

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE SAAD DAHLEB DE BLIDA
Faculté des Technologie
Département de génie Mécanique

PROJET DE FIN D'ETUDE POUR L'OBTENTION DU DIPLOME
MASTER 2:

Spécialité : GENIE MECANIQUE

ELABORATION ET ETUDE MICROSTRUCTURAL ET TRIBOLOGIQUE
D'UN COMPOSITE
(Al/PHASE MAB Fe_2AlB_2)

Présenté par :

Imad Eddine GHERDIS

Encadré par :

Dr. Adel HADDAD

Co-encadrant :

Ahmed AKHMOUM

2021/2022

Remerciements

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

Je remercie les membres de jury pour avoir accepté de participer au jury et juger mon travail de projet de fin d'étude, Yacine NEMRI de m'avoir fait l'honneur de présider le jury de ce projet, merci à Mohamed HADJI et Nabil CHIKER pour avoir consacré un peu de temps à l'étude de ce manuscrit.

Je tiens à remercier tout particulièrement mon encadrant, Monsieur Adel HADDAD 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 Ahmed AKHMOUM 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.

Dédicace

*Ce travail est dédié à mes grands-parents décédés **Akila BENTOBBAL, Mustapha BENTOBBAL, Ammar GHERDIS**, qui m'ont toujours poussés et motivés pour terminer mes études. J'espère qu'ils apprécieront d'où ils sont maintenant l'humble geste de gratitude de leur petit-fils qui a toujours prié pour le salut de leurs âmes. Puisse Dieu, le tout puissant, les avoir en sa sainte miséricorde.*

Je dédie ce modeste travail, tout d'abord à mes chers parents

Mohammed Abdelhak et Nadjet

Combien vous avez peiné pour que la joie couvre mon visage

Nulle dédicace ne pourra pas exprimer la profonde affection que nous ne cesserons jamais de la porter pour vous.

*A ma chère sœur **Soumia** que je l'aime beaucoup*

*A mon cher frère **Abdelali** qui compte beaucoup pour moi.*

*A mon très cher ami **Hamza Hichem DJIDI** qui m'a trop aidé durant la réalisation de ce mémoire.*

A toute personne chère pour moi et à tous mes amis que je ne peux pas tous les citer

À tout le corps enseignant et administratif qui a contribué à ma formation universitaire.

À toute ma famille et mes amis.

Résumé

Les matériaux composites à base métallique ont envahi le marché de l'industrie surtout dans le domaine de l'aéronautique. Afin d'optimiser certaine propriété mécanique et améliorer la résistance à l'usure de ces matériaux, la phase MAB Fe_2AlB_2 a été utilisé comme renfort dans une matrice métallique Aluminium.

Dans le présent travail, un composite en aluminium avec renfort céramique a été élaborer par le procédé de frittage en variant le pourcentage massique des renforts dans la matrice, ces composites réalisés ont été examinés par des teste tribologiques, duretés et subit une étude microstructurale.

Abstract

Metal-based composite materials have invaded the industrial market, especially in the aeronautical field. In order to optimize some mechanical properties and to improve the wear resistance of these materials, the MAB phase Fe_2AlB_2 has been used as a reinforcement in an aluminum metal matrix.

In the present work, an aluminum composite with ceramic reinforcement was elaborated by the sintering process, varying the mass percentage of the reinforcements in the matrix, these composites were examined by tribological tests, hardnesses and underwent a microstructural study.

ملخص

غزت المواد المركبة ذات الأساس المعدني السوق الصناعية ، وخاصة في مجال الطيران. من أجل تحسين كتنعزيز في مصفوفة MAB Fe_2AlB_2 خصائص ميكانيكية معينة وتحسين مقاومة التآكل لهذه المواد ، تم استخدام طور معدنية من الألومنيوم

في العمل الحالي ، تم تطوير مركب الألومنيوم مع تقوية السيراميك من خلال عملية التلبيد عن طريق تغيير النسبة المئوية الكتلية للتعزيزات في المصفوفة ، وتم فحص هذه المركبات الناتجة عن طريق الاختبارات الترايبولوجية والصلابة. وتخضع لدراسة التركيب الميكروي

Table de matière

| | |
|----------------------------|---|
| Introduction générale..... | 1 |
|----------------------------|---|

CHAPITRE 01 : Synthèse des phases MAB

| | |
|---|----|
| 1. Introduction : | 2 |
| 2. Historique des phases MAB : | 2 |
| 3. Structure cristalline des phases MAB..... | 3 |
| 3.1. La structure de type 212 : | 4 |
| 3.2. La structure de type 222 : | 4 |
| 3.3. La structure de type 314 : | 5 |
| 3.4. La structure de type 414 : | 5 |
| 3.5. La structure de type 416 : | 5 |
| 4. Microstructure des phases MAB..... | 7 |
| 5. Propriétés mécaniques des phases MAB : | 9 |
| 5.1. Dureté..... | 9 |
| 5.2. Propriétés élastiques des phases MAB : | 10 |
| 5.3. Résistance aux chocs thermiques des phases MAB : | 12 |
| 6. Frittage | 13 |
| 6.1. Historique de frittage : | 13 |
| 6.2. Définition de frittage..... | 13 |
| 6.3. Nature de Frittage..... | 15 |
| 6.3.1. Frittage en phase solide..... | 15 |
| 6.3.2. Frittage en phase liquide..... | 15 |
| 6.4. Mécanisme de frittage..... | 16 |
| 6.4.1. Stade Initiale | 16 |
| 6.4.2. Stade Intermédiaire..... | 16 |
| 6.4.3. Stade finale..... | 16 |
| 6.4.4. Frittage naturel (frittage sans pression)..... | 18 |
| 6.4.4.1. Frittage sous-charge | 18 |
| 6.4.4.2. Pressage à chaud HP | 18 |
| 6.4.4.3. Pressage isostatique à chaud HIP..... | 19 |

| | | |
|--------|---|----|
| 6.4.5. | Frittage sous charge SPS | 19 |
| 6.4.6. | Frittage sous charge électromagnétique (micro-Onde) | 20 |
| 6.5. | . Méthode des sels fondu : | 21 |
| 6.6. | Conclusion : | 23 |

CHAPITRE 02 : Aluminium

| | | |
|--------|--|----|
| 1. | Historique : | 24 |
| 2. | Introduction : | 24 |
| 3. | Propriétés physico-chimiques de l'aluminium : | 25 |
| 4. | Les alliages d'aluminium : | 25 |
| 4.1. | Les alliages de moulage : | 26 |
| 4.2. | Les alliages de corroyage : | 26 |
| 4.3. | Les alliages à durcissement structurales : | 26 |
| 4.4. | Les alliages à durcissement par écrouissage : | 28 |
| 4.4.1. | Le durcissement par écrouissage : | 28 |
| 4.4.2. | Le durcissement par addition en solution : | 28 |
| 4.4.3. | Le durcissement par l'effet de phase dispersée : | 28 |
| 5. | Matériaux composites : | 30 |
| 5.1. | Historique : | 30 |
| 5.2. | Introduction : | 30 |
| 5.3. | Définition | 31 |
| 5.4. | Constituants des matériaux composites | 31 |
| 5.4.1. | La matrice | 31 |
| 5.4.2. | Les renforts | 31 |
| 5.5. | Les composites à matrice métallique renforcés par des particules | 31 |
| 5.5.1. | La matrice | 31 |
| 5.5.2. | Les renforts | 32 |
| 5.6. | L'impact des particules de céramique sur le comportement mécanique des CMM : | 33 |
| 5.7. | Composite à matrice d'aluminium : | 33 |
| 5.8. | Élaboration des composites à matrice métallique : | 33 |
| 5.8.1. | La métallurgie des poudres (MDP) : | 33 |

| | | |
|----------|---|----|
| 5.8.1.1. | Procédés mécaniques..... | 34 |
| 5.8.1.2. | Procédés physiques..... | 35 |
| 5.8.1.3. | Procédés chimiques..... | 35 |
| 5.8.2. | Élaboration d'un CMMp à partir d'une matrice liquide..... | 35 |
| 5.8.2.1. | La fonderie..... | 35 |
| 5.8.2.2. | Vortex method..... | 35 |

CHAPITRE 03 : Tribologie

| | | |
|----------|--|----|
| 1. | Introduction : | 36 |
| 2. | Définition : | 36 |
| 3. | Le but de la tribologie : | 36 |
| 4. | Les paramètre influençant sur la tribologie :..... | 37 |
| 5. | Les différents essais de tribologie :..... | 38 |
| 5.1. | Mesure du frottement..... | 38 |
| 5.2. | Usure : | 39 |
| 5.2.1. | Les différent mécanismes d'usure :..... | 39 |
| 5.2.1.1. | Usure abrasive :..... | 39 |
| 5.2.1.2. | Usure adhésive :..... | 40 |
| 5.2.1.3. | Usure par fatigue :..... | 41 |
| 5.2.1.4. | Usure corrosive (ou tribochimique) :..... | 41 |
| 5.2.1.5. | Usure par érosion :..... | 42 |
| 5.2.1.6. | Usure par cavitation :..... | 43 |
| 5.2.1.7. | Usure par fretting :..... | 43 |
| 5.2.2. | Quantification de l'usure : | 43 |
| 6. | Tribomètre type 'pion sur disque' : | 44 |
| 7. | Conclusion..... | 45 |

CHAPITRE 04 : Partie expérimentale

| | | |
|------|---|----|
| 1. | Introduction : | 46 |
| 2. | Optimisation de la Température de frittage de l'Aluminium : | 46 |
| 2.1. | Pesée : | 46 |
| 2.2. | Compactage à froid : | 47 |
| 2.3. | Encapsulation des pastilles : | 48 |
| 2.4. | Frittage :..... | 49 |
| 2.5. | Récupération des pastilles après frittage et le polissage : | 50 |

| | | |
|--------|---|----|
| 3. | Synthèse de Fe_2AlB_2 | 51 |
| 3.1. | Choix des poudre et pesés :..... | 51 |
| 3.2. | Homogénéisation :..... | 52 |
| 3.3. | Compactage de la poudre :..... | 52 |
| 3.4. | Encapsulation et cuisson :..... | 53 |
| 3.5. | Récupération des poudres :..... | 55 |
| 3.5.1. | Solubilité dans l'eau :..... | 55 |
| 4. | Elaboration de notre composite Al/ Fe_2AlB_2 :..... | 57 |

CHAPITRE 05 : Tests et interprétations des résultats

| | | |
|--------|--|----|
| 1. | Les tests :..... | 58 |
| 1.1. | Micro dureté :..... | 58 |
| 1.2. | Caractérisation par Diffraction des Rayons X (DRX) :..... | 59 |
| 1.3. | Microscopie optique :..... | 60 |
| 1.4. | Comportement tribologique (essai pion sur disque) :..... | 61 |
| 2. | Interprétation..... | 64 |
| 2.1. | Optimisation Température de frittage..... | 64 |
| 2.2. | Les résultats des rayons X de phase MAB Fe_2AlB_2 élaboré (DRX) :..... | 66 |
| 2.3. | Observation par microscope optique..... | 67 |
| 2.4. | Tribologie pion sur disque..... | 70 |
| 2.4.1. | Propriétés tribologiques..... | 70 |
| 2.4.2. | Essais Tribologiques..... | 70 |
| 2.4.3. | perte de masse..... | 73 |
| 2.4.4. | Expertise de la trace..... | 74 |
| | Conclusion générale..... | 79 |

Liste des figures

CHAPITRE 01

| | |
|---|----|
| Figure 1. 1 Emplacement des éléments constitutifs des phases MAB dans le tableau périodique .. | 2 |
| Figure 1. 2 Structure cristalline des phases MAB, (a) type $MAlB$, (b) type M_2AlB_2 [9]. | 3 |
| Figure 1. 3 (a) HRTEM (High Resolution Transmission Electron Microscopy) et (b) une représentation schématique, de la structure cristalline du $MoAlB$ [10]. | 4 |
| Figure 1. 4 Structure cristalline des phases MAB | 6 |
| Figure 1. 5 : Imagerie MEB d'un grains du Cr_2AlB_2 [14], Microstructure d'un faciès de rupture du Mn_2AlB_2 [15]. | 7 |
| Figure 1. 6 (a) Microstructure attaquée du $MoAlB$, (b) Micrographie par électrons rétrodiffusés BSE (Backscattered Secondary Electrons), de la surface polis du $MoAlB$ [10]. | 8 |
| Figure 1. 7 deux images SEM du $MoAlB$, Fe_2AlB_2 non irradiés et irradiés a $150^\circ C$ faible dose, $150^\circ C$ forte dose et $300^\circ C$ forte dose | 8 |
| Figure 1. 8 Dépendance de la charge d'indentation appliquée avec la dureté Vickers des phases MAB. Inset montre des imageries MEB des indentations [18]. | 10 |
| Figure 1. 9 La dépendance du module de (a) Young E et (b) module de cisaillement (G) avec la température [18]. | 11 |
| Figure 1. 10 Comparaison de la résistance aux chocs thermiques de quelques phases MAX et MAB avec l' Al_2O_3 [18]. | 12 |
| Figure 1. 11 Frittage phase solide. | 15 |
| Figure 1. 12 Schéma de la porosité en forme du stade intermédiaire. | 16 |
| Figure 1. 13 Frittage de deux sphères au stade final. | 17 |
| Figure 1. 14 Différents mouvements de matière au cours du frittage en phase solide. | 17 |
| Figure 1. 15 Frittage sous charge SPS | 20 |
| Figure 1. 16 types de frittage | 23 |

CHAPITRE 02

| | |
|---|----|
| Figure 2. 1 Schéma d'un matériau composite. | 31 |
| Figure 2. 2 microstructures des CMMp. | 32 |
| Figure 2. 3 Les deux principales familles de procédés de la métallurgie des poudres | 34 |

CHAPITRE 03

| | |
|--|----|
| Figure 3. 1 (pion/bille)-disque. | 38 |
| Figure 3. 2 Tribomètre de type | 38 |
| Figure 3. 3 Mécanisme d'usure abrasive. [3] | 40 |
| Figure 3. 4 Phénomène élémentaire de l'usure adhésive. | 40 |

| | |
|---|----|
| Figure 3. 5 Mécanisme d'usure par fatigue | 41 |
| Figure 3. 6 Mécanisme d'usure par érosion | 42 |
| Figure 3. 7 Couple pion sur disque | 44 |

CHAPITRE 04

| | |
|--|----|
| Figure 4. 1 (a) Aluminium pur . / (b) Balance de précision Type ADAM. / (c) Aluminium pesé. | 46 |
| Figure 4. 2 Dispositif de compactage. | 47 |
| Figure 4. 3 Presse hydraulique de type (HYDRAULIC SHOP PRESS 50 TON)..... | 47 |
| Figure 4. 4 Pastilles d'Aluminium. | 47 |
| Figure 4. 5 Pastille encapsulé. | 48 |
| Figure 4. 6 Dispositif d'encapsulation (a). | 48 |
| Figure 4. 7 Dispositif d'encapsulation (b). | 48 |
| Figure 4. 8 Four (Nabertherm B180). | 49 |
| Figure 4. 9 Creuset en Alumine. | 49 |
| Figure 4. 10 Polisseuse mécanique. | 50 |
| Figure 4. 11 Solution diamantée. | 50 |
| Figure 4. 12 Pastille avant polissage. | 51 |
| Figure 4. 13 Pastille après polissage. | 51 |
| Figure 4. 14 Poudres utilisées. | 51 |
| Figure 4. 15 Bromure de Potassium KBr | 51 |
| Figure 4. 17 Schéma de compactage. | 53 |
| Figure 4. 18 Dispositif d'encapsulation..... | 53 |
| Figure 4. 19 Pastille encapsulé. | 53 |
| Figure 4. 20 Creuset en Alumine. | 54 |
| Figure 4. 21 Four Nabetherm B180. | 54 |
| Figure 4. 22 Cycle thermique de l'élaboration du Fe_2AlB_2 | 54 |
| Figure 4. 23 Sel protecteur fondu. | 55 |
| Figure 4. 24 Agitateur magnétique. | 56 |
| Figure 4. 25 Filtration de Fe_2AlB_2 | 56 |
| Figure 4. 26 Four MEMMERTI. | 56 |
| Figure 4. 27 Fe_2AlB_2 et KBr récupérés. | 56 |
| Figure 4. 28 Poudre Fe_2AlB_2 | 56 |
| Figure 4. 29 Temps de maintien. | 57 |
| Figure 4. 30 Temps de montée. | 57 |

CHAPITRE 05

| | |
|---|----|
| Figure 5. 1 empreinte pyramidale | 58 |
| Figure 5. 2 Micro d'uroètre de type Vickers (INOVATEST FALCON 400) | 58 |
| Figure 5. 3 Phénomène de diffraction sur les atomes | 59 |
| Figure 5. 4 Explicatif de la DRX présentant les différents angles pris en compte | 60 |
| Figure 5. 5 Microscope optique de type Nikon Eclipse LV150N | 61 |
| Figure 5. 6 Tribomètre de type CSM Tribometer, Switzerland, Anton Paar TRB3 | 62 |
| Figure 5. 7 Principe de fonctionnement du tribomètre pion sur disque..... | 62 |
| Figure 5. 8 Fonctionnement du tribomètre pion sur disque..... | 63 |
| Figure 5. 9 Microstructures à l'échelle de 25µm des différentes température de frittage (a) 500°C (b) 550°C (c) 600°C | 64 |
| Figure 5. 10 Microstructures à l'échelle de 100µm des différentes température de frittage (a) 500°C (b) 550°C (c) 600°C | 64 |
| Figure 5. 11 Microstructures à l'échelle de 200µm des différentes température de frittage (a) 500°C (b) 550°C (c) 600°C | 65 |
| Figure 5. 12 Diagramme DRX de la phase MAB élaboré | 66 |
| Figure 5. 13 micrographie de l'Aluminium pur fritté a 600°C..... | 67 |
| Figure 5. 14 micrographie du composite 1% de Fe ₂ AlB ₂ | 67 |
| Figure 5. 15 micrographie du composite 5% de Fe ₂ AlB ₂ | 68 |
| Figure 5. 16 Diffusion de Fe ₂ AlB ₂ | 68 |
| Figure 5. 17 Distribution de Fe ₂ AlB ₂ | 69 |
| Figure 5. 18 Agglomération de Fe ₂ AlB ₂ | 69 |
| Figure 5. 19 Diagramme Al pur..... | 70 |
| Figure 5. 20 Diagramme Al/Fe ₂ AlB ₂ 0.5%..... | 71 |
| Figure 5. 21 Diagramme Al/Fe ₂ AlB ₂ 1%..... | 71 |
| Figure 5. 22 Diagramme Al/Fe ₂ AlB ₂ 2%..... | 72 |
| Figure 5. 23 Diagramme Al/Fe ₂ AlB ₂ 5%..... | 72 |
| Figure 5. 24 Diagramme Al/Fe ₂ AlB ₂ 10%..... | 73 |
| Figure 5. 25 Histogramme de Taux d'usure..... | 74 |
| Figure 5. 26 micro graphie de microscope optique de la trace d'usure Aluminium pur..... | 74 |
| Figure 5. 27 micro graphie de microscope optique de la trace d'usure du composite 0.5% Fe ₂ AlB ₂ | 75 |
| Figure 5. 28 micro graphie de microscope optique de la trace d'usure du composite 1% Fe ₂ AlB ₂ | 76 |
| Figure 5. 29 micro graphie de microscope optique de la trace d'usure du composite 2% Fe ₂ AlB ₂ | 76 |
| Figure 5. 30 micro graphie de microscope optique de la trace d'usure du composite 5% Fe ₂ AlB ₂ | 77 |
| Figure 5. 31 micro graphie de microscope optique de la trace d'usure du composite 10% Fe ₂ AlB ₂ | 78 |

Liste des tableaux

CHAPITRE 01

| | |
|---|----|
| Tableau 1. 1 Les valeurs de duretés Vickers (Hv) reporté dans la littérature..... | 9 |
| Tableau 1. 2 Avantages et inconvénients de SPS. | 20 |

CHAPITRE 02

| | |
|---|----|
| Tableau 2. 1 propriétés de l'aluminium. | 25 |
| Tableau 2. 2 désignation des séries principales des alliages d'aluminium..... | 26 |

CHAPITRE 03

| | |
|---|----|
| Tableau 3. 1 : Impacts de la tribologie sur la société [3]..... | 37 |
|---|----|

CHAPITRE 04

| | |
|---|----|
| Tableau 4. 1 Les caractéristiques des différentes poudres | 52 |
| Tableau 4. 2 Quantités des poudres | 52 |
| Tableau 4. 3 Pourcentage des de mélange. | 57 |

CHAPITRE 05

| | |
|--|----|
| Tableau 5. 1 Résultats micro dureté avant et après frittage..... | 65 |
| Tableau 5. 2 Différence de masse avant et après tribologie..... | 73 |

Introduction générale

Introduction générale :

Les plus récentes recherches scientifiques s'intéressent à l'amélioration de l'ensemble des propriétés mécaniques des alliages, principalement la tribologie. Cette dernière ne peut être améliorée que par des traitements surfaciques comme les traitements thermo-chimiques, ou la fabrication de composites à matrice métallique.

Les phases MAB sont des borures ternaires ; ils sont très récents et à ce jour ils présentent plusieurs formules chimiques du type : M_2AlB_2 , $MAIB$, et $M_{n+1}AlB_n$ M : métal de transition, A : Al ou Si, et B : Bore.

Ils présentent une combinaison de propriétés intéressantes comme : leur grand module de Young, leur conductivité thermique et électrique qui est proches de celle des métaux, résistants aux chocs thermiques, grande résistance à la présence de défauts, résistance à l'oxydation.

Les céramiques et les métaux sont les matériaux les plus utilisés, durant ces dernières années, les céramiques ternaires ont attiré une grande attention de la communauté scientifique, à cause de leurs grandes résistances à l'usure et l'oxydation.

Le renfort utilisé dans ce mémoire est la nouvelle phase MAB élaboré avec la méthode des sels fondu récemment découverte, qui a la formule chimique Fe_2AlB_2 , cette phase est une céramique ternaire et nano lamellaire qui combinent certaines propriétés mécaniques des métaux et des céramiques.

Cinq chapitres forment le document :

- Le premier chapitre : synthèse des phase MAB

On parle de l'historique des phases MAB, leurs structures et microstructures et quelques propriétés, aussi du frittage et la méthode d'élaboration de phases MAB des sels fondu.

- Le deuxième chapitre : Aluminium

On parle des propriétés de l'Aluminium, les différents alliages, aussi des matériaux composites.

- Le troisième chapitre : Tribologie

Le but de la tribologie et les paramètres influençant, aussi les mécanismes d'usures.

- Le quatrième chapitre : Partie expérimentale

On commence par l'optimisation de la température de Frittage puis l'élaboration de la phase MAB Fe_2AlB_2 , finalement l'élaboration de notre composite Al/ Fe_2AlB_2

- Le cinquième chapitre : Test et interprétation des résultats

Les tests fait durant notre manipulation et l'interprétation de nos résultats

Ce de travail de fin d'études est clôturé par une conclusion générale et des perspectives.

