Expériences de chimie sur l'élaboration et les propriétés d'un matériau. Bull.Union Phys., Paris, 1997, 790-791, 9-34.
- [6]: CUIVRE. Encyclopédie ENCARTA, Microsoft, 1998.
- [7] <https://www.futura-sciences.com/sciences/definitions/chimie-cuivre-14798/> consulte le 05/06/2019 à 23:00.
- [8] M. J. Siegfried and K. -S. Choi, Angew. Chem., Int. Ed., 47 (2008) 368.
- [9] Fathi HABASHI "handbook of extractive metallurgy "1997 Germany
- [10]: CUIVRE. Encyclopedia Universalis, Paris, 1995, 932-938.
- [11] Yves Bade. (Cuivrage électrolytique), tech de l'ing, M 1605, edn (1979).
- [12] A.Dessart-J.Jodogne-J.Paul. Chimie minérale, notions de chimie nucléaire. T2. édition (1979)
- [13] D. A. Scott, Metallography and Microstructure of Ancient and Historic Metals. Marina del Rey, CA: Getty Conservation Institute in association with Archetype Books., 1991.
- [14] "www.copper.org," Copper Development Association Inc..
- [15] "Copper wire tables Circular of the Bureau of Standards No.31 (3d ed.)," Technical, Oct. 1914.
- [16] J. Davis, Copper and Copper alloys, Illustrated. 2001.
- [17] C. Michel, Matériaux Métalliques, Propriétés mis en forme et applications industrielles des métaux et alliages, 2éme. Paris: DUNOD, 2012.
- [18] A. DELWASSE, "Métaux et alliages, matériaux magnétiques et multimatériaux/Étude et propriétés des métaux," 10-Apr-1983.
- [17] M. Gaune-Escard, Molten Salts: From Fundamentals to Applications, (Kluwer, London, 2002).
- [1] ETCHVERRY Bernard, Thèse de doctorat (2006), Adhérence, mécanique et tribologie des revêtements composites NIP – TALC multifonctionnels à empreinte écologique réduite.
- [2] Thèse de doctorat Adel Haddad Traitement thermochimique et comportement Tribologique Des Phases MAX.

Références bibliographiques :

- [3] Nicolas FILLOT. ETUDE MÉCANIQUE DE L'USURE Modélisation par Eléments Discrets des débits de troisième corps solide., L'Institut Natl. Des Sci. Appliquées Lyon (2004).
- [4]. Stachowiak, G. W. Materials, Mechanisms and Practice. Wear 480
- [5] M.CARTIER, P.KAPSA, Usure des contacts mécaniques, Techniques de l'Ingénieur, BM5065 à BM5061 (2001).
- [6] IONESCU, C. Caractérisation des mécanismes d'usure par tribocorrosion d'alliages modèles Ni - Cr. ÉCOLE Cent. PARIS (2012). doi:10.1107/S0021889809016690
- [7] MEZLINI, S. ETUDE DE L'USURE D'ALUMINIUM. Ec. Cent. LYON 29-30 (2003).
PAR ABRASION D'ALLIAGES
- [8] BARRAU, O. ÉTUDE DU FROTTEMENT ET DE L'USURE D'ACIER À OUTILS DE TRAVAIL À CHAUD. L'Institut Natl. Polytech. Toulouse (2004).
-