CHAPITRE 01 :
Synthèse des phases MAB

1. Introduction :

Les phases MAB sont des borures de métaux de transition (M) ternaires ou quaternaires en couches atomiques, dont les structures sont composées de sous-réseaux de transition MB entrelacés par des mono- ou bicouches d'atomes A ($A = A_1Zn$).

La plupart des phases MAB ont été découvertes avant les années 1990, mais des découvertes récentes de propriétés magnétocaloriques intrigantes, de comportement de déformation mécanique, de propriétés catalytiques et de résistance à l'oxydation à haute température ont conduit à leur "redécouverte".

| | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|
| H | | | | | | | | | | | | | | | | | | He |
| Li | Be | | | | | | | | | | | B | C | N | O | F | Ne | |
| Na | Mg | | | | | | | | | | | Al | Si | P | S | Cl | Ar | |
| K | Ca | Sc | Ti | V | Cr | Mn | Fe | Co | Ni | Cu | Zn | Ga | Ge | As | Se | Br | Kr | |
| Rb | Sr | Y | Zr | Nb | Mo | Tc | Ru | Rh | Pd | Ag | Cd | In | Sn | Sb | Te | I | Xe | |
| Cs | Ba | Lu | Hf | Ta | W | Re | Os | Ir | Pt | Au | Hg | Tl | Pb | Bi | Po | At | Rn | |
| Fr | Ra | Lr | Rf | Db | Sg | Bh | Hs | Mt | Ds | Rg | Cn | Nh | Fl | Mc | Lv | Ts | Og | |

Figure 1. 1 Emplacement des éléments constitutifs des phases MAB dans le tableau périodique

Dans ce chapitre, on parlera de l'historique des phases MAB, définition, leurs structures, les différentes propriétés et de frittage (définition, nature, techniques, mécanisme ...)

2. Historique des phases MAB :

Les phases MAB sont une famille de borures de métaux de transition ternaires stratifiés atomiquement, dans laquelle M est un métal de transition, A est généralement de l'aluminium, Al et B est du bore. La première phase MAB, $MoAlB$, a été synthétisée en 1966 par Jeitschko et al. [1], suivi de Mn_2AlB_2 [2] et Fe_2AlB_2 [3] plus tard cette même année.

Les ternaires, Cr_2AlB_2 et Cr_3AlB_4 n'ont été synthétisés qu'en 1973 par Chaban et Kuz'ma [4]. Récemment, ces phases ont connu un regain d'intérêt en raison de leurs propriétés magnétocaloriques uniques. [5], résistance à l'oxydation à haute température [6] et leur rôle en tant que précurseur des borures 2-D de type MXène [7,8].

3. Structure cristalline des phases MAB

Concernant les phases MAB, plusieurs structures peuvent être distinguées. Cristaux, les plus courants étant les deux types M_2AlB_2 et $MalB$ (Figure 1.2). Structure cristalline M_2AlB_2 a un ensemble de structures cristallines orthorhombiques Espace $Cmmm$, séparé par une couche sous le maillage des éléments MB. La structure à un seul atome de l'élément Al. Alors que dans la structure $MalB$, (orthorhombique, groupe d'espace $Cmcm$), la sous-grille de l'élément MB est séparée par deux couche atomique unique d'élément Al [9] ; différentes structures cristallines pour les phases MAB découverts à ce jour.

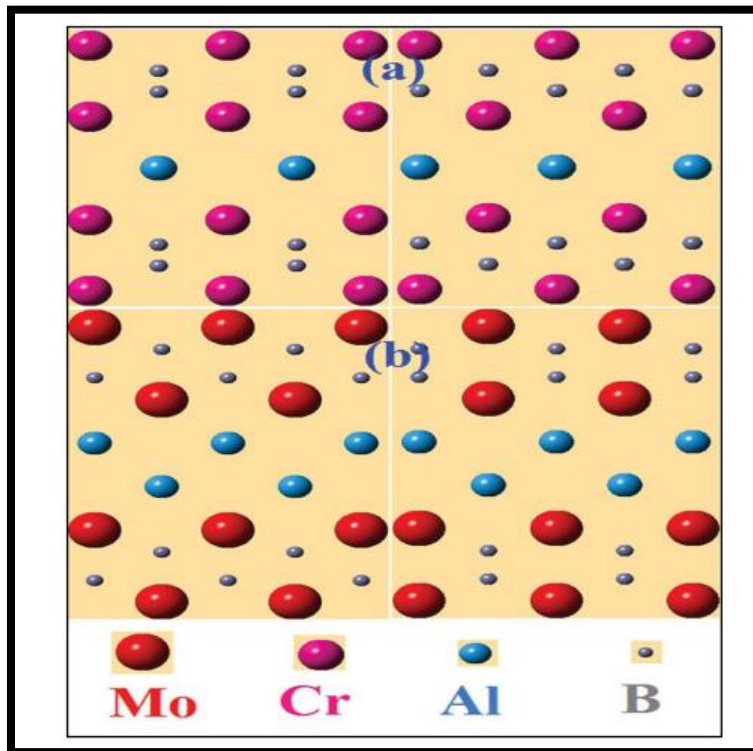


Figure 1. 2 Structure cristalline des phases MAB, (a) type $MalB$, (b) type M_2AlB_2 [9].

La structure cristalline de MoAlB est illustrée à la figure 1.3, qui peut être Empilement de prismes triangulaires définis comme du borure de molybdène (MoB) Séparés par deux couches monoatomiques d'élément Al Figure 1.3.b. image HRTEM (High Résolution Transmission Electron Microscopy) montre empilés Les atomes de molybdène apparaissent plus brillants que les atomes d'aluminium, qui sont plus foncés, Comme le montre la figure 1.3.a.

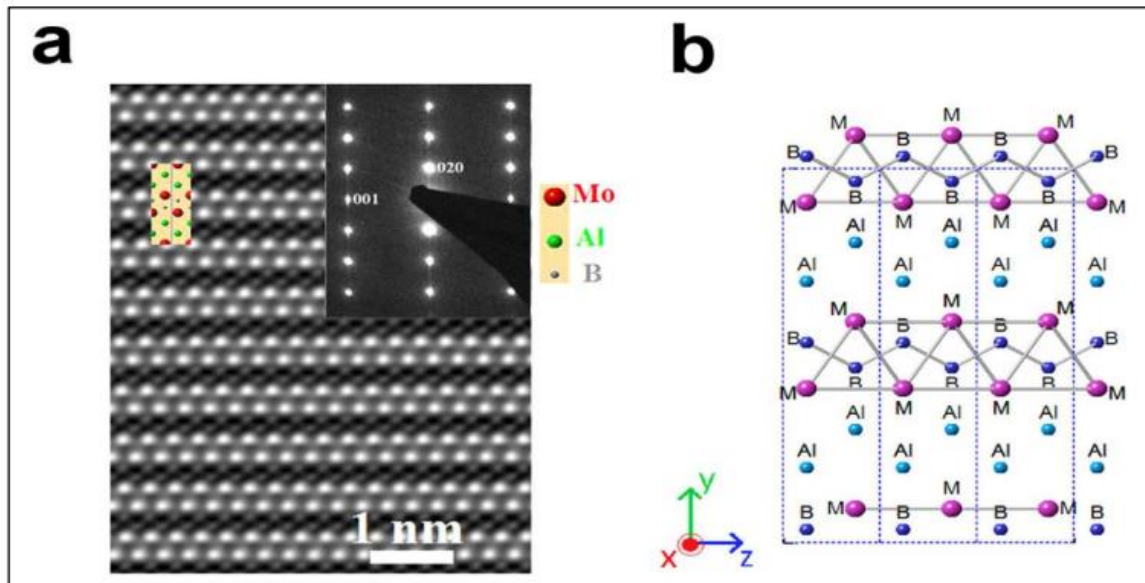


Figure 1. 3 (a) HRTEM (High Resolution Transmission Electron Microscopy) et (b) une représentation schématique, de la structure cristalline du MoAlB [10].

3.1.La structure de type 212 :

Dans la structure de type 212 (groupe d'espace $Hm\bar{3}m$; $x = 1, y = 0, z = 1$), le MB_6 prismes trigonaux, avec des atomes B au centre, se connectent sur leurs faces rectangulaires et triangulaires dans le plan pour former des blocs M–B d'une épaisseur de deux couches M.

Ces blocs sont séparés par des monocouches d'Al. Chaque cellule unitaire contient deux unités de formule. Chaque atome Al se trouve directement entre les atomes B dans les blocs M – B directement en dessous et au-dessus, formant une chaîne B – Al – B le long de l'empilement b-axe.

3.2.La structure de type 222 :

Cette structure de type 222 (groupe d'espace $cmcm$; $x = 2$ et $z = 1$) , les blocs M–B des composés MAIB (M = Mo, W) sont équivalentes à celles de la structure de type 212, mais les bicouches Al séparent chaque bloc M – B le long de l'empilement b-axe. Pour souligner la caractéristique de la bicouche Al, chaque bloc M–B est décalé de $(1/2)a + c$. par rapport au M–B adjacent bloc juste en dessous.

Cette dernière différence est illustrée en comparant les projections (100) et (001) de M_2AlB_2 et MAIB, respectivement [11]. Fait intéressant, à $\sim 2,65 \text{ \AA}$, la séparation Al-Al est nettement plus courte que les distances Al-Al les plus proches dans l'Al métallique ($2,86 \text{ \AA}$). A

noter la présence d'une deuxième couche d'Al signifie que les plans d'Al ne sont plus des plans de macles cristallographiques, contrairement à la structure 212.

3.3. La structure de type 314 :

La structure de type 314 (groupe spatial Hummm ; $x = 1, y = 1, z = 1$), pour lequel, à ce jour, Cr₃AlB₄ est le seul membre représentatif, et diffère de la structure de type 212 en ce que :

- (1) Les blocs M–B contiennent trois plans d'atomes M, et la cellule unitaire ne contient qu'une seule unité de formule.
- (2) La direction d'empilement des blocs M–B est le long c .
- (3) Lec-LP de Cr₃AlB₄ (8,054 Å) est significativement plus petit que celui du b-LP de Cr₂AlB₂ (11,04 Å).

3.4. La structure de type 414 :

Séparés par Ce prototype de type 414 contient deux blocs Cr – B empilés des monocouches d'Al et, par conséquent, un beaucoup plus grand b-LP de ~18,9 Å. Cette structure peut être considérée comme une variante proche de la structure 212 ou 222, et correspond ainsi à la définition susmentionnée des phases MAB.

Tout récemment, un nouveau composé en couches, Cr₄ AlB₄ il a été synthétisé expérimentalement par Adé et Hillebrecht [12] qui ont classés le Ru tétragonal Zn₂B₂, rapporté pour la première fois par Jung et Petry, [13] en tant que phase MAB car sa structure peut être décrite comme des blocs Ru-B de type α -MoB (non représentés) entrelacés par des monocouches de Zn pur. C'est uniquement la seule phase MAB contenant un arrangement orthogonal de chaînes B – B dans des blocs M – B adjacents comme dans α -MoB .

3.5. La structure de type 416 :

Le ternaire, Cr₄AlB₆, découvert seulement en 2015, et le seul représentant du composé de type 416, cristallise dans le Hummm groupe d'espace [12]. Cette structure ressemble aux structures 212 et 314, mais les blocs M – B sont constitués de 4 plans d'atomes M. De plus, comme dans la structure 212, les blocs M–B s'empilent dans les directions et les cellules unitaire

contient deux unités de formule ensemble, Cr_2AlB_2 , Cr_3AlB_4 , et Cr_4AlB_6 composent le $(\text{CrB})_2\text{Al}(\text{CrB}_2)_y$ ($y=1-3$) série de phases MAB analogues à la série de phases MAX.

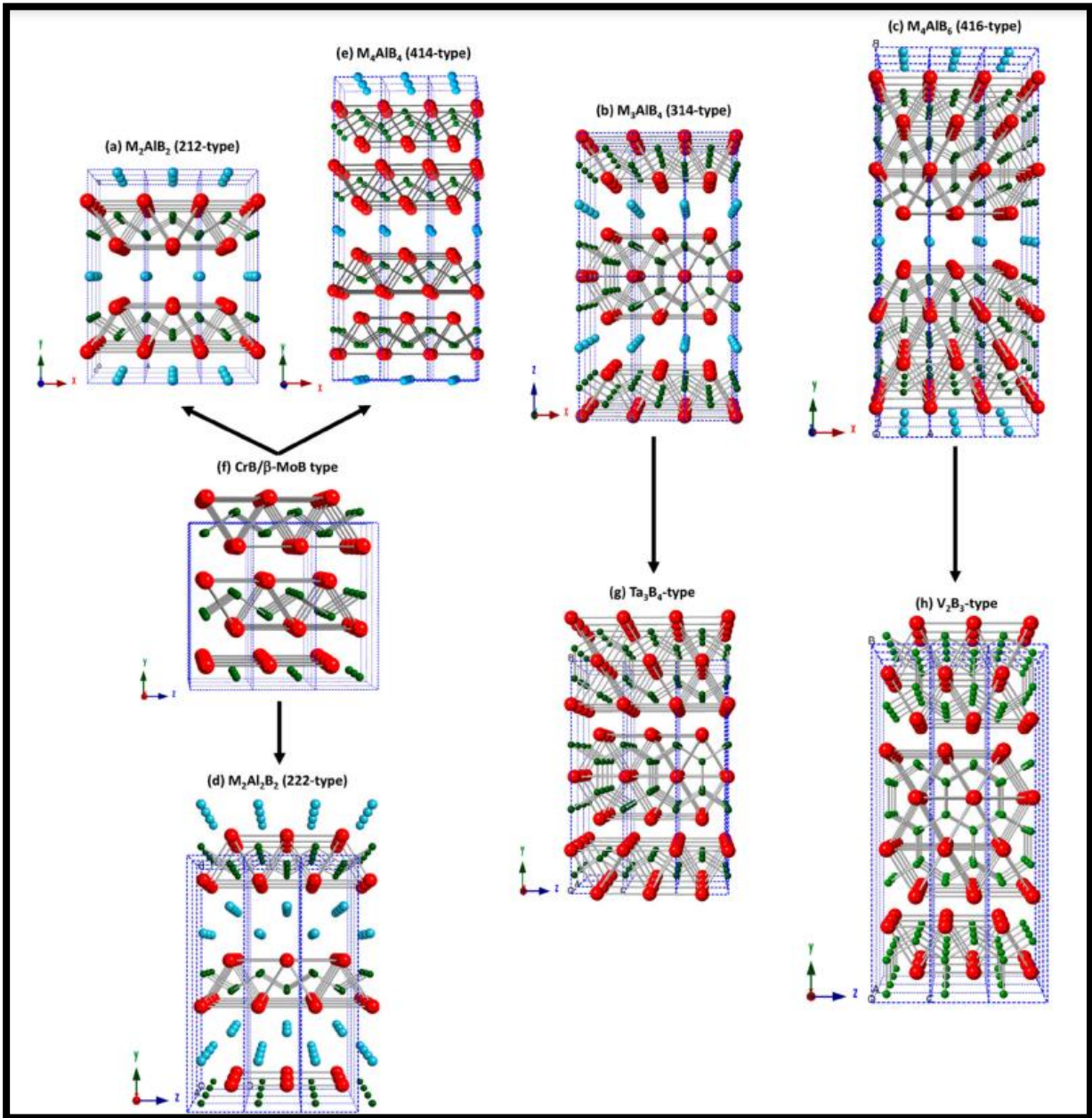


Figure 1.4 Structure cristalline des phases MAB

4. Microstructure des phases MAB

La figure 1.5 montre des images de microstructure fracturée de Cr_2AlB_2 [14] et Mn_2AlB_2 [15]. La microstructure de la phase MAB représente une microstructure avec des grains polycristallins avec un aspect nanolamellaire dans différentes orientations. Il convient de noter que la phase MAB et la phase MAX sont très similaires, à l'exception du fait que la phase MAB ne représente pas expérimentalement la tolérance à la présence de défauts. Cependant, plusieurs études n'ont démontré que théoriquement que la phase MAB est tolérante aux dommages.

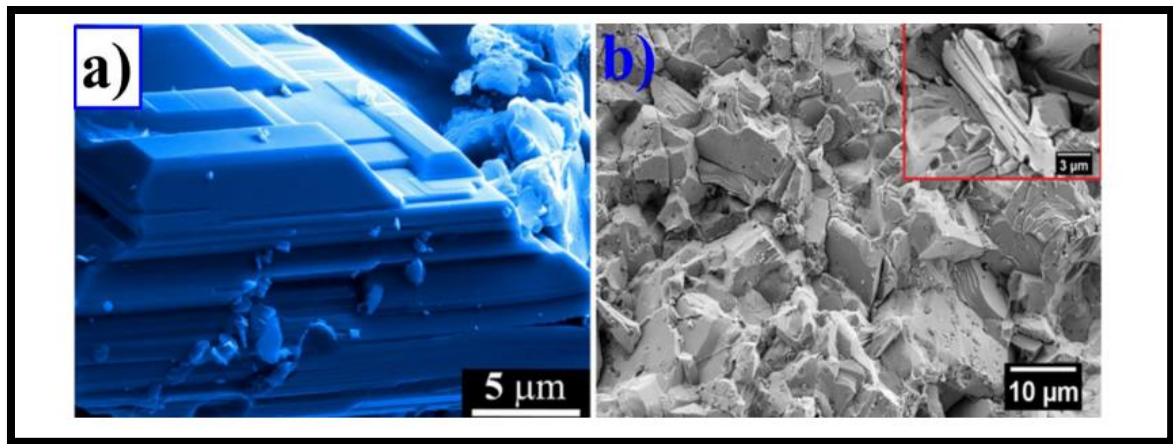


Figure 1. 5 : Imagerie MEB d'un grains du Cr_2AlB_2 [14], Microstructure d'un faciès de rupture du Mn_2AlB_2 [15].

Plus précisément, la phase MAB étudiée dans ce travail est le MoAlB qui, comme la phase MAB, est un matériau polycristallin qui présente une microstructure nano-lamellaire allongée (Fig. 1.6 a et b).

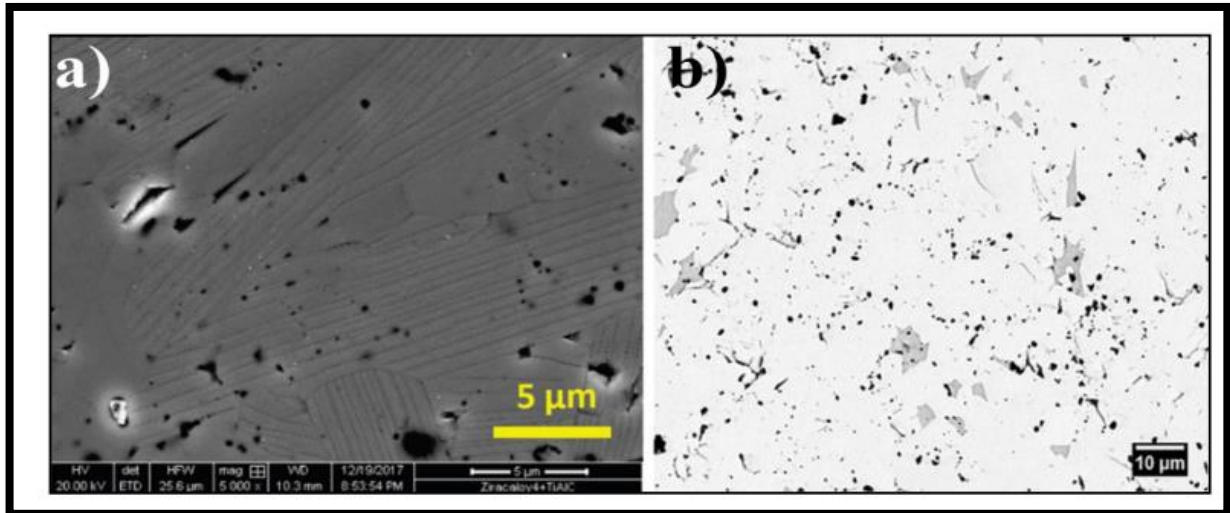


Figure 1. 6 (a) Microstructure attaquée du MoAlB, (b) Micrographie par électrons rétrodiffusés BSE (Backscattered Secondary Electrons), de la surface polis du MoAlB [10].

Lorsqu'il est synthétisé par HP, à ce jour, la pureté du MoAlB n'a pas dépassé les 90 pourcent. Des impuretés fréquemment trouvés sont Al₂O₃ et Al₃Mo ou/et Al₉Mo₃ Les principales phases dans le diagramme ternaire du système Mo-Al-B et Mn-Al-B

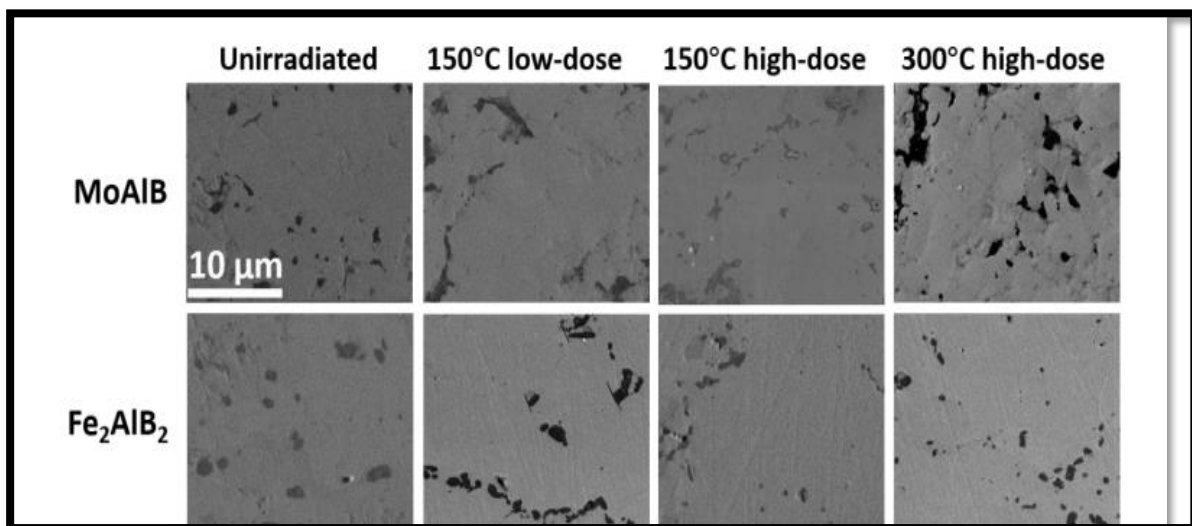


Figure 1. 7 deux images SEM du MoAlB, Fe₂AlB₂ non irradiés et irradiés a 150° C faible dose, 150°C forte dose et 300°C forte dose

5. Propriétés mécaniques des phases MAB :

5.1. Dureté

Les valeurs de la dureté Vickers (Hv) des phases MAB se trouve dans un intervalle allant de 6 à 22 Gpa (Tableau 1.1). Okada et al. [87] et Ade et Hillebrecht [40] ont les deux montrés que la phase la plus durs à ce jour est le $WAlB$, avec une dureté d'environ 19-21 Gpa. Les auteurs ont aussi mesuré d'autres phases MAB (Cr_2AlB_2 , Cr_3AlB_4 , Mn_2AlB_2 et Fe_2AlB_2) ils ont montrés que ces phases ont relativement faible dureté par rapport au $WAlB$, car ce dernier possède des liaisons M-M, M-B et BB très fortes.

Tableau 1. 1 Les valeurs de duretés Vickers (Hv) reporté dans la littérature

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

| | | |
|--------------|------------|-----|
| MoAlB | 10,3 ± 0,2 | 0,5 |
| | 11.4–13.6 | / |
| | 10,6 ± 0,3 | 0,5 |
| | 9,3 ± 0,4 | 0,5 |
| | 8.43 | 0,5 |
| | 10.6 | 10 |
| WAIB | 19,3 ± 0,7 | 1 |
| | 21.7 | 1 |

Une caractéristique importante des phases MAB est montrée dans la figure 1.8. Les phases MAB ont une très faible dépendance de la charge d'indentation appliquée. L'absence des fissurations aux coins de l'indentation suggère que ces phases sont aussi tolérantes aux endommagements, cependant, à ce jour cette propriété n'a pas été montrée expérimentalement.

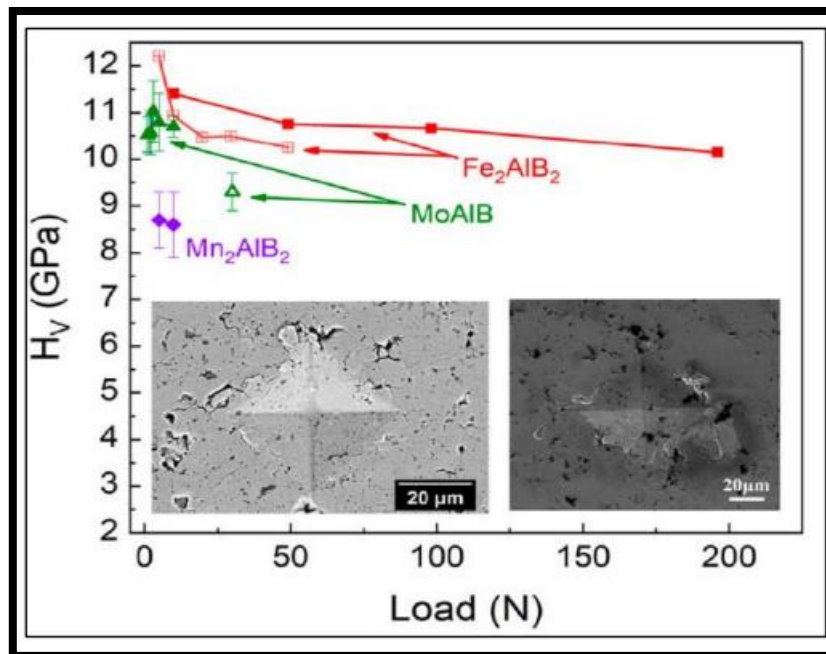


Figure 1. 8 Dépendance de la charge d'indentation appliquée avec la dureté Vickers des phases MAB. Inset montre des imageries MEB des indentations [18].

5.2. Propriétés élastiques des phases MAB :

La figure 1.9 montre que le MoAlB est ~50% plus rigide que le Mn₂AlB₂. Pour les deux céramiques les valeurs du module de Young ϵ et le module de cisaillement (G) diminuaient

d'environ $\approx 10\text{--}15\%$ à 1000°C . Il a été supposé par Kota et al. [18] que le ramollissement de la phase Al_xMn_y au-dessus de 1000°C est la cause de la chute du module de Young et du cisaillement pour le Mn_2AlB_2 [19].

Ce qui est intéressant pour le MoAlB que son module de cisaillement est plus grand que toutes les phases MAB étudiés à ce jour. Cependant, le module de cisaillement de la phase Mn_2AlB_2 est inférieur à ceux du Ti_2AlC et du Ti_3SiC_2 , ce qui peut donner aux Mn_2AlB_2 de meilleures propriétés lubrifiantes en tribologie par rapport au MoAlB et aux autres phases MAB étudiés. Le rapport E/G des phases MAB est similaire aux autres céramiques qui est égale à une valeur de 0.5.

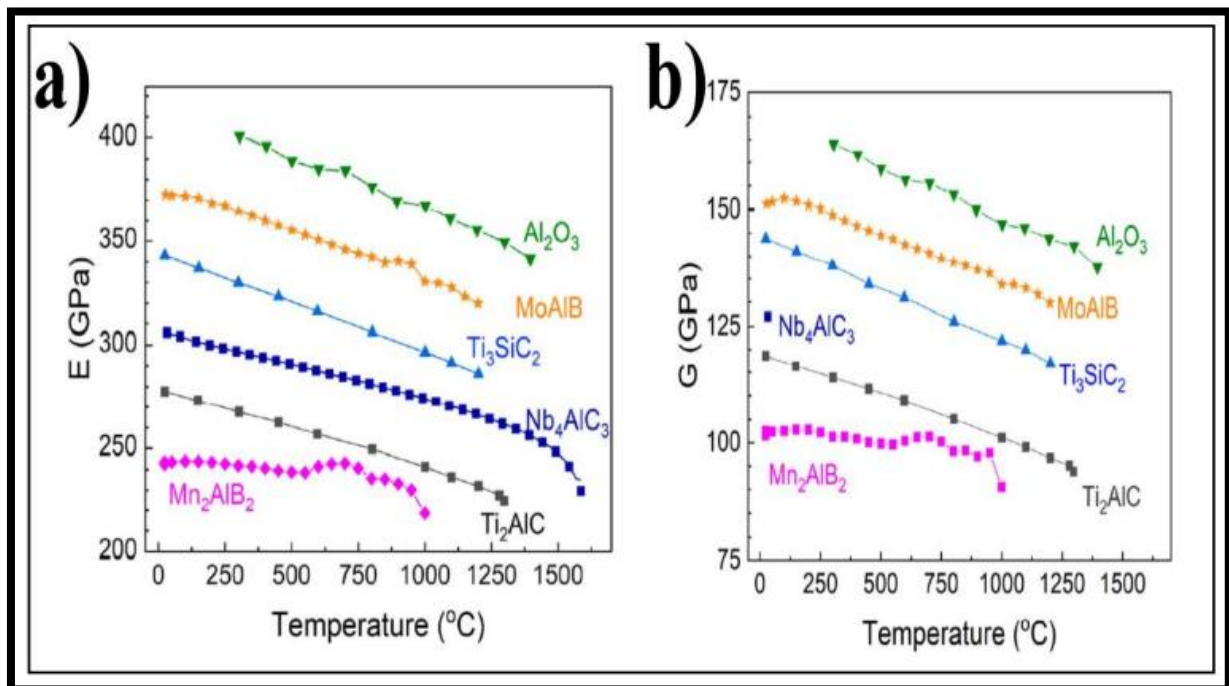


Figure 1. 9 La dépendance du module de (a) Young E et (b) module de cisaillement (G) avec la température [18].

5.3. Résistance aux chocs thermiques des phases MAB :

L'une des propriétés désirées des phases MAB est leur très grande résistance aux chocs thermiques comparés aux autres céramiques structurés. La figure 1.10 illustre la résistance en flexion retenue par quelques phases MAB et l' Al_2O_3 après avoir été trempés dans l'eau après plusieurs cycles. En comparant ces résultats avec l' Al_2O_3 , il est clair que les phases MAB ont une meilleure résistance aux chocs thermiques.

Cependant, les phases MAB ont une faible résistance aux chocs thermiques par rapport aux phases MAX. Comme il a été montré par X. Lu et al. [20] l'une des caractéristiques du $MoAlB$ est de guérir les fissures induites par chocs thermiques « crack healing behavior » qui est une propriété commune avec les phases MAX. Il a été bien démontré dans la littérature que certaines phases MAX ont une propriété fascinante d'une multiple guérison des fissures (plus de 7 cycles) durant un temps de traitement ne dépassant pas 1h comme le Ti_2AlC [21].

Cette propriété est définie comme l'aptitude des phases MAX et du $MoAlB$ de se servir par l'élément A qui est l'Al de remplir les fissures qui ont été créées lors d'un choc thermique ou mécanique par une couche adhérente d'oxyde d'aluminium. Cette propriété est peut-être l'origine de la bonne résistance aux chocs thermiques présentés par ces matériaux. Il a été montré aussi par S. Li et al. [22]

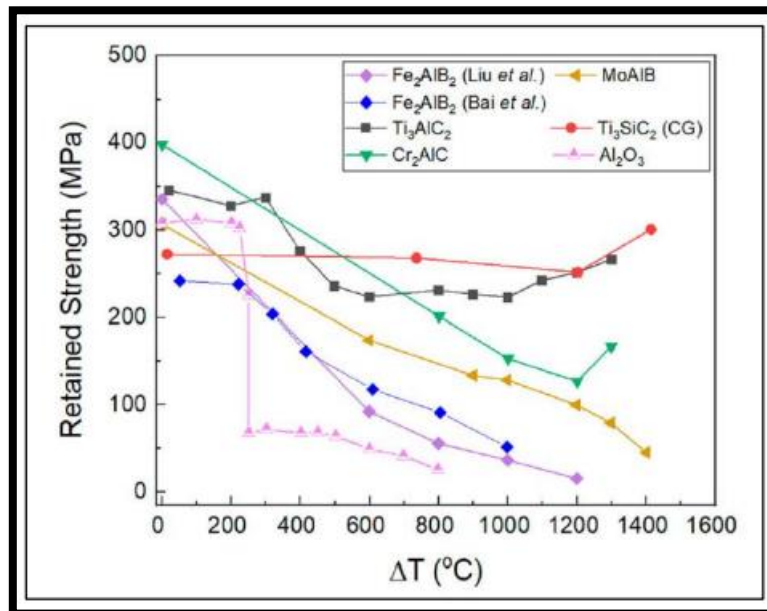


Figure 1. 10 Comparaison de la résistance aux chocs thermiques de quelques phases MAX et MAB avec l' Al_2O_3 [18].

6. Frittage

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.

6.2. Définition de frittage

Le frittage correspond à la consolidation thermique d'un matériau pulvérulent sans fusion d'au moins l'un de ses constituants. C'est l'une des opérations les plus délicates et souvent la plus coûteuse lors de la préparation des céramiques. Au cours du cycle thermique, la microstructure se met en place, par transport de matière entre grains, afin de minimiser les excès d'énergies d'interface, ce qui s'accompagne généralement d'une diminution de la porosité. Cette dernière se manifeste de façon macroscopique par un retrait par rapport à la pièce « crue ».

Parmi les différentes caractéristiques physico-chimiques, on choisit d'habitude la porosité comme paramètre pour la description du processus de frittage des corps céramiques car les variations géométriques du matériau peuvent être interprétées par les variations de dimension et de forme des pores, qui sont liées aux phénomènes de croissance des phases cristallines.

Pour que des variations géométriques puissent se produire dans le matériau pendant le frittage plusieurs facteurs sont importants : la nature du matériau fritté – oxydes simples ou mixtes, présence de phase liquide, inhibiteurs de croissance des cristaux, etc., et les conditions de frittage-température, temps, atmosphère, application de la pression. La complexité extrême du processus de frittage et la difficulté d'en étudier directement le mécanisme obligent à fonder la description des phénomènes sur des modèles définis et particulièrement simples.

Le frittage est donc la consolidation, sous l'effet de la température, d'un agglomérat pulvérulent, matériau granulaire non cohésif (souvent dit compact, alors que sa porosité est de 40 %, donc sa compacité de 60%), les particules de la poudre de départ se soudant les unes aux autres pour donner un solide mécaniquement cohésif, en général un poly cristal.

Le terme de frittage regroupe quatre phénomènes différents qui se développent parallèlement et entrent souvent en concurrence :

- La consolidation : développement de ponts qui soudent les particules entre elles.
- La densification : réduction de la porosité, donc contraction d'ensemble de la pièce.
- Le grossissement granulaire : grossissement des particules de grains.
- Réactions physico-chimiques au sein du matériau en cours de consolidation.

Le frittage n'est possible que si les atomes peuvent diffuser pour établir des ponts qui soudent les articules entre elles. Le transport de matière peut se faire en phase vapeur, au sein d'un liquide, par diffusion dans un cristal, ou par écoulement visqueux d'un verre. La plupart des mécanismes sont activés thermiquement, car l'action de la température est nécessaire pour surmonter la barrière de potentiel entre l'état initial de plus haute énergie et l'état final de plus basse énergie.

Même si les conditions thermodynamiques rendent le frittage possible, il faut pour que le processus intervienne, que sa vitesse soit suffisante. Or le transport de matières dans un solide est très lent par rapport à ce qu'il est dans un liquide ou dans un gaz. Ce transport de matière peut venir d'un mouvement d'ensemble, de la répétition de processus unitaires à l'échelle atomique, ou de transformation phase vapeur ou en phase liquide. La vitesse n'est significative que si la température est suffisamment élevée.

Le mouvement de matière s'effectue depuis les zones de haute énergie vers les zones de plus basse énergie, essentiellement le col de frittage entre les particules. Il faut distinguer deux cas, selon la localisation de la source de matière :

- quand la source de matière est la surface, le mécanisme est non densifiant, ce qui signifie que les sphères prennent une forme ellipsoïdale, sans que leur centre se rapprochent. Il n'y a pas de retrait macroscopique et la porosité du compact granulaire n'est pas sensiblement réduite ; la décroissance de l'énergie inter faciale provient essentiellement du grossissement granulaire.

- quand la source de matière est à l'intérieur des grains le mécanisme est densifiant : il y a retrait et réduction de porosité.[23]

6.3.Nature de Frittage

6.3.1. Frittage en phase solide

Le frittage en phase solide consiste à agglomérer des poudres à une température à laquelle tous les constituants restent à l'état solide, en appliquant simultanément une pression

ou une charge. Le frittage en phase solide correspond au cas où aucune phase liquide n'a été identifiée. La microstructure du matériau va évoluer sous l'effet d'une modification de la courbure de l'interface pore/solide. Pour modéliser le frittage de particules, on a généralement assimilé les particules à des sphères et regardé ce qui se passait dans le cas de deux ou trois sphères. Le frittage en phase solide se développe en trois étapes successives :

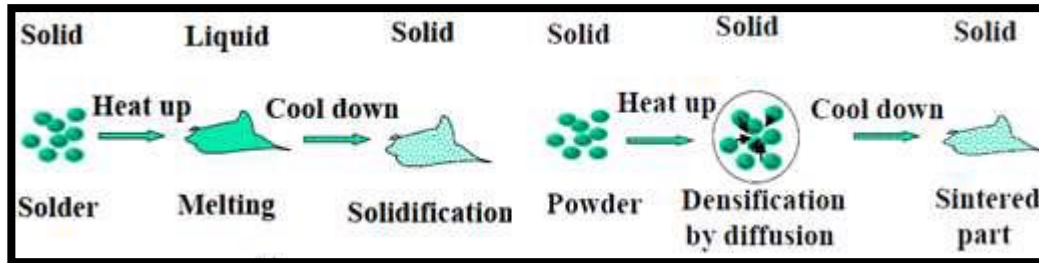


Figure 1. 11 Frittage phase solide

6.3.2. Frittage en phase liquide

Le frittage en phase liquide implique que l'un au moins des constituants soit liquide et baigne la phase solide pendant l'opération. Mettant en jeu des phénomènes de diffusion, il conduit à une soudure entre les différentes particules, à une recristallisation des grains et à l'élimination partielle de la porosité.

Diverses céramiques techniques, la plupart des métaux et les cermets sont également frittés en présence d'une phase liquide. La plupart des produits céramiques contiennent à température ambiante et en quantité plus ou moins considérable, une phase vitreuse qui joue essentiellement le rôle de liant de différents éléments cristallins.

Les principaux paramètres sont alors : la quantité de phase liquide, sa viscosité, sa mouillabilité, les solubilités respectives.

La mouillabilité est quantifiable : $Y_{LV} \cdot \cos \theta = Y_{SV} - Y_{SL}$

avec Y_{LV} énergie liquide vapeur

Y_{SV} Énergie solide vapeur

Y_{SL} Énergie solide liquide

θ angle de contact

6.4. Mécanisme de frittage

6.4.1. Stade Initiale

Le système de particules est assimilé à un ensemble de sphères en contact, entre lesquelles les ponts de frittage se développent. Soit X le rayon du col, R le rayon des particules, alors la croissance au cours du temps t du rapport $\frac{X}{R}$

pour un frittage isotherme, est de la forme : $\left(\frac{X}{R}\right)^N = \frac{Bt}{D^n}$

Avec B un paramètre caractéristique du matériau, et les exposants n et m varient suivant le processus mis en jeu.

6.4.2. Stade Intermédiaire

Le système est schématisé par un empilement de grains polyédriques accolés sur leurs faces communes, avec des pores qui forment un réseau de canaux le long des arrêtes communes à trois grains, connectés au niveau des points quadruples.

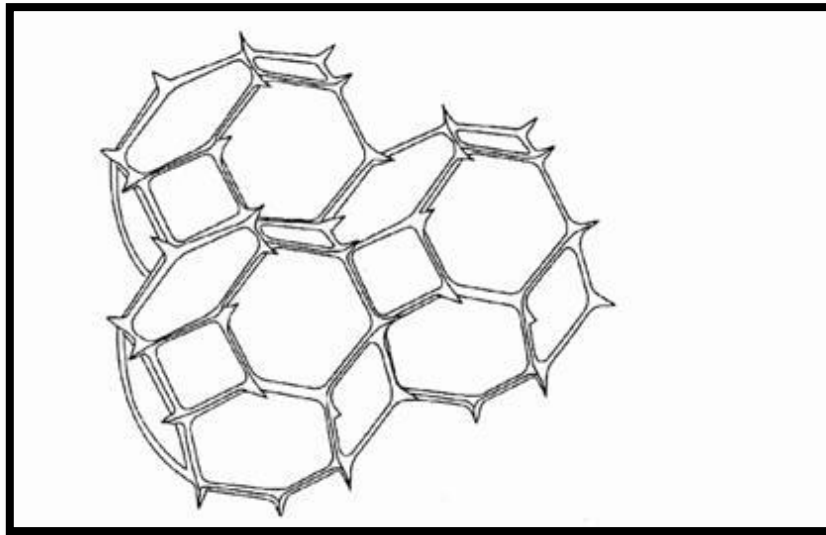


Figure 1. 12 Schéma de la porosité en forme du stade intermédiaire

6.4.3. Stade finale

La porosité est fermée, seuls subsistent les pores isolés, souvent localisés aux points quadruples entre les grains mais qui peuvent être piégés en position intra- granulaire.

Dans ces changements de morphologie intervient un changement d'énergie libre dû à la diminution de la surface globale du matériau par élimination des interfaces solide/gaz.

Certains de ces mécanismes conduisent à une densification (réduction de taille de la pièce) et d'autres non.[24]

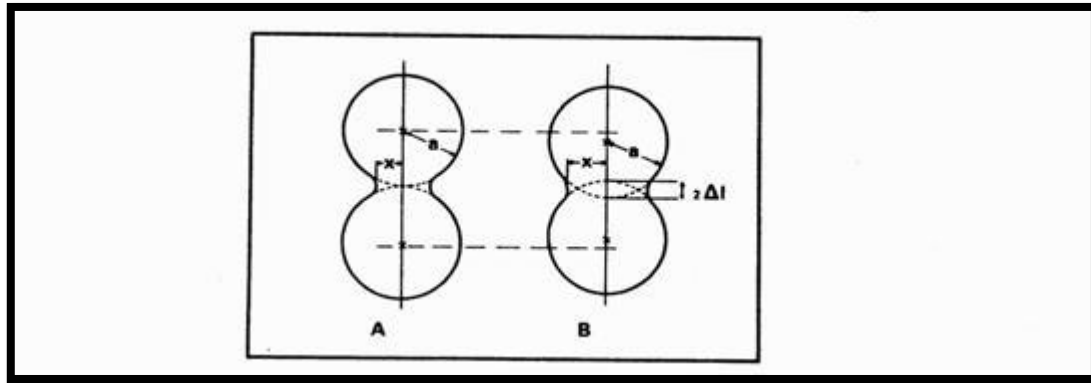


Figure 1. 13 Frittage de deux sphères au stade final.

Sur la figure suivante nous avons reporté les six mécanismes principaux qui peuvent intervenir, ainsi que les sources de matière mises en jeu.

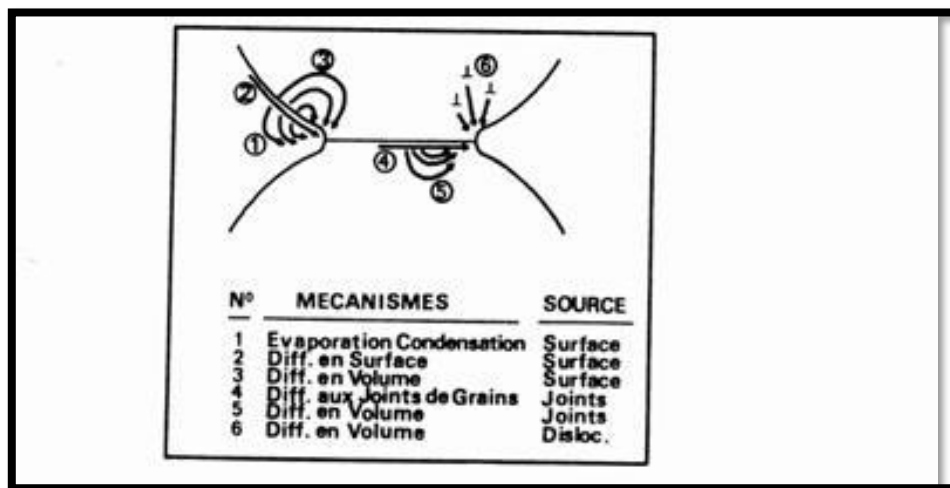


Figure 1. 14 Différents mouvements de matière au cours du frittage en phase solide.

La plupart des céramiques sont des matériaux multiphasés qui comportent à la fois des phases cristallisées et des phases vitreuses. Mais on peut aussi observer des agglomérats de cristaux millimétriques avec une microstructure très poreuse (réfractaires de sidérurgie), ou encore des poly cristaux à grains fins ($< 10 \mu\text{m}$) sans phases vitreuses et à très faible porosité (prothèses de hanche en alumine ou en zircone). Outre la nature chimique du composé, c'est la microstructure du matériau (taille, forme des grains, taux et types de porosité, répartition des phases) qui contrôle les propriétés. Jernot (1982) a montré le rôle essentiel joué lors du frittage en phase solide par le nombre de contacts existant entre les particules et la poudre, qui régit effectivement toutes les opérations de frittage.[25].

Techniques de frittage

6.4.4. Frittage naturel (frittage sans pression)

On remplit le moule de la poudre que l'on chauffe à la température de frittage ou on chauffe la pièce moulée. C'est un procédé économique mais on observe souvent une porosité résiduelle importante. Pour diminuer cette porosité et éviter la croissance exagérée, il faut avoir recours à des ajouts et contrôler l'atmosphère de frittage. Après traitement, on peut obtenir une densité supérieure à 95% de la valeur de densité théorique.

6.4.4.1. Frittage sous-charge

On comprime le matériau dans un moule de manière uni axiale à haute température. On utilise ce procédé en métallurgie des poudres. Pour obtenir des formes complexes sur la pièce finie, il faut avoir recours à un procédé coûteux : dès l'usinage avec des outils diamantés.

Avec ce procédé, il est plus difficile d'obtenir des matériaux ayant une densité très proche de sa valeur théorique. Mais contrairement au frittage naturel, il n'est pas nécessaire d'avoir d'ajouts. Il n'est pas rare d'observer un matériau inhomogène lors du frittage sous charge, cela est dû à la présence de silice.

Les mécanismes du frittage sous-charge sont : réarrangement des grains, diffusion dans le réseau, diffusion aux joints des grains et déformation plastique et écoulement visqueux.

L'inconvénient du frittage sous charge est de limiter la forme des pièces et l'usinage nécessaire devient très coûteux.

6.4.4.2. Pressage à chaud HP

Le principe de HP : Hot Pressing consiste à appliquer aux pièces un cycle de pression et de température élevée (jusqu'à 2000 bars et 2000°C) à l'aide d'un gaz confiné dans une enceinte comprenant un résistor. Cette méthode a été utilisée pour l'élaboration du carbure mixte à partir d'un mélange de poudres Ti-Al-C. L'échantillon est scellé sous vide dans une ampoule en pyrex soumise à la compression de 25 MPA à une plage de température 800-1600°C. Le matériau élaboré a fait l'objet d'une analyse microstructurale dans la zone de rupture, par l'observation microstructurale microscopie optique et électronique à balayage (MEB) et par diffraction des rayons X.

6.4.4.3. Pressage isostatique à chaud HIP

Au lieu d'utiliser le frittage sous charge, on peut pour améliorer la qualité des pièces utiliser le pressage isostatique à chaud ou HIP (Hot Isostatique Pressing) qui prend malgré son prix élevé une place de plus en plus importante. Les défauts du frittage sont plus faibles et l'homogénéité est supérieure.

Les deux principales méthodes impliquant le HIP sont la consolidation directe et l'opération de post frittage.

Les différentes étapes de ce procédé sont le gainage de la poudre, l'élévation à une température de plastification de la gaine et l'obtention un frittage à l'aide d'une pression uniforme sur la pièce.

Des essais de compression isostatique à chaud ont mis en évidence une loi :

$$f(\rho) = \frac{1}{9} \left(\frac{\rho' / \rho}{AP^n} \right)^{\frac{2}{n+1}}$$

Avec ρ' / ρ : le taux relatif de densification pendant la CIC, et P la pression pendant l'essai.

L'HIP étant un traitement coûteux, il est dédié à des produits à hautes valeurs ajoutées, on obtient des cotes finales très proche des cotes souhaitées.

6.4.5. Frittage sous charge SPS

Par comparaison au frittage naturel ou libre, la technologie de frittage SPS (Sparks Plasma Sintering,) présente l'avantage de diminuer la durée et les températures de frittage. Un meilleur contrôle des microstructures est alors possible au sein des céramiques obtenues tout en atteignant des taux de densification proche de la densité théorique.

la particularité du procédé de Spark Plasma Sintering est de provoquer l'échauffement du matériau grâce au passage d'un courant de forte intensité au plus près de l'échantillon via

le moule en graphite. Les vitesses de montée en température atteintes sont extrêmement rapides (>100°C/min) et les cycles de frittage réduits à quelques minutes. La croissance

des grains au sein des céramiques est alors très limitée et les matériaux obtenus voient leurs performances largement augmentées.[26]

Les avantages ainsi les inconvénients de ce procédé sont résumés dans le tableau ci- dessous :

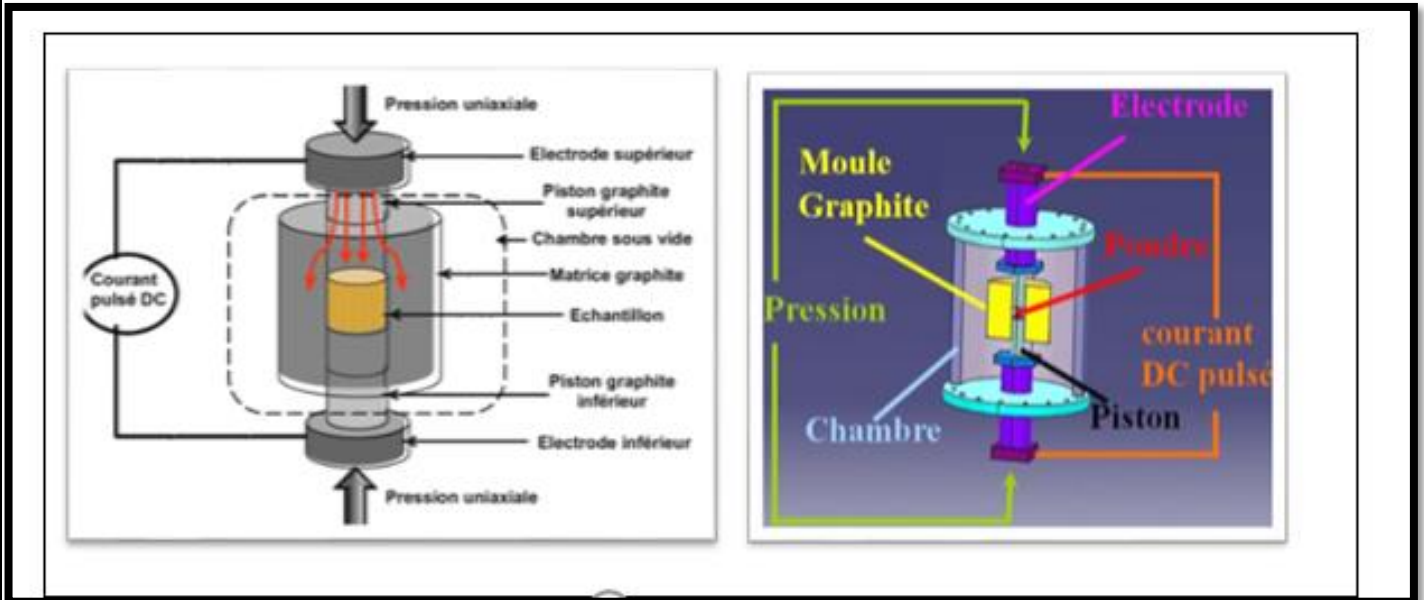


Figure 1. 15 Frittage sous charge SPS

Les avantages ainsi les inconvénients de ce procédé sont résumés dans le tableau ci- dessous :

Tableau 1. 2 Avantages et inconvénients de SPS.

| <u>Avantages</u> | <u>Inconvénients</u> |
|---|--|
| <ul style="list-style-type: none"> • <i>Permet d'obtenir des matériaux totalement denses</i> • <i>Pas d'utilisation de liants</i> • <i>Permet de fritter des matériaux réfractaires à haute température (>2000°C)</i> • <i>Abaissement des températures de frittage</i> • <i>Obtention de matériaux aux cotes semi finies</i> • <i>Maîtrise des microstructures et amélioration des propriétés</i> | <ul style="list-style-type: none"> • <i>Nécessite la gestion des gradients de température et de pression pendant le cycle de frittage</i> • <i>Coûts plus importants que frittage classique</i> • <i>Procédés plutôt réservés aux pièces à haute valeur ajoutée</i> |

6.4.6. Frittage sous charge électromagnétique (micro-Onde)

Une technique de frittage ultrarapide prometteuse est le chauffage par micro-onde. L'intérêt pour le chauffage par micro-onde dans l'industrie céramique remonte aux années 1960, alors que les économies d'énergie et de temps étaient déjà une préoccupation importante,

avec des applications basses températures comme le séchage et des applications hautes températures comme frittage. Dès la fin des années 1980 ; de nombreux travaux ont montré que la plupart des poudres céramiques pouvaient être chauffées et même frittées par micro-onde. De nombreux auteurs ont rapporté des avantages spécifiques à cette technique : accélération des cinétiques de densification entraînant une réduction significative de la température de frittages et des temps de cycle, ralentissement des cinétiques de croissance granulaire lié a priori a un effet combiné des bases température et des temps de ce cycle réduit. Cependant ; la multitude de résultat parfois spectaculaire obtenue sur une grande variété de matériau ne s'accompagne pas d'une aussi étonnante avancée de la compréhension des interactions entre le champ électromagnétique et les matériaux qui favoriseraient la densification et limiteraient la croissance de grains. Par ailleurs ; le frittage micro-onde semble moins adapté au frittage de poudre métallique ; même si quelques équipes semblent avoir obtenues des résultats encourageants. [27]

Remarques sur les techniques de frittage

On s'aperçoit du rôle non négligeable des impuretés et des phases secondaires, elles ont une grande influence sur la résistance mécanique des matériaux, il faut donc faire attention aux procédés d'élaboration.

Les ajouts sont de deux types :

- ceux qui conduisent à des phases vitreuses : la phase vitreuse agglomère les grains entre eux par mouillage.
- ceux qui n'ont pas de phases vitreuses.

Parfois on ne peut pas se passer de phases secondaires pour obtenir des matériaux denses, il faut donc jouer sur les phénomènes de mise en solution afin déformer des nouvelles phases. [28]

6.5.. Méthode des sels fondu :

La méthode des sels fondu est un procédé de synthèse à haute température qui favorise la réaction et la diffusion des ions et des cations en phase liquide, notamment dans les sels fondus. Par rapport aux réactions à l'état solide, la diffusion accrue en milieu liquide permet d'abaisser les températures de synthèse ; elles sont limitées par l'évaporation du sel. Le traitement est relativement simple et consiste à mélanger le précurseur avec le sel, qui est ensuite pressé à froid en granules. En général, on ajoute 20 at % d'élément "A" pour compenser les pertes.

Le sel ordinaire contient généralement du NaCl ou une combinaison de NaCl et de KCl. Les particules sont placées dans un creuset et chauffées à environ 1300°C sous une atmosphère d'argon pour éviter l'oxydation. La température maximale dépend du système choisi, les valeurs sont d'environ 1000°C-1200°C pour Cr₂AlC, [29] 1000°C pour Ti₂AlC, 1200°C-1300°C pour

Ti₃AlC₂ [30], 1200°C pour Ti₃SiC₂ [30], [31], pour Le V₂AlC la température était de 1050°C (mais une étape supplémentaire de recuit à 1400°C augmenterait la pureté de la phase) [32]. Après refroidissement, les granulés sont lavés à l'eau chaude pour éliminer les sels résiduels et filtrés pour obtenir une poudre perdue. La pureté de la poudre est élevée (>95% en poids), mais l'élimination complète des secondes phases et des résidus de sel est difficile. La taille des particules dépend du précurseur, du rapport précurseur/sel et du traitement thermique, mais varie de ~100 nm à ~10 µm. Le rapport entre le précurseur et le sel est généralement de 1:1, mais différents rapports peuvent contrôler la morphologie et la taille des particules de la poudre de phase MAX synthétisée.

Une nouvelle technique appelée synthèse protégée par des sels fondus (MS3) a été récemment rapportée, [33], [34]. qui augmente le potentiel des méthodes MS. MS3 est basée sur l'encapsulation des particules dans des sels, tels que le KBr, ce qui permet la synthèse dans l'air au lieu de l'argon. L'encapsulation du sel doit être étanche à l'air pour empêcher l'oxydation du précurseur jusqu'à ce que le sel fonde. Une fois le sel fondu, l'oxydation est évitée car les particules sont complètement immergées dans le sel fondu.

Le procédé MS3 a été démontré pour différentes phases MAX telles que Ti₃SiC₂, Ti₂AlN, Ti₂AlC, Ti₃AlC₂ et V₂AlC ainsi que MoAlB. [33],[34], [35]. De plus, les phases MAX peuvent être synthétisées par des procédés électrochimiques basés sur le MS. Tout d'abord, des mélanges d'oxydes tels que Cr₂O₃/Al₂O₃/C ou TiO₂/Al₂O₃/C sont utilisés pour consolider le Cr₂AlC et le Ti₃AlC₂, respectivement, à des températures élevées. [36], [37]. Cette particule joue le rôle de cathode, tandis que la tige de graphite joue le rôle d'anode.

Simple, bon marché et écologique, le MS3 séduira l'industrie. Nous nous concentrerons principalement sur la synthèse des poudres de phase MAX, mais nous explorerons également la synthèse d'autres matériaux non oxydés en raison du grand intérêt de diverses entreprises.

Le MS3 est utilisé pour synthétiser la phase MAX ainsi que d'autres phases selon les besoins. Les principales applications de ces phases sont les applications à haute température telles que les composants structurels pour les turbines à gaz, les revêtements, l'énergie solaire concentrée (CSP), les supports catalytiques poreux et les cibles PVD.

Le MS3 est également utilisé pour synthétiser d'autres poudres non oxydées telles que le SiC et les alliages.

6.6.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, ...

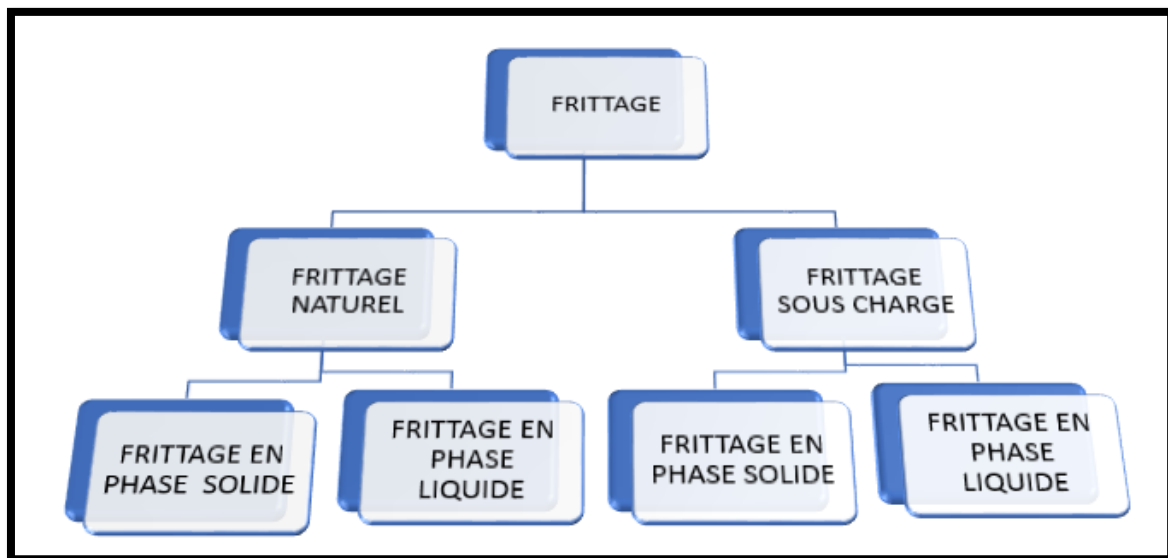


Figure 1. 16 types de frittage

CHAPITRE 02 :

Aluminium

1. Historique :

La première apparition de l'aluminium était en 1854 lors d'une présentation à l'académie des sciences par le chimiste français Sainte-Claire Deville, sous la forme d'un lingot. Cette pièce avait été obtenue par voie chimique. En 1886 il y'a eu l'invention du procédé d'électrolyse l'aluminium par Paul Héroult (France) et Charles Martin Hall (USA).

Depuis, l'aluminium a connu un développement très important grâce notamment à son utilisation dans les industries ayant attiré au transport : aviation, automobile, marine. Il est aussi employé dans l'emballage, le bâtiment, l'électricité, la mécanique...

2. Introduction :

L'aluminium est un métal très répandu sur la terre, c'est le troisième élément après l'oxygène et le silicium. Les bauxites qui sont des roches riches en aluminium.

La bauxite est le minerai le plus utilisé pour obtenir de l'alumine, matière intermédiaire nécessaire à la fabrication de l'aluminium. La bauxite contient de 40 à 60% d'oxyde d'aluminium hydraté mélangé à de la silice et à de l'oxyde de fer.

L'aluminium est produit par électrolyse de l'alumine dans de la cryolithe (Na_3AlF_6) fondue, à environ 1000°C dans une cuve comportant un garnissage intérieur en carbone.

L'aluminium se dépose au fond de la cuve avec un titre de 99,7% (les principales impuretés étant le fer et le silicium). Plusieurs procédés de raffinage permettent d'obtenir un titre plus élevé sachant que pour fabriquer une tonne d'aluminium, il faut deux tonnes d'alumine et quatre tonnes de bauxite.

En tonnage, la production d'aluminium ne représente que 2% environ de celle des aciers. Cependant, ce métal et ses alliages arrivent en seconde position dans l'utilisation des matériaux métalliques. L'aluminium doit cette place à un ensemble de propriétés qu'en font un matériau remarquable. L'aluminium et ses alliages prennent encore aujourd'hui une place importante dans les différents domaines de l'industrie. Son utilisation s'accroît de jour en jour grâce à ses propriétés particulières.

Les alliages de l'aluminium apparaissent suivant les deux catégories :

- Les alliages non trempant : les différents niveaux de résistance sont atteints en agissant sur les phénomènes d'écroutissage et d'adoucissement par recuit ou restauration série 1000, 3000, 5000 ;
- Les Alliages trempant (à durcissement structural) : les différents niveaux de résistance sont atteints en agissant sur les différents paramètres de la trempe structurale : série 2000, 6000, 7000.

3. Propriétés physico-chimiques de l'aluminium :

Tableau 2. 1 propriétés de l'aluminium.

| Propriété | Valeur | Unité | Remarque |
|--|--------|-----------------------------------|--|
| Numéro atomique | 13 | | |
| Masse volumique ρ | 2698 | Kg.m^{-3} | Pureté comprise entre 99.65% et 99.99% |
| Température de fusion | 660.45 | $^{\circ}\text{C}$ | Sous 10^5Pa |
| Température d'ébullition | 2467 | $^{\circ}\text{C}$ | Sous 10^5Pa |
| Capacité thermique massique C_p | 897 | $\text{J. Kg}^{-1}.\text{k}^{-1}$ | à 25°C |
| Conductivité thermique λ | 237 | $\text{W.m}^{-1}.\text{k}^{-1}$ | à 27°C |
| Coefficient de dilatation linéique α | 23.1 | $10^{-6}.\text{K}^{-1}$ | à 25°C |
| Résistivité électrique ρ | 26.548 | $10^{-9}\Omega .\text{m}$ | à 25°C |
| Module de Young E | 69 | G Pa | |
| Coefficient de poisson ν | 0.33 | | |

4. Les alliages d'aluminium :

Il existe un large panel d'alliages d'aluminium. En effet, les 8 familles existantes possèdent différentes propriétés, des compositions différentes et aussi des usages de ceux-ci différents. À l'intérieur de chaque famille, les alliages ont sensiblement les mêmes propriétés et aussi au niveau de la résistance à la corrosion. C'est en effet ce critère qui rend quasiment impossible, pour une application donnée, le changement d'alliage inter-famille mais le changement intra-famille reste possible. Il est possible de noter, avec l'avancement de la technologie, que chaque alliage peut être customisé pour une application particulière. L'ajout des différents métaux permet de renforcer les propriétés de l'aluminium qui restent très limitées pour son utilisation à l'état pur dans certains domaines. Cependant, la quantité d'impuretés doit être contrôlée. En effet, une teneur en impuretés trop élevée influe de manière défavorable sur les propriétés de l'alliage. Le dernier paramètre qui peut changer, endommagement exclu, les propriétés d'un alliage est le traitement thermique.

Il existe deux grands types d'alliage d'aluminium :

4.1. Les alliages de moulage :

Sont des alliages d'aluminium destinés à être modifiés par des techniques de fonderie. Dans cette famille, deux familles se distinguent. Il y a la famille des alliages de première fusion qui sont élaborés à l'aide de l'aluminium primaire et d'un autre côté la famille de seconde fusion où les alliages sont obtenus par refusions des déchets.

4.2. Les alliages de corroyage :

La famille des alliages d'aluminium de corroyage peut être découpée en deux familles distinctes autant au niveau des propriétés que de la fabrication :

- ✓ Les alliages à durcissement structural.
- ✓ Les alliages à durcissement par écrouissage.

Tableau 2. 2 désignation des séries principales des alliages d'aluminium

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

Dans l'état d'équilibre tous ces alliages forment une solution solide faiblement alliée et des phases intermétalliques telles que Mg₂Si (phase β). Il existe deux grandes classes d'alliages d'aluminium déformés plastiquement.

4.3. Les alliages à durcissement structurales :

Les caractéristiques mécaniques maximales de ces alliages sont obtenues par un traitement en trois étapes : chauffage, refroidissement et maintien.

Le durcissement structural obtenu par un processus comporte

- **La mise en solution** : solubiliser les éléments durcissement précipités.
- **La trempe** : c'est à dire un refroidissement rapide interdisant toute diffusion afin d'amener cette solution solide dans un état sursaturé métastable.
- **Vieillessement** : à une température inférieure à la température d'homogénéisation, afin de faciliter le retour partiel vers les conditions d'équilibre.

Les principales familles d'alliages à durcissement structural sont : 2xxx, 4xxx ,6xxx, 7xxx.

Série 2XXX : (Al-Cu et Al-Cu-Mg)

- Durcissement dû à la précipitation de formes transitoires des composés d'équilibre CuAl_2 et CuMgAl_2 .
- Excellentes propriétés mécaniques (descendent pour les zones adjacentes aux cordons de soudure).
- En rajoutant Fe + Ni, nous obtenons une précipitation de $\text{Al}_9\text{Fe Ni}$ qui nous donne une bonne tenue mécanique jusqu'à 230°C (fabrication des moteurs à turbine et structures d'avions supersoniques).
- À l'état trempé et vieilli, on a une résistance médiocre à la corrosion.

Série 6XXX : (Al-Mg-Si)

Normalement on a un rapport massique $\text{Mg/Si}=1.73$, si on a un excès de silicium on augmente les propriétés mécaniques, mais on diminue la résistance à la corrosion.

- En rajoutant Mn + Cr on augmente la résistance mécanique, la ténacité,
- Et on affine la taille des grains.

- En rajoutant Cu ($< 0.5\%$) on monte les propriétés mécaniques.
- Excellente aptitude à la mise en forme à chaud.
- Bonne soudabilité
- Excellente résistance à la corrosion.

Série 7XXX : (Al-Zn)

- Propriétés mécaniques les plus élevées (après traitement thermique)
- Cu ($<2\%$) durcit les alliages, descendre la trempabilité, soudabilité et ténacité.
- Cr ($<0.3\%$) : on augmente leur résistance à la corrosion sous tension.
- Grand intervalle de températures de mise en solution
- Faible résistance à chaud.

4.4. Les alliages à durcissement par écrouissage :

Différent mécanisme de durcissement intervient dans ces alliages (1xxx, 3xxx, 5xxx) pour moduler les propriétés mécaniques tels que :

4.4.1. Le durcissement par écrouissage :

Le durcissement par écrouissage est la modification de l'état structural d'un métal ou d'un alliage résultant d'un corroyage ou d'une déformation plastique localisée à température ordinaire. Vous pouvez obtenir de restaurer les propriétés initiales de l'alliage après traitement thermique approprié.

4.4.2. Le durcissement par addition en solution :

La présence dans le réseau cristallin de l'aluminium d'addition en substitution ou en insertion constitue un obstacle à la déformation et confère à l'alliage des propriétés de résistance mécanique. On peut superposer à ce durcissement un écrouissage.

4.4.3. Le durcissement par l'effet de phase dispersée :

Lorsque les teneurs des éléments d'addition dépassent leur limite de solubilité, les éléments d'addition se séparent de la matrice riche en aluminium pour former une seconde phase dont l'effet durcissant est d'autant plus marqué lorsque les particules sont plus dispersées dans la matrice et que leur taille est petite.

Série 1000 : (99% Al au moins)

- Propriétés faibles à l'état recuit ECROUISSAGE
- Mise en forme par déformation plastique à froid.
- Excellente tenue en atmosphère humide et marine
- Grande conductibilité électrique et thermique.
- Excellente tenue aux très basses températures.

Série 3000 : (Al-Mn)

- Très facile à déformer.
- Bonne résistance à la corrosion.
- Facilement soudable
- Remplacent l'aluminium non allié de la série 1000 quand on veut des meilleures propriétés mécaniques.

Série 5000 : (Al-Mg)

Un séjour prolongé à la température ambiante ou à une température un peu plus élevée provoque une précipitation de Mg_2Al_3 aux joints de grains, ce qui a des conséquences néfastes sur la résistance à la corrosion. Pour pallier cette tendance, on soumet les alliages à un écrouissage suivi d'un recuit de stabilisation.

- Grande aptitude aux transformations à chaude et à froid.
- Excellente soudabilité.
- Très bonne résistance à la corrosion (on peut le monter encore plus par anodisation)
- Grande qualité de leurs états de surface après polissage et anodisation.

5. Matériaux composites :

5.1.Historique :

Les composites à matrice métallique (CMM) ont été développés à partir des années 1960-1965 aux Etats-Unis et en France. À cette date, les applications envisagées étaient exclusivement orientées vers l'aéronautique et l'espace. Ce n'est qu'aux années 80 que les recherches dans ce domaine ont été élargies pour d'autres applications industrielles. Ces matériaux ont l'avantage de présenter de meilleures propriétés spécifiques par rapport aux métaux monolithiques. Toutefois, leur ténacité est inférieure à celle des alliages non renforcés et ils sont plus chers à l'heure actuelle. Les CMM sont en général composés d'au moins deux composantes : l'une est la matrice métallique et le second est le renfort. Dans tous les cas, la matrice est définie comme un métal, mais le métal pur est rarement utilisé : il est généralement un alliage.

Les matrices les plus couramment répandues sont à base d'aluminium vu la faible densité de ce dernier. Les renforts utilisés sont généralement des céramiques (carbures, oxydes, borures). Ils se présentent sous trois types, tout d'abord, nous avons un renfort discontinu, un renfort dont toutes les dimensions sont très inférieures à celle du composite, ensuite, il y a un renfort continu si au moins une dimension est supérieure ou égale à celle du composite. Nous appelons un composite à renforts hybrides si celui-ci contient des renforts continus et discontinus.

5.2.Introduction :

Les matériaux composites sont des matériaux qui associent deux ou plusieurs matières différentes, appartenant parfois à 2 classes distinctes, pour obtenir une combinaison de propriétés qui tire avantage de chacun. Il existe aujourd'hui un grand nombre de ces matériaux que l'on classe généralement en trois familles en fonction de la nature de la matrice : les composites à matrices organiques (CMO), les composites à matrices céramiques (CMC) et les composites à matrices métalliques (CMM).

5.3. Définition

Un matériau composite est constitué de l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux de natures différentes, se complétant et permettant d'aboutir à un matériau dont l'ensemble des performances est supérieur à celui des composants pris séparément. Dans le cas le plus général il est constitué d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. Sa structure peut être schématisée par une matrice (organique, métallique, céramique) recevant des renforts de formes diverses (fibres longues ou courtes, particules fines . . .).

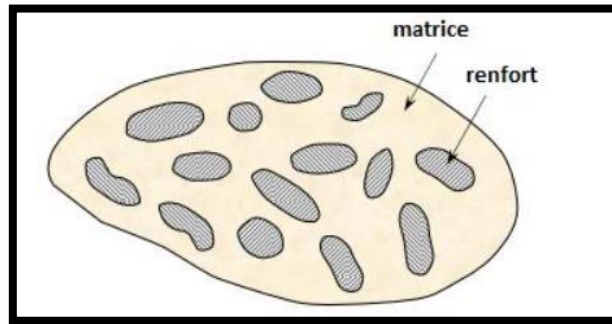


Figure 2. 1 Schéma d'un matériau composite.

5.4. Constituants des matériaux composites

5.4.1. La matrice

La matrice est l'élément qui lie et maintient les renforts. Elle répartie les efforts (Résistance à la compression ou à la flexion) et assure la protection chimique des fibres.

5.4.2. Les renforts

Les renforts contribuent à améliorer la résistance mécanique à la traction et la rigidité Des matériaux composites et se présentent sous forme discontinus ou continus

Parmi les renforts discontinus, on trouve des fibres courtes monocristallines (wiskers) d'une longueur comprise entre 20 et 100 micromètres et des particules (billes, plaquettes, éclats...) caractérisées par un rapport d'élanement inférieur à 5 et une taille qui peut varier du micromètre à quelques centaines de micromètres. Les renforts continus ou fibres longues ont quant à eux un diamètre qui varie selon leur nature entre quelques micromètres à plus d'une centaine de micromètres.

5.5. Les composites à matrice métallique renforcés par des particules

5.5.1. La matrice

La matrice a pour fonction d'assurer la cohésion des renforts, de répartir les efforts et même d'assurer la protection chimique. Dans ce cas la matrice est métallique ; les métaux les plus souvent utilisés sont : l'aluminium, le magnésium et le titane, pour les hautes températures c'est le cobalt (parfois allié avec du nickel).

La matrice métallique donne au matériau composite de nouvelles propriétés. Les plus communes sont : des meilleures propriétés mécaniques, une meilleure résistance au feu et à la température, une meilleure conductivité électrique et thermique, une résistance aux radiations, une imperméabilité au gaz et à l'humidité.

Ils sont utilisés dans des domaines très variés : du foret de perceuse (tungstène) à l'aérospatial en passant par l'automobile.

Cependant le facteur qui limite leur exploitation est le coût, bien supérieur à celui des matériaux plus conventionnels.

Les recherches sur ces matériaux sont assez récentes (environ une vingtaine d'années) mais ils ont très vite remplacé les matériaux conventionnels dans certaines applications précises : automobile (moteur, frein...) et aéronautique (empennage, train d'atterrissage, turbine...).

5.5.2. Les renforts

Un matériau composite est un composite à particules lorsque le renfort se trouve sous forme de particules. Une particule, par opposition aux fibres, ne possède pas de dimension privilégiée.

Les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux ou des matrices, comme la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, la diminution du retrait, etc.

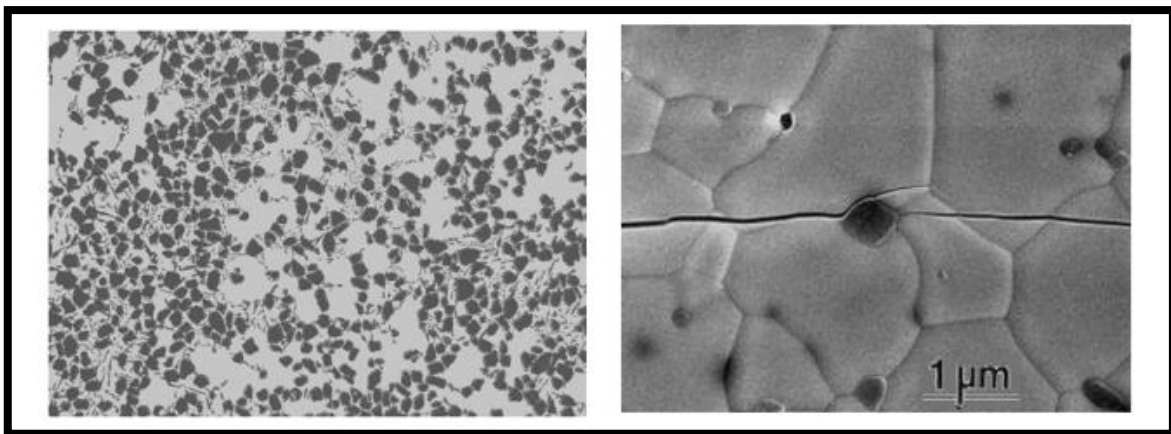


Figure 2. 2 microstructures des CMMp.

5.6. L'impact des particules de céramique sur le comportement mécanique des CMM :

Les particules de céramique finement dispersées dans la matrice augmentent les propriétés mécaniques des CMM par deux effets. Tout d'abord, les particules constituent des points d'arrêts à la propagation d'une fissure et ralentissent de ce fait la vitesse de propagation. En second lieu, la fissure zigzague entre les particules (et ne se propage plus en ligne droite comme dans une matrice non renforcée), ce qui augmente le chemin total de propagation. On retrouve ces deux effets dans le cas des fontes GS où les nodules de graphite constituent des particules de renfort naturel

5.7. Composite à matrice d'aluminium :

Parmi les différentes matrices métalliques disponibles, l'aluminium et ses alliages restent les matériaux les plus utilisés pour ces composites. Ils sont à renfort de particules SiC ou Al₂O₃. Les composites à matrice aluminium (CMAI) ont des rapports module de Young/densité largement supérieurs à ceux des aciers ou des alliages de titane. Le module d'élasticité des CMAI obéit à la loi des mélanges et dépend, de ce fait, de la fraction volumique des renforts. Les propriétés mécaniques de ces matériaux dépendent des propriétés de la matrice, de la mutuelle mouillabilité à l'interface et de la quantité ainsi que les dimensions des particules. Ce type de matériaux sont généralement fabriqués par la métallurgie des poudres, en appliquant la technique de l'alliage mécanique

5.8.Élaboration des composites à matrice métallique :

5.8.1. La métallurgie des poudres (MDP) :

La métallurgie des poudres est un ensemble de procédés technologiques permettant la réalisation de composant de formes prédéterminées à partir de poudres dont la granulométrie et la constitution sont maîtrisées.

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

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

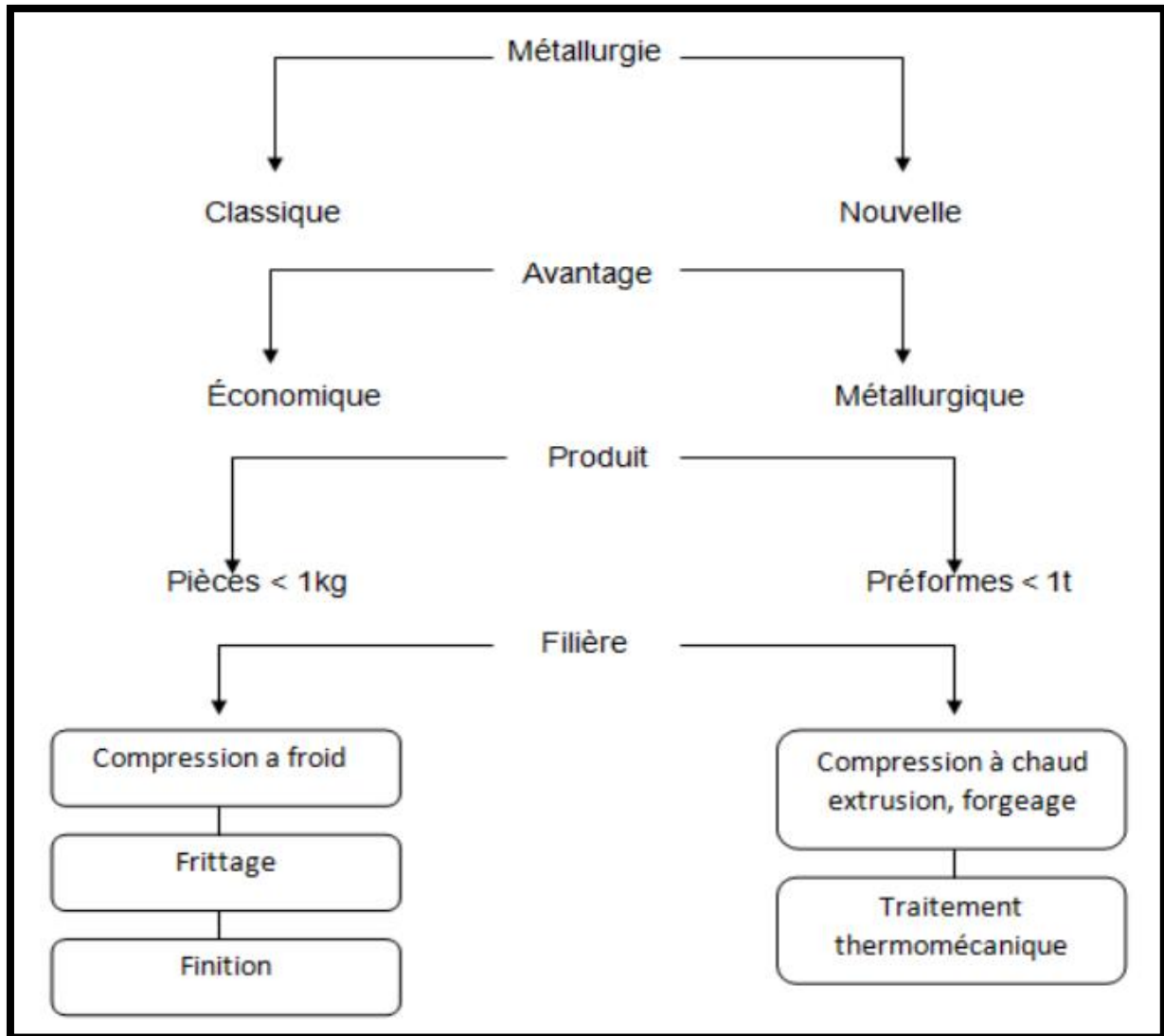


Figure 2. 3 Les deux principales familles de procédés de la métallurgie des poudres

Les poudres métalliques c'est un ensemble des particules dont la taille est généralement comprise entre 1 et 500 μm .

Les procédés de fabrication des poudres sont nombreux et s'appliquent en fonction de la nature des métaux, quantités, prix de revient caractéristiques, pureté et application des poudres.

Dans ce qui suit, on essaye de donner un aperçu sur les méthodes de fabrication des poudres.

5.8.1.1. Procédés mécaniques

Du point de vue mécanique, les techniques couramment utilisées sont celles du broyage et de la mécanosynthèse. Le broyage mécanique est une technique largement utilisée permettant de produire une poudre métallique composite ayant une fine microstructure. Des broyeurs dotés d'une enceinte fermée contenant des éléments broyant (billes ou galets), animés d'un mouvement rotatif ou vibratoire permettent la fracturation des particules de poudre par choc. Le broyage implique simultanément et de façon répétitive la fracture, la déformation et le soudage à froid des particules soumises à des impacts violents à l'intérieur de l'enceinte.

5.8.1.2. Procédés physiques

Les méthodes physiques se réfèrent essentiellement aux techniques d'atomisations dont le principe est de faire couler le métal en fusion et de le soumettre aux jets d'un fluide

(Eau, gaz, huile) dont le but est d'isoler les gouttelettes qui se cristallisent en fines particules.

5.8.1.3. Procédés chimiques

Parmi les techniques chimiques, on distingue une diversité de méthodes de préparation des poudres qui consistent à faire intervenir un réactant et un réactif (par exemple une réduction d'un oxyde métallique par le carbone solide ou par l'hydrogène)

5.8.2. Élaboration d'un CMMp à partir d'une matrice liquide

5.8.2.1. La fonderie

La facilité de mise en œuvre des procédés de fonderie les rend intéressants en termes de productivité. Ils permettent l'obtention de CMM sous forme de lopins (ou billettes) ou de pièces moulées présentant leur forme quasi définitive. Toutefois, ces procédés rencontrent certaines difficultés lors de l'introduction du renfort dans la matrice en fusion.

En effet, la différence de densité entre le renfort et la matrice peut poser des problèmes de flottaison ou de sédimentation, ces deux phénomènes augmentent la difficulté à obtenir une répartition homogène du renfort au sein de la matrice. Les technologies utilisées pour contourner ces difficultés se déclinent ainsi :

5.8.2.2. Vortex method

Une des solutions apportées consiste à brasser l'ensemble lors du mélange. Au cours du brassage, le mouillage du renfort va permettre une meilleure répartition de celui-ci. Afin de ne pas entraîner de gaz ou des peaux d'oxydes au cœur du matériau, le brassage s'effectue sous atmosphère protectrice (vide ou gaz neutre). Il existe plusieurs technologies de brassage :

- Le brassage mécanique (développé par Alcan) ;
- Le brassage électromagnétique (utilisation d'un four à induction) ;
- Le brassage électromagnétique assisté par ultrasons.

En plus des défauts de répartition du renfort générés par le manque de mouillabilité et des inclusions de bulles de gaz, le front de solidification a tendance à repousser les particules vers le dernier liquide.

CHAPITRE 03 :

Tribologie

1. Introduction :

Un frottement intervient lorsque deux surfaces en contact sont mises en mouvement l'une par rapport à l'autre, produisant une force qui s'oppose à ce mouvement en question. Ce phénomène est étudié par une discipline regroupant science et technologie et qui intéresse aussi tous les domaines d'activité car l'univers technique qui nous environne est essentiellement régi par des contacts ; on l'appelle la tribologie. La tribologie s'est tout d'abord intéressée principalement au volume des matériaux en contact par la détermination des lois de comportement du frottement et d'usure (approche mécanique). La tribologie des surfaces a fait son apparition qui est associée à la physico-chimie des surfaces (approche matériaux). La tribologie des interfaces (approche complémentaire mécanique/matériaux) est apparue par la suite. Cette dernière notion a permis une meilleure compréhension des mécanismes de frottement et d'usure.

2. 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.

3. 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.

Tableau 3. 1 : Impacts de la tribologie sur la société [3].

| Systèmes mécaniques | Mise en œuvre des matériaux |
|---|--|
| <p>Vivant : animal, homme</p> <ul style="list-style-type: none"> - Membranes biologiques - Prothèses biomécaniques - Cartilages - Dentisterie <p>Organes de machines</p> <ul style="list-style-type: none"> - Paliers, roulements - Segments - Cames, engrenages, freins - Joints - Systèmes électriques - Systèmes magnétiques <p>Terre</p> <ul style="list-style-type: none"> - Génie civil - Mouvements des sols - Tremblements de terre - Ecoulement des glaciers - Ski <p>Maintenance</p> <ul style="list-style-type: none"> - Fiabilité - Durée de vie | <p>Types de matériaux</p> <ul style="list-style-type: none"> - Artificiels : métaux, polymères - Céramiques, Composites - Naturels Adhérence, collage - Composites, textiles, fibres matrices <p>Déformations plastiques</p> <ul style="list-style-type: none"> - Laminage, filage, extrusion - Emboutissage, découpage - Outillages de coupe, polissage <p>Lubrifiants</p> <p>Traitements des surfaces</p> |

4. 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.

5. Les différents essais de tribologie :

5.1. Mesure du frottement

Le facteur de frottement se mesure au moyen d'un tribomètre. La figure 1 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 :

$$\mu = F_T / F_N.$$

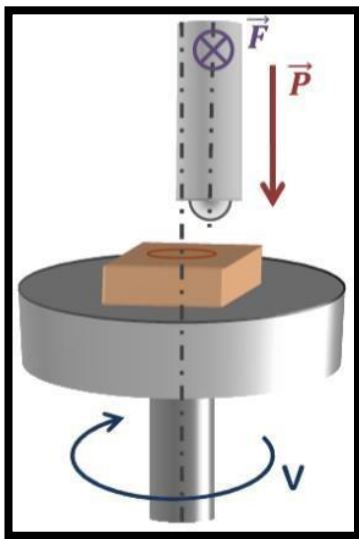


Figure 3. 2 Tribomètre de type

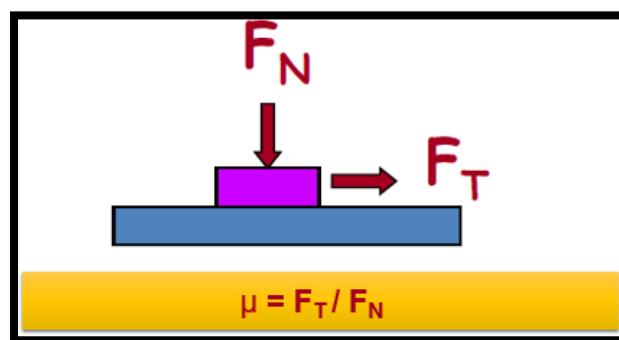


Figure 3. 1 (pion/bille)-disque.

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,

- 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 résistants à l'usure.
- Lubrification.
- Revêtement.
- L'environnement.

5.2. Usure :

L'usure d'un solide est généralement définie comme une perte de matière, un mouvement de matière ou une transformation de matière en surface du solide sous l'effet d'une interaction avec un autre milieu (solide dans notre cas, mais ça peut également être un fluide).

L'usure est un ensemble complexe des phénomènes difficiles à interpréter, amenant une émission des débris avec perte de masse, de côtes, de forme, et s'accompagnant des transformations physiques et chimiques des surfaces.

5.2.1. Les différents mécanismes d'usure :

Une liste non exhaustive de mécanismes d'usure peut être dressée. Ces phénomènes, repérés dans des cas différents de contacts, peuvent en théorie s'appliquer tous en même temps, certains étant prépondérants par rapport à d'autres en fonction des conditions imposées.

5.2.1.1. Usure abrasive :

L'usure abrasive est un phénomène mécanique qui représente l'endommagement des surfaces par des aspérités (abrasion à deux corps) ou des particules « dures » (abrasion à trois corps). On différenciera le labourage (déplacement de matière et formation de bourrelets), prédominant pour les matériaux ductiles, de la coupe (enlèvement de matière), particulièrement repérée pour les matériaux fragiles.

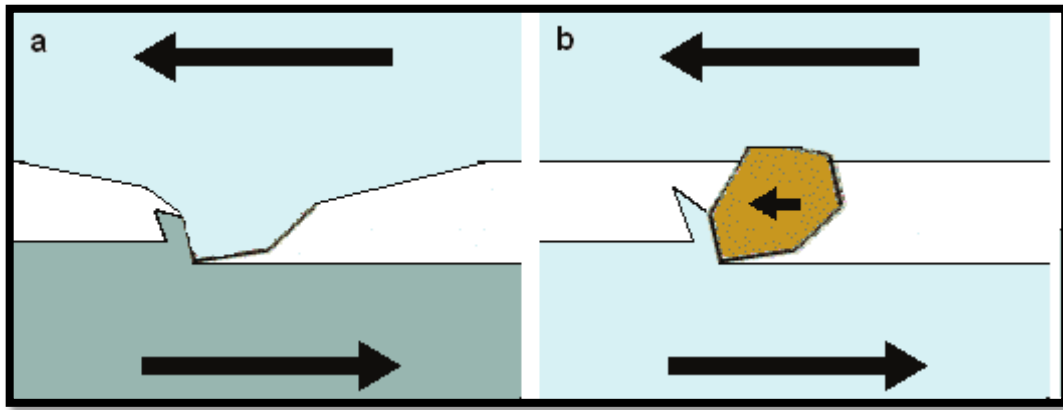


Figure 3. 3 Mécanisme d'usure abrasive. [3]

5.2.1.2. 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

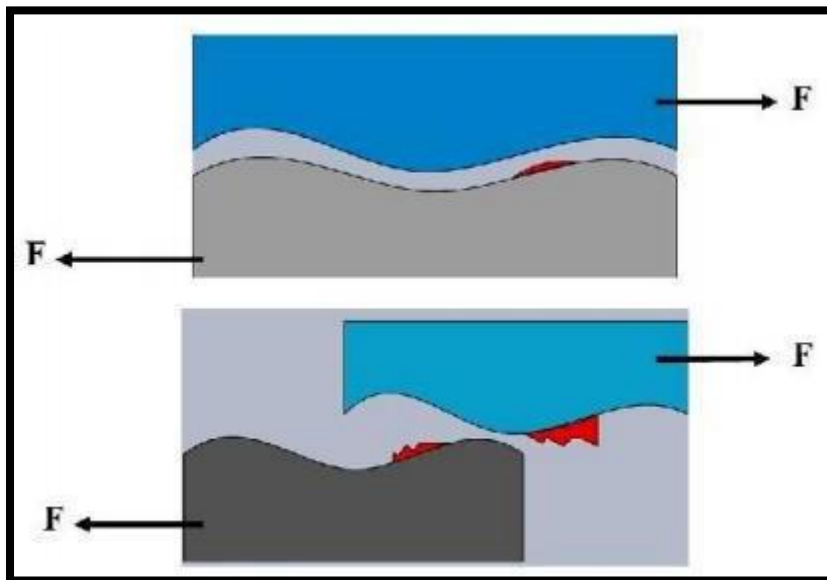


Figure 3. 4 Phénomène élémentaire de l'usure adhésive

5.2.1.3. Usure par fatigue :

Elle est liée à l'action d'un mouvement cyclique et à la capacité des matériaux à absorber les énergies de déformation et les contraintes thermiques générées par frottement. L'usure par fatigue se manifeste par des fissures, des écailles et des changements de structure métallurgique. Les comportements face à ce mécanisme d'usure dépendent de la nature du matériau. Dans le cas de matériaux ductiles (matériaux métalliques ou polymères), la rupture par fissuration (ou mécanisme de délaminage) a lieu en sous-couche, parallèlement à la surface de frottement, dans les zones où les contraintes de cisaillement sont maximales. La théorie de Hertz permet d'estimer la répartition des contraintes de cisaillement en sous-couche.

L'analyse des transferts thermiques sur la microstructure (déplacement des lacunes, des dislocations, des plans de glissement, l'effet des joints de grains...) explique la formation de fissure associée à un écrouissage ou à un adoucissement de la surface

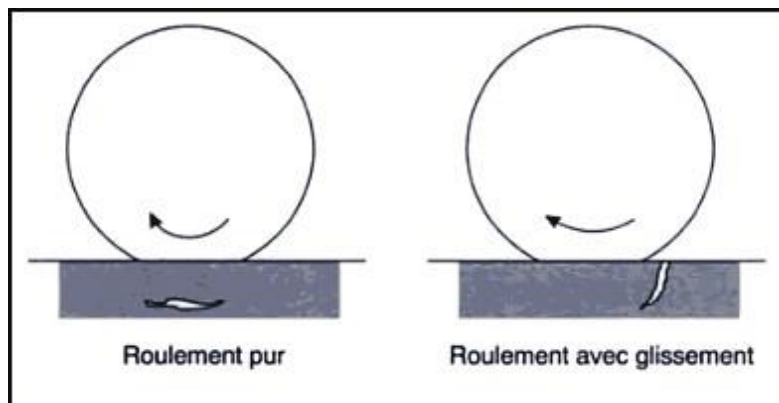


Figure 3. 5 Mécanisme d'usure par fatigue

5.2.1.4. Usure corrosive (ou tribochimique) :

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 seule ou de plusieurs réactions chimiques sous l'effet d'agents corrosifs (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 conduit à 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.

5.2.1.5. Usure par érosion :

L'usure par érosion est causée par des impacts de particules solides ou liquides contre la surface d'un solide. Ce mécanisme d'usure dépend des propriétés des matériaux en présence, de l'angle d'impact, de la vitesse d'impact et de la taille de la particule.

L'érosion à faible angle d'incidence provoque un enlèvement de matière par la formation de copeaux. Lorsque l'angle augmente, à faible vitesse, des impacts répétés peuvent provoquer une propagation lente de fissures dans le matériau. Si la vitesse est plus importante, des déformations plastiques apparaissent, le bourrelet ainsi formé est ensuite enlevé par l'impact d'autres particules. Dans les mêmes conditions, en fonction de propriétés du matériau érodé, la fissuration peut engendrer l'enlèvement de matière. A grande vitesse et grand angle d'incidence, la particule peut fusionner avec le matériau érodé. Dans des cas extrêmes-comme la collision d'une météorite avec une planète-et pour des matériaux particuliers, la particule incidente fusionne même avec le solide érodé et provoque des projections de débris au voisinage de l'impact. A l'échelle atomique, l'impact entre un atome et un atome d'un cristal peut provoquer l'enlèvement de ce dernier. L'usure par érosion possède donc beaucoup de similitude avec l'usure abrasive.

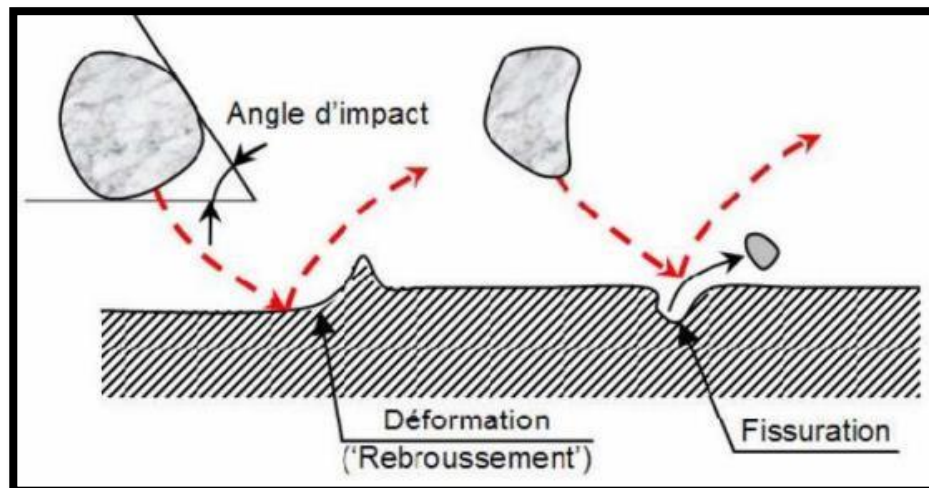


Figure 3. 6 Mécanisme d'usure par érosion

5.2.1.6. Usure par cavitation :

La cavitation apparaît lorsque le liquide atteint, au voisinage d'une surface, sa pression de vapeur saturante. Il crée alors une cavité ne pouvant rester stable dans le milieu. Elle implode donc et produit une onde de choc créant sur la surface des contraintes très élevées qui se traduisent souvent par l'apparition de faciès en forme de cratère.

5.2.1.7. 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.

5.2.2. 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 :

$$W = \frac{m_i - m_f}{\rho \cdot E \cdot d}$$

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 (F_N) et la distance (d) parcourue par la bille comme indiqué dans l'équation ci-dessous : $W = V / (F_N \cdot d)$

Taux d'usure : W (mm³/Nm)

V : volume usé (mm³)

F : force appliquée (N)

L : distance de glissement (m)

6. 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 du 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.

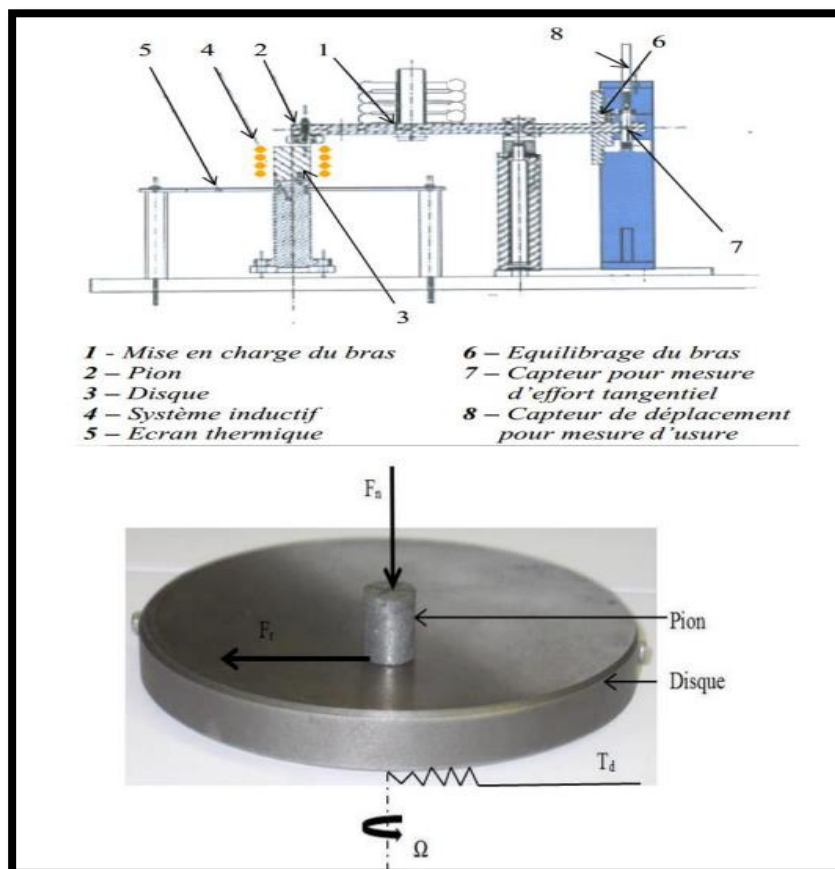


Figure 3. 7 Couple pion sur disque

7. Conclusion :

Pour conclure, la tribologie est connue pour ses aspects positifs (faire du feu en frottant du bois, les processus d'usinage comme le polissage, de fabrication comme la soudure par friction) aussi bien que pour ses aspects négatifs (l'usure et les particules d'usure, les bruits engendrés et les vibrations, la durée de vie des pièces, la perte de fiabilité des systèmes).

Pendant mes recherches et ma récoltes d'informations j'ai pu constater que, parler de la tribologie, c'est connaître la richesse du monde, en résumé elle est présente à tout instant.

CHAPITRE 04 :

Partie expérimentale

1. Introduction :

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

L'objectif de notre travail est de synthétiser un matériau composite Al/Fe_2AlB_2 en utilisant la méthode des sels fondu au niveau de laboratoire LERTI Université de Blida1.

Nous avons aussi vu les microstructures, étude de la micro dureté, étude tribologique.

2. Optimisation de la Température de frittage de l'Aluminium :

Une poudre d'Aluminium 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.

2.1.Pesée :

Afin d'avoir la stœchiométrie désirée on a fait la pesée 4g de la poudre d'Aluminium 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).

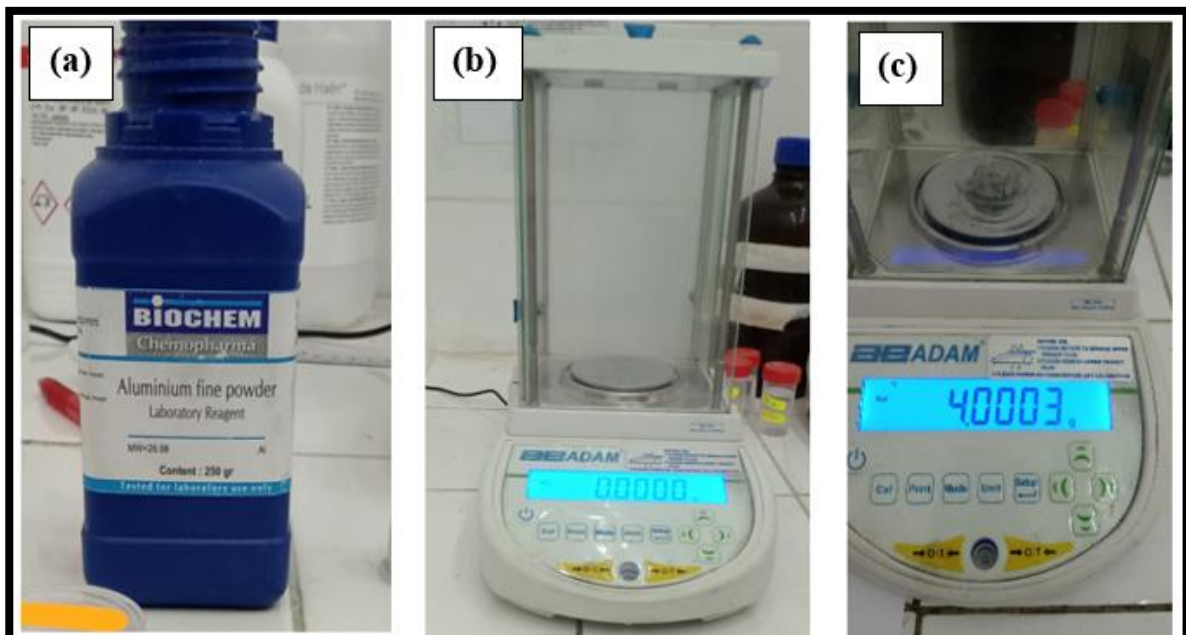


Figure 4. 1 (a) Aluminium pur . / (b) Balance de précision Type ADAM. / (c) Aluminium pesé.

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 (HYDRAULIC SHOP PRESS 50 TON). En appliquant une pression entre 8 Tonne pendant 15min, afin d'avoir des échantillons qui ont une même pression.



Figure 4. 2 Dispositif de compactage.



Figure 4. 3 Presse hydraulique de type (HYDRAULIC SHOP PRESS 50 TON)

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

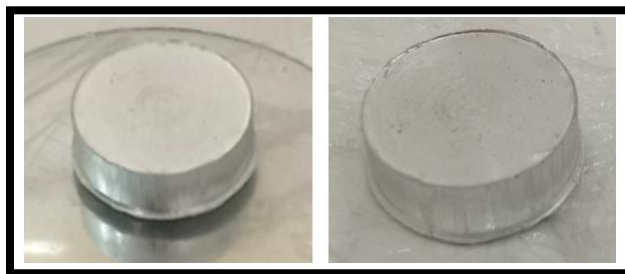


Figure 4. 4 Pastilles d'Aluminium.

2.3. Encapsulation des pastilles :

Après l'obtention des pastilles on les encapsule par du sel KCL dans un autre dispositif par une pression de 5 Tonnes et un temps de maintien de 5 min.

Ce dernier protégera notre échantillon lors du frittage.



Figure 4. 6 Dispositif d'encapsulation (a).



Figure 4. 5 Pastille encapsulé.



Figure 4. 7 Dispositif d'encapsulation (b).

2.4.Frittage :

Les capsules ont été immergées dans le sel à l'intérieur d'un creuset en alumine pour assurer une bonne protection contre l'oxydation dans un environnement à haute température. Les creusets doivent être complètement remplis de sel (poudre) pour assurer une protection complète après que les sels soient devenus liquides dans le four.

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 : 500°C, 550°C, 600°C et 650°C avec un temps de montée dans le four de 2H et un temps de maintien de 1H et on laisse refroidir dans un four fermé.



Figure 4. 9 Creuset en Alumine.



Figure 4. 8 Four (Nabertherm B180).

2.5. Récupération des pastilles après frittage et le 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) pour l'obtention d'un très bon état de surface, les échantillons doivent être rectifiés avant d'être examinés au microscope. Donc pour différents papiers abrasifs de granulométrie croissante (de 400 à 4000) ont été utilisés sur une polisseuse rotative avec lubrification à l'eau.



Figure 4. 10 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 4. 11 Solution diamantée.



Figure 4. 12 Pastille avant polissage.



Figure 4. 13 Pastille après polissage.

3. Synthèse de Fe_2AlB_2

Précédemment, un mémoire de Master dans le laboratoire du LERTI à l'Université de Saad Dahleb Blida 1, a synthétisé Fe_2AlB_2 dans un bain de sel KBr et NaBr. Ils ont rapporté la température de frittage optimale était à $1000^{\circ}C$ 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 étapes suivi.

3.1.Choix des poudre et pesés :

Pour la synthèse de Fe_2AlB_2 , les poudres de Fer 'Fe', Aluminium 'Al', Bore 'B' et le l'Etain 'Sn' ont été utilisés et le sel de Bromure de Potassium 'KBr' a été ajouté comme protection lors de la synthèse de la phase Fe_2AlB_2 .

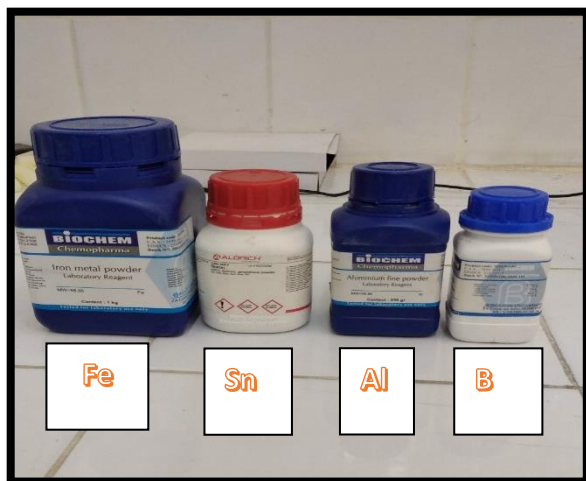


Figure 4. 14 Poudres utilisées



Figure 4. 15 Bromure de Potassium KBr .

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

Tableau 4. 1 Les caractéristiques des différentes poudres

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

3.2.Homogénéisation :

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

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 SHOP PRESS 50TON (Figure 4. 1716) en appliquant une pression de 8 Tonnes pendant 15 minutes. Cette opération a été faite au sein de laboratoire (LTSM) (université de Blida 1).

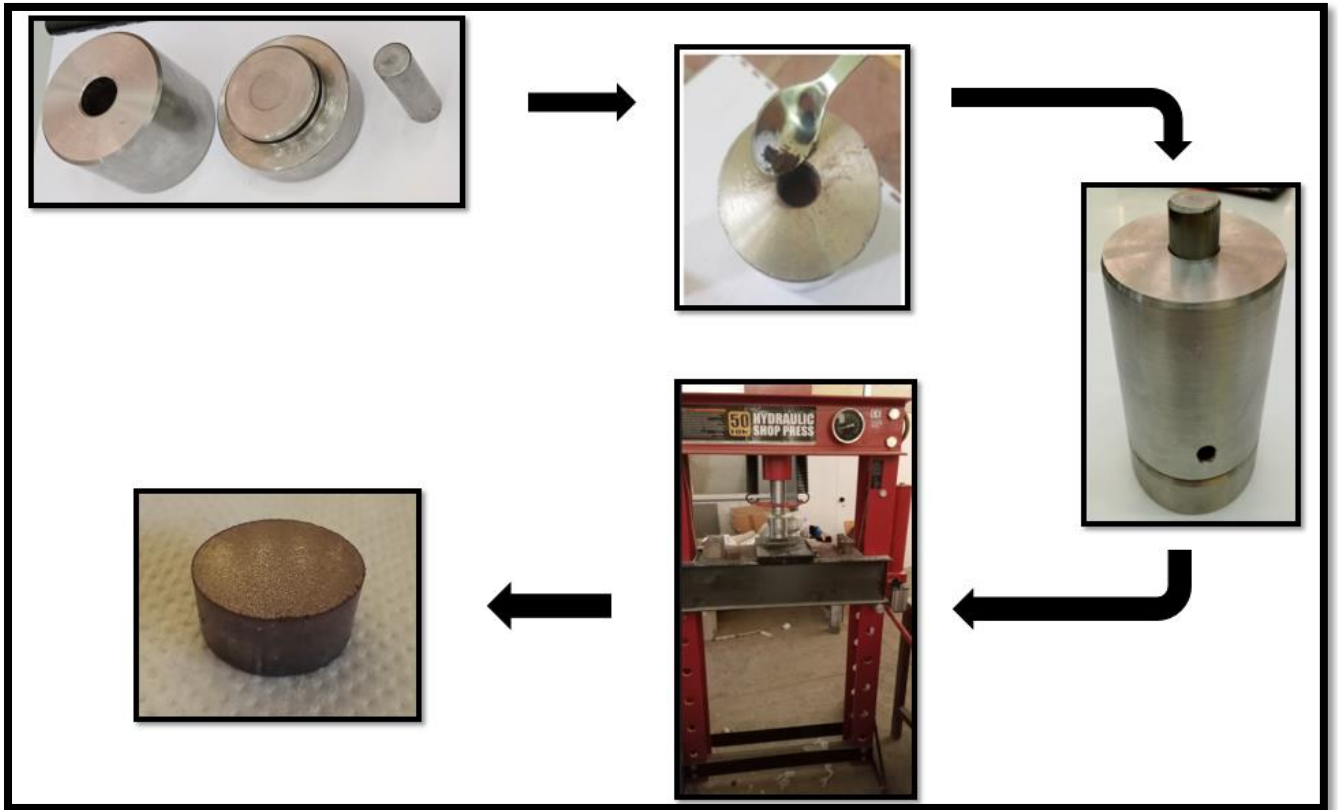


Figure 4. 17 Schéma de compactage.

3.4. Encapsulation et cuisson :

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



Figure 4. 18 Dispositif d'encapsulation



Figure 4. 19 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°C , un temps de maintien de 1h et, une vitesse de chauffage de $5^\circ\text{C}/\text{min}$, la durée de la montée de la température a 1000°C est de 3h20min.



Figure 4. 20 Creuset en Alumine.



Figure 4. 21 Four Nabetherm B180.

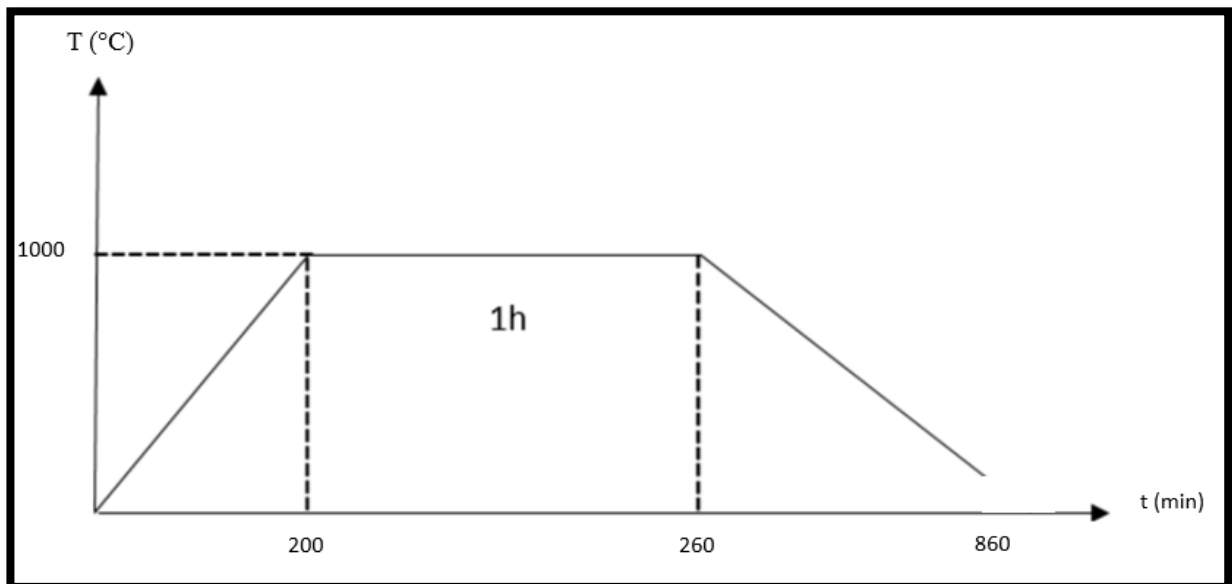


Figure 4. 22 Cycle thermique de l'élaboration du Fe_2AlB_2

3.5.Récupération des poudres :

3.5.1. Solubilité dans l'eau :

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



Figure 4. 23 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 4. 24 Agitateur magnétique.



Figure 4. 25 Filtration de Fe_2AlB_2



Figure 4. 26 Four MEMMERTI.



Figure 4. 28 Poudre Fe_2AlB_2 .



Figure 4. 27 Fe_2AlB_2 et KBr récupérés.

4. Elaboration de notre composite Al/Fe₂AlB₂ :

Afin d'élaborer notre composite on a mélangé des pourcentages de la poudre d'aluminium avec des pourcentages de la phases MAB synthétiser pour avoir des pastilles de 4g suivant le tableau ci-dessous :

Tableau 4. 2 Pourcentage des de mélange.

| Pourcentage | Masse d'Aluminium (g) | Masse de Fe ₂ AlB ₂ (g) |
|-------------|-----------------------|---|
| 0.5% | 3.98 | 0.02 |
| 1% | 3.96 | 0.04 |
| 2% | 3.92 | 0.08 |
| 5% | 3.80 | 0.20 |
| 10% | 3.60 | 0.40 |

On a suivi les mêmes procédures précédentes :

- L'homogénéisation
- compactage a 8 Tonnes avec 15min de maintien sous cette charge
- L'encapsulation avec du KCl
- Le frittage avec du sel KCl comme protection dans une température de 600°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 pastilles
- Polissage des pastilles

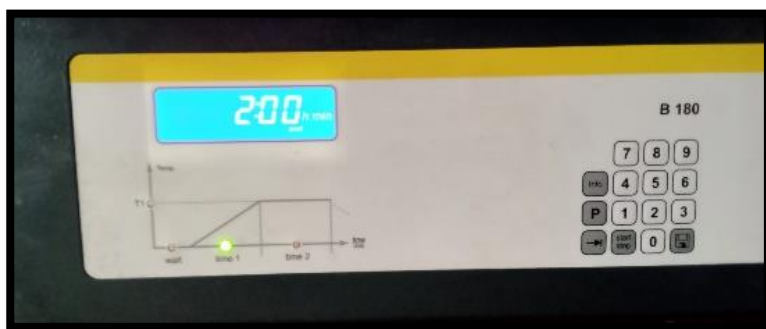


Figure 4. 30 Temps de montée.



Figure 4. 29 Temps de maintien.

CHAPITRE 05 :
Tests et interprétations des
résultats

1. Les tests :

1.1. Micro duresté :

Les tests de micro duresté ont été réalisés au niveau de laboratoire LERTI à l'aide d'un micro duromètre de type Vickers (INOVATEST FALCON 400), on a effectué les mesures de micro duresté sur les différents échantillons, avec une charge de 50 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 couvrir toutes les régions de chaque échantillon.

La mesure de micro duresté VICKERS est faite avec une pointe pyramidale normalisée en diamant de base carrée. L'empreinte a la forme d'un carré.



Figure 5. 2 Micro d'uromètre de type Vickers (INOVATEST FALCON 400)

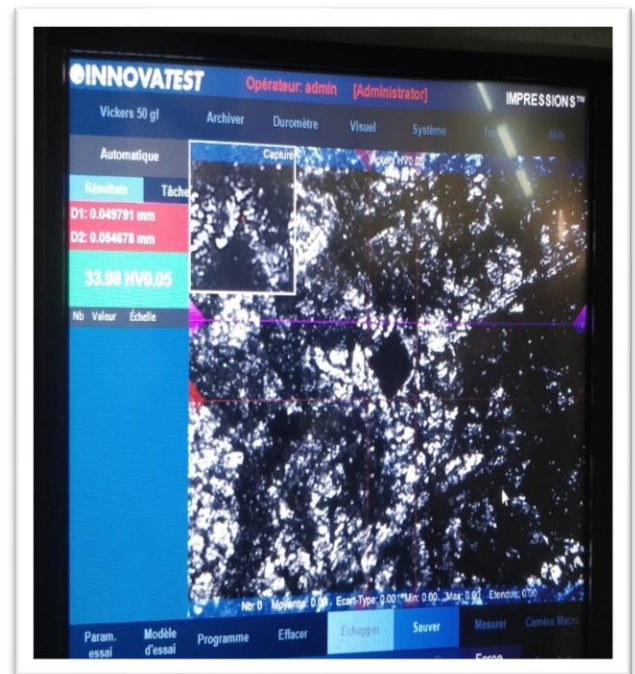


Figure 5. 1 empreinte pyramidale .

1.2.Caractérisation par Diffraction des Rayons X (DRX) :

La diffraction des rayons X est un outil efficace pour étudier de façon non destructive la structure cristallographique des matériaux, de poudres, de monocristaux, voire de couches minces. En envoyant des rayons X sur une cible, ces derniers sont diffusés par chacun des atomes de la cible Figure.5.3 Ces rayons X diffusés interfèrent entre eux : si les atomes sont ordonnés, alors ces interférences vont être constructives dans certaines directions et destructives dans d'autres. Ces interférences d'ondes diffusées forment le phénomène de diffraction

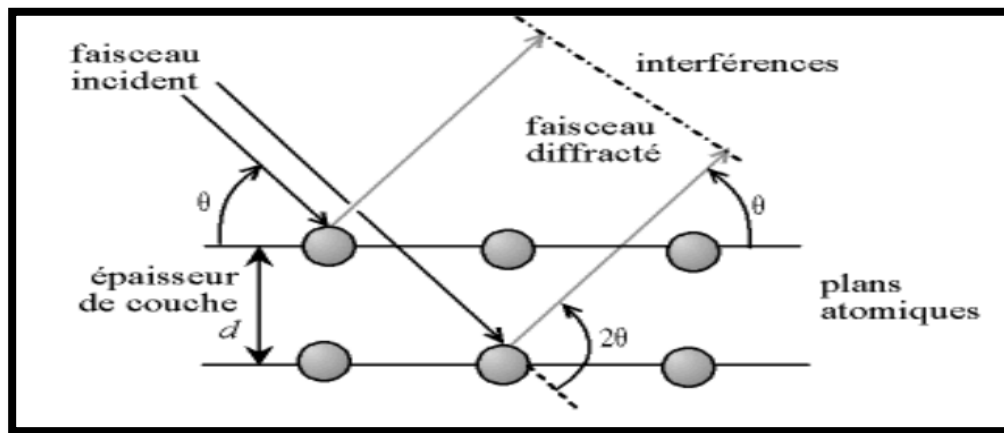


Figure 5. 3 Phénomène de diffraction sur les atomes

L'état cristallin est caractérisé par la répartition tri périodique dans l'espace d'un motif atomique. Cette répartition ordonnée constitue des plans parallèles et équidistants que l'on nomme plans réticulaires et sont identifié par indice de Miller ($h k l$). Ces indices caractéristiques du cristal peuvent être calculés grâce à la diffraction des rayons X.

Lorsqu'un faisceau de rayons x monochromateur est dirigé sur un matériau poly cristallin, il est en partie réfléchi par les plans atomiques de certains cristaux. Pour que la diffraction des photons X soit mesurée, l'incidence du faisceau par rapport aux plans atomiques doit avoir lieu sous un angle particulier (figure.5.4).

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

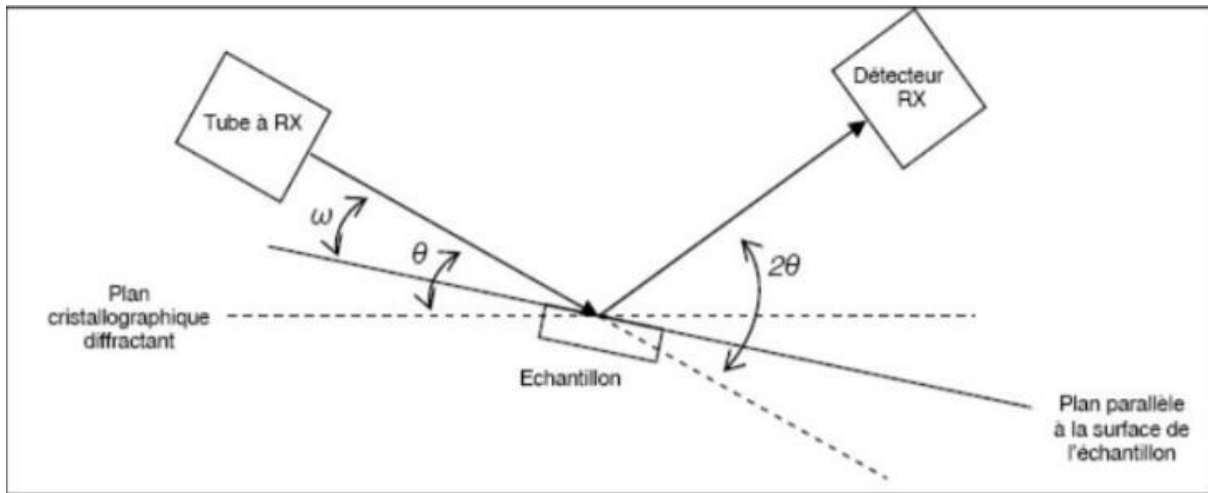


Figure 5. 4 Explicatif de la DRX présentant les différents angles pris en compte

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

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda$$

Où :

λ : la longueur d'onde du rayonnement diffracté

n : indice de diffraction

d_{hkl} : La distance interarticulaire du plan cristallographique correspondant

θ : angle qui est mesuré à partir de plan

Dans notre cas nous avons fait ce test de DRX au sein du Centre de Recherche en Technologie Industrielles (CRTI Cheraga).

1.3. 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).



Figure 5. 5 Microscope optique de type Nikon Eclipse LV150N

1.4.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 Tribometer, Switzerland, Anton Paar TRB3 (Figure 5.6)

Ses caractéristiques sont les suivants :

- Gamme de force : 1- 60 N.
- Vitesse de rotation : 0.3 - 500 t/min



Figure 5. 6 Tribomètre de type CSM Tribometer, Switzerland, Anton Paar TRB3

Un échantillon (disque, plaque) subit un mouvement rotatif ou alternatif tout en étant mis en contact avec un pion stationnaire sur lequel une charge de compression axiale est appliquée. Le principe consiste simplement à appuyer un pion sur un disque en rotation (voir Figures 5.7 et 5.8). Le disque est entraîné à l'aide d'un moteur électrique et le pion est appuyé contre le disque à l'aide d'un vérin pneumatique ou d'un poids. La force normale et la force de frottement sont mesurées à l'aide de capteurs.

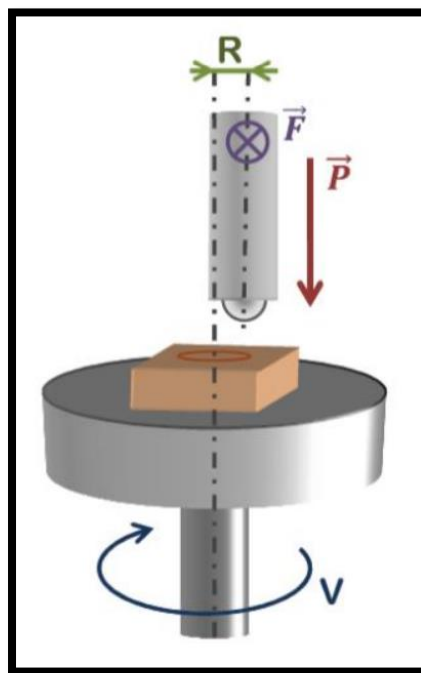


Figure 5. 7 Principe de fonctionnement du tribomètre pion sur disque.



Figure 5. 8 Fonctionnement du tribomètre pion sur disque.

Les paramètres suivants ont été choisis :

- L'essai se déroule sous air ambiant.
- Vitesse de rotation de 10cm/s.
- Charge appliquée de 1N.

Le tribomètre peut parfois être muni d'un profilomètre afin de mesurer l'usure de l'échantillon, mais malheureusement nous avons subi beaucoup de contraintes pour faire cette étude.

2. Interprétation

2.1. Optimisation Température de frittage



Figure 5. 9 Microstructures à l'échelle de 25µm des différentes température de frittage
(a) 500°C
(b) 550°C
(c) 600°C

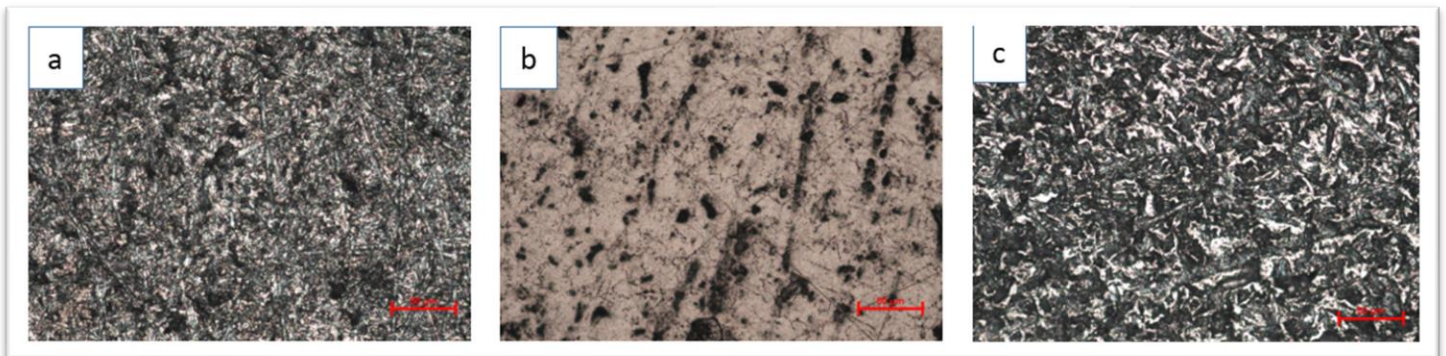


Figure 5. 10 Microstructures à l'échelle de 100µm des différentes température de frittage
(a) 500°C
(b) 550°C
(c) 600°C

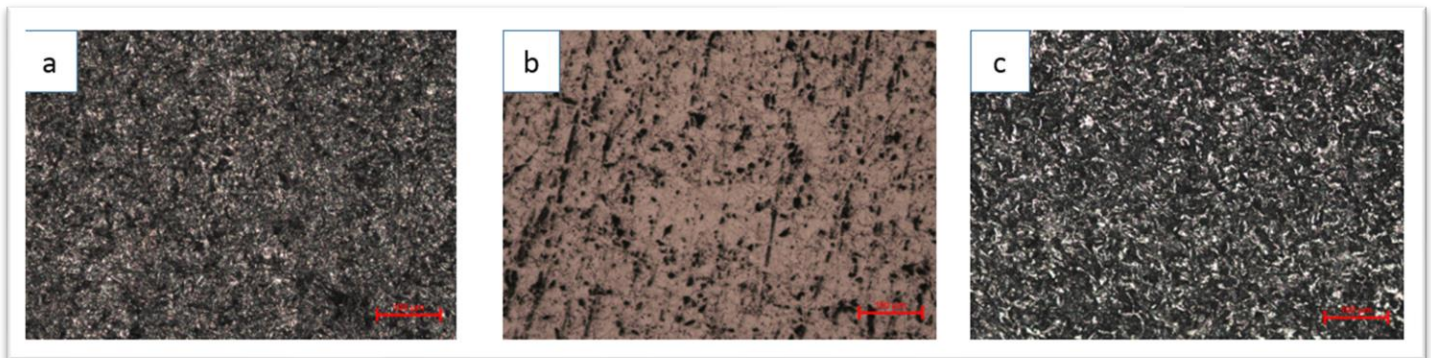


Figure 5. 11 Microstructures à l'échelle de 200 μ m des différentes température de frittage
 (a) 500°C
 (b) 550°C
 (c) 600°C

Les figures (5.9), (5.10) et (5.11) représentent les microstructures des échantillons d'Aluminium frittés à 500°C, 550°C et 600°C.

On constate la présence des porosités à 500°C, par contre, à 550°C on observe qu'on a moins de porosité et encore beaucoup moins à 600°C.

Aussi pour optimiser une meilleure température de frittage, on a fait une étude de micro dureté avant et après frittage de chaque échantillon on a trouvé ces résultats qui son classer dans ce tableau :

Tableau 5. 1 Résultats micro dureté avant et après frittage.

| Echantillon | Micro dureté avant frittage | T° de frittage | Micro dureté après frittage |
|-------------|-----------------------------|----------------|-----------------------------|
| 1 | 34,70 HV | 500°c | 36,33 HV |
| 2 | 36,39 HV | 550°c | 35,95 HV |
| 3 | 37,12 HV | 600°c | 40,72 HV |
| 4 | 37,30 HV | 650°c | Echoue lors du frittage |

On note que la dureté est supérieure sur l'échantillon fritté à 600°C dû probablement à la diminution des porosités, pour cela on a opté à faire le frittage de nos expériences à 600°C

2.2. Les résultats des rayons X de phase MAB Fe_2AlB_2 élaboré (DRX) :

La méthode des sels fondus a été utilisée pour synthétiser la phase MAB Fe_2AlB_2 .

Le diagramme de diffraction des rayons X (DRX) présenté dans la figure (5.12) a été pris après la synthèse.

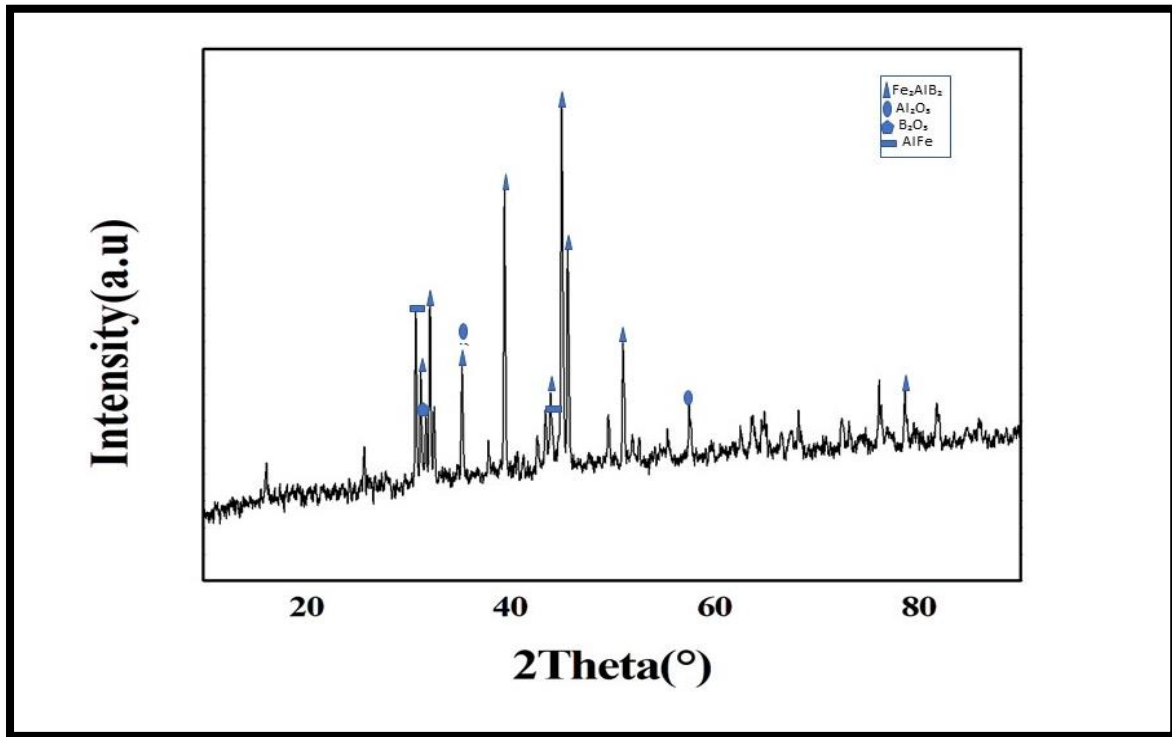


Figure 5. 12 Diagramme DRX de la phase MAB élaboré .

Les résultats DRX à la surface de l'échantillon montrent qu'il existe une phase majoritaire de Fe_2AlB_2 et une phase secondaire de Al_2O_3 , AlFe et B_2O_3 .

La température était de 1000°C et le temps était de 3 heures et 20 minutes.

2.3.Observation par microscope optique

Les figures 5.13 ; 5.14 et 5.15. Montrent quelques micrographies résultantes par le microscope optique de laboratoire (LERTI) sur l'Aluminium pur fritté à 600°C et sur nos composites (Al/Fe₂AlB₂)

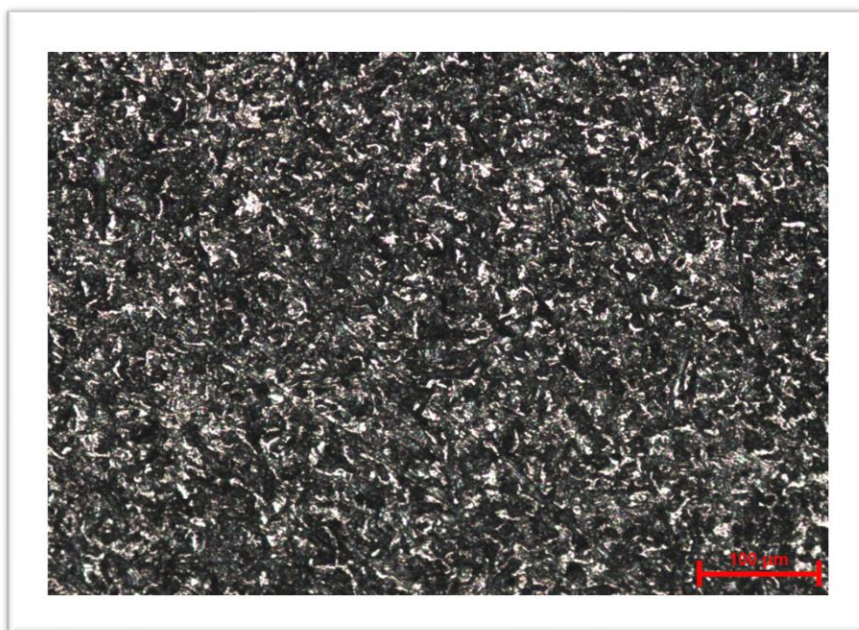


Figure 5. 13 micrographie de l'Aluminium pur fritté a 600°C.

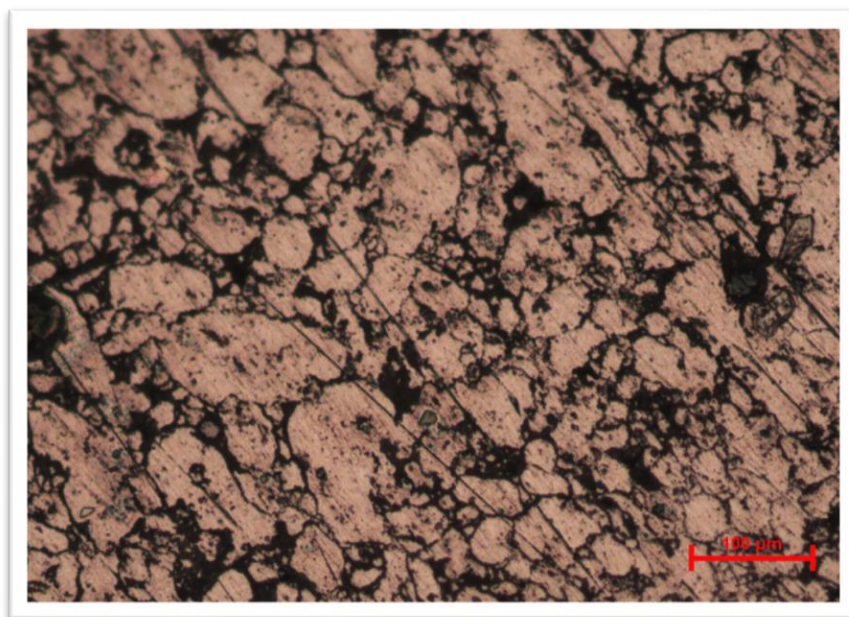


Figure 5. 14 micrographie du composite 1% de Fe₂AlB₂.

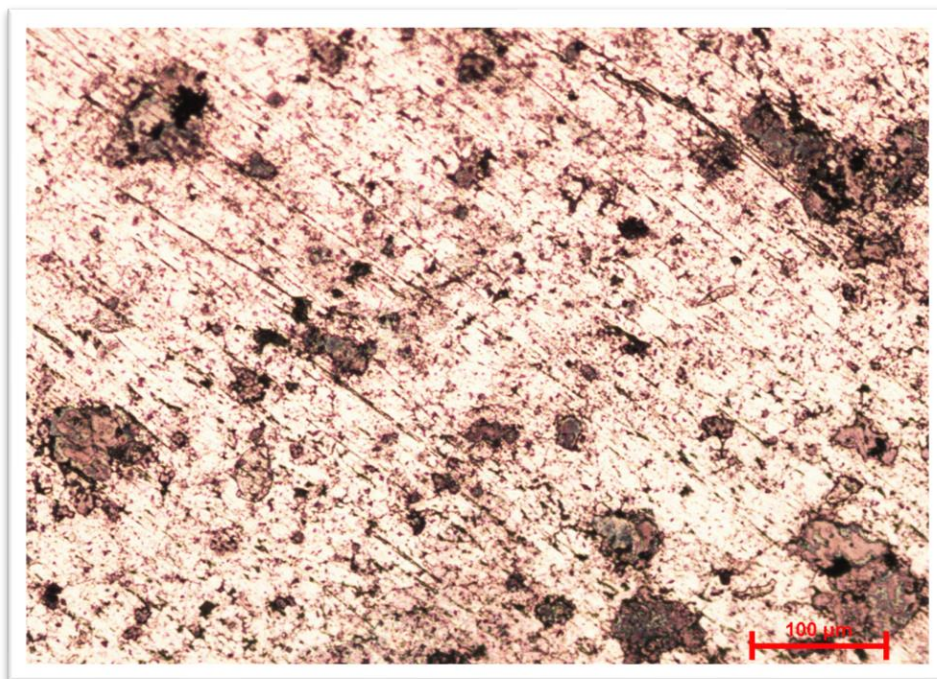


Figure 5. 15 micrographie du composite 5% de Fe_2AlB_2

En Observant de près les figures suivantes (plus précisément la figure 5.16), on remarque au prime abord une diffusion de la phase MAB Fe_2AlB_2 aux joints des grains, mais ceci reste comme hypothèse à confirmer plus tard avec les analyses MEB et EDS.

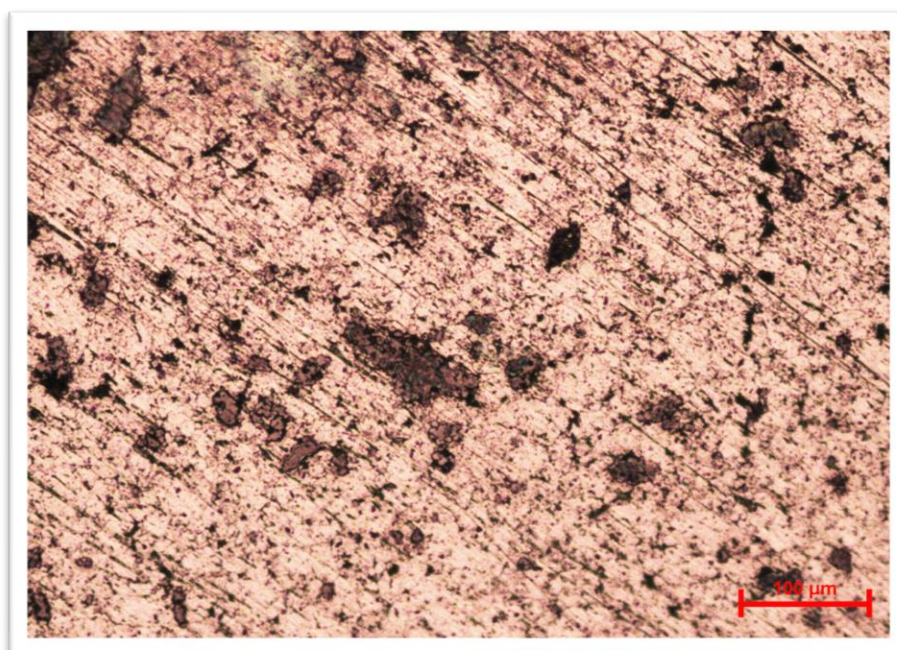


Figure 5. 16 Diffusion de Fe_2AlB_2

Une agglomération de phase MAB, aussi une bonne distribution de Fe_2AlB_2 dû à la bonne homogénéisation (Figures 5.17 et 5.18)

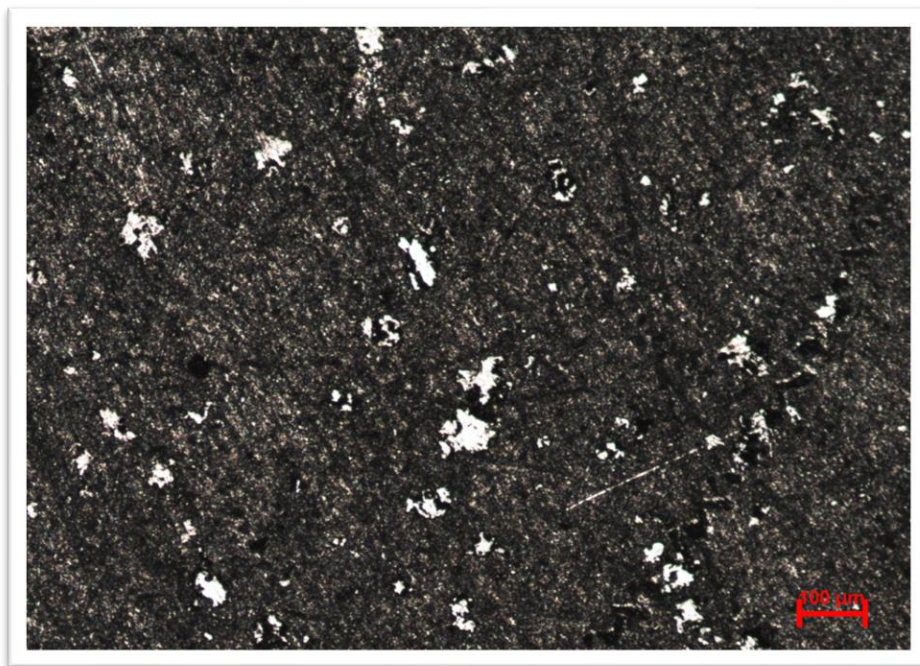


Figure 5. 17 Distribution de Fe_2AlB_2

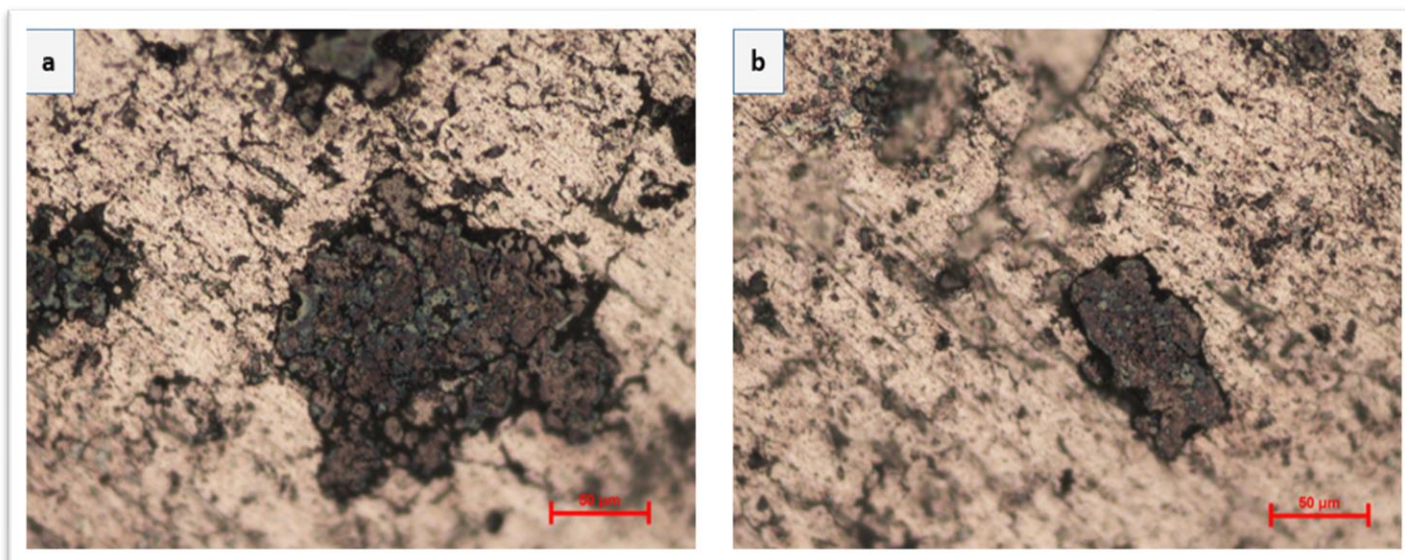


Figure 5. 18 Agglomération de Fe_2AlB_2

A noter que le microscope optique été en panne ce qu'il nous a empêcher de faire les microstructures des échantillons restants, et même après sa réparation nos échantillons ont été totalement oxydés.

2.4. Tribologie pion sur disque

2.4.1. Propriétés tribologiques

Dans cette partie, on va voir le comportement à l'usure des composites Al/Fe₂AlB₂ élaboré avec différents pourcentages de la phase MAB ajoutée dans l'Aluminium afin de limiter l'usure et améliorer les comportements en frottement.

2.4.2. Essais Tribologiques

Le comportement tribologique par l'essai de pion sur disque a été réalisé et étudié sur Aluminium pur et des composites Al/Fe₂AlB₂ avec différents pourcentages.

Les figures suivantes Représentent les courbes de coefficient de friction μ en fonction de la distance (en mètre) parcourue par chaque échantillon subis à une charge de 1N, une distance de 500 m et une bille en acier 100Cr6 dans une température ambiante.

Durant les essais de pion sur disque sur nos échantillons on peut constater que plusieurs parmi eux se sont arrêtés notamment dans celui d'Aluminium pur ainsi les échantillons de 0.5%, 1% et 2% de Fe₂AlB₂ car le paramètre d'arrêt exigé dans la manipulation était le seuil de coefficient de friction qui ne doit pas dépasser la valeur de $\mu=2$, par contre dans notre cas, le coefficient de frottement μ a atteint rapidement cette valeur dans les échantillons mentionnés ci-dessus.

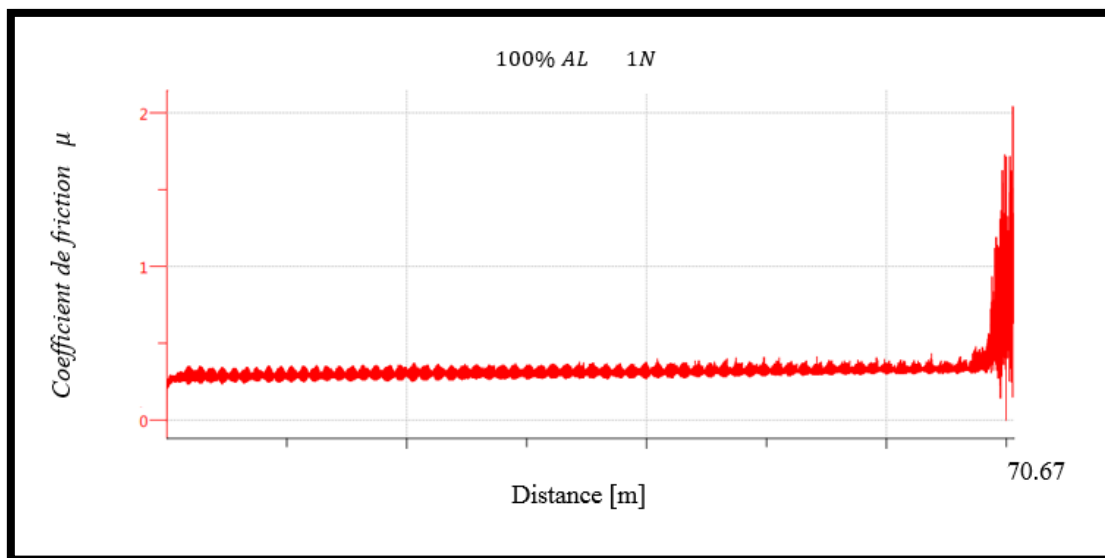


Figure 5. 19 Diagramme Al pur.

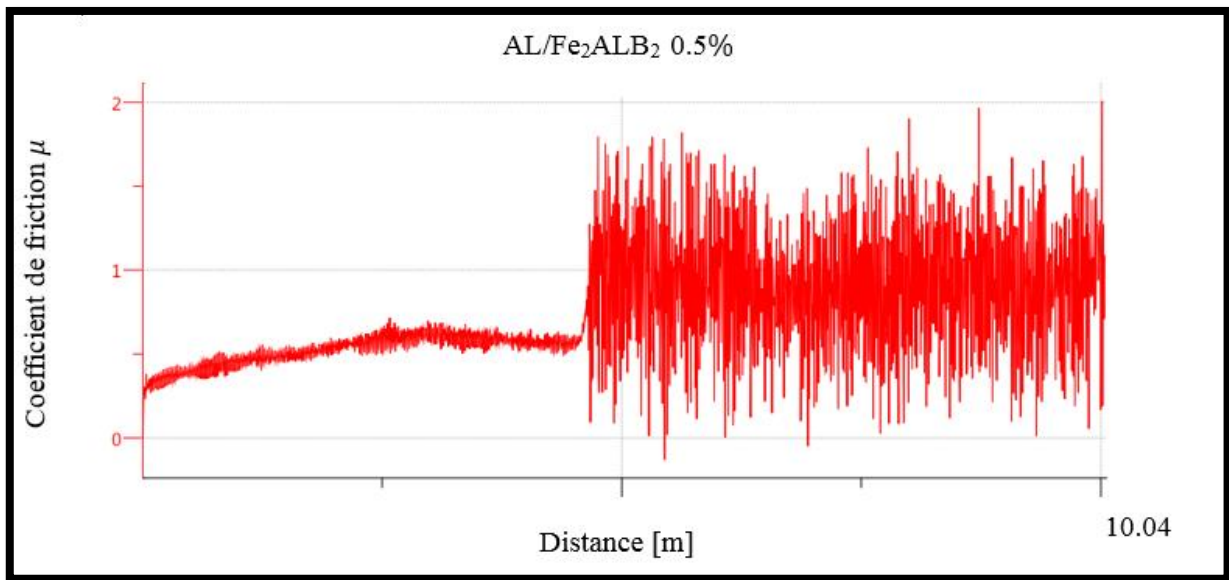


Figure 5. 20 Diagramme Al/Fe₂AlB₂ 0.5%

On constate qu'au fur et mesure d'augmenter le pourcentage de Fe₂AlB₂ dans notre composite, la distance d'arrêt de notre test augmente comme montrent les figures ci-dessous

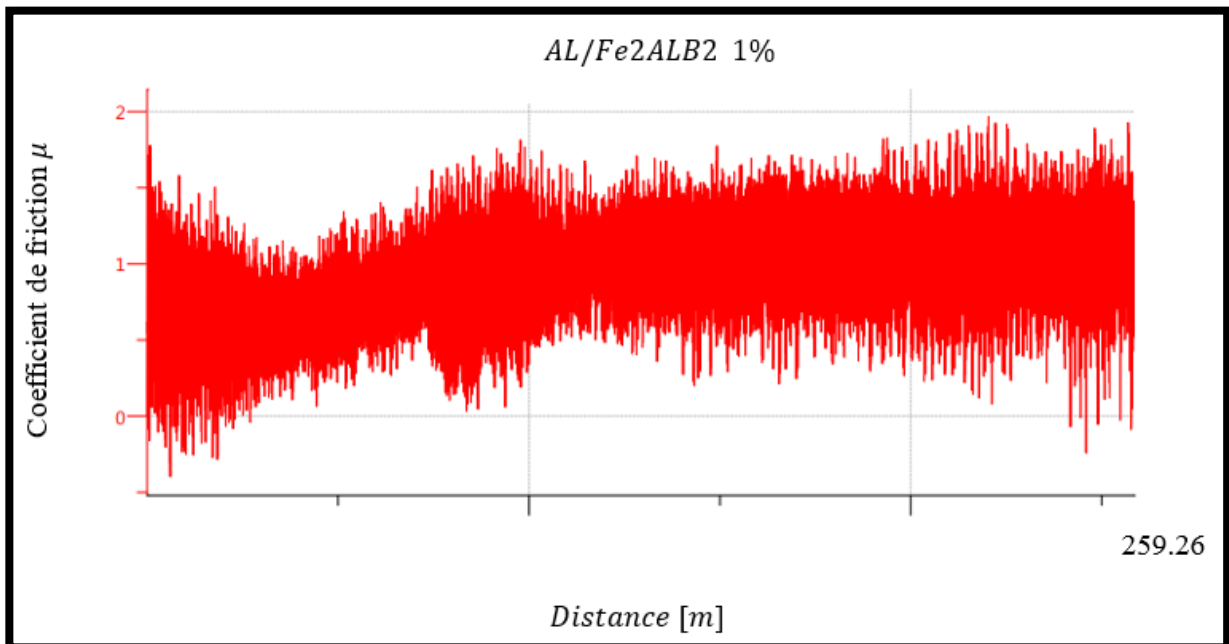


Figure 5. 21 Diagramme Al/Fe₂AlB₂ 1%

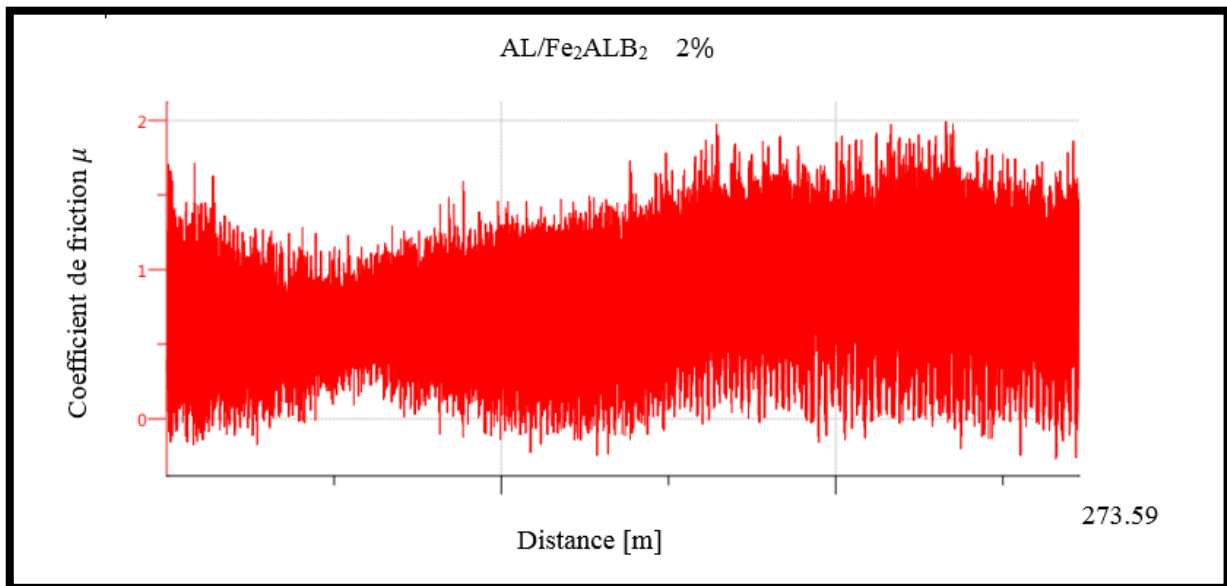


Figure 5. 22 Diagramme Al/Fe₂AlB₂ 2%.

On remarque que les tests tribologiques des échantillons de 5% et 10% de Fe₂AlB₂ ont terminé la condition d'arrêt de test limité à 500m (illustrés dans les figures 5.23 et 5.24), ceci revient à l'ajout remarquable de Fe₂AlB₂ qui joue en l'occurrence le caractère de lubrifiant solide.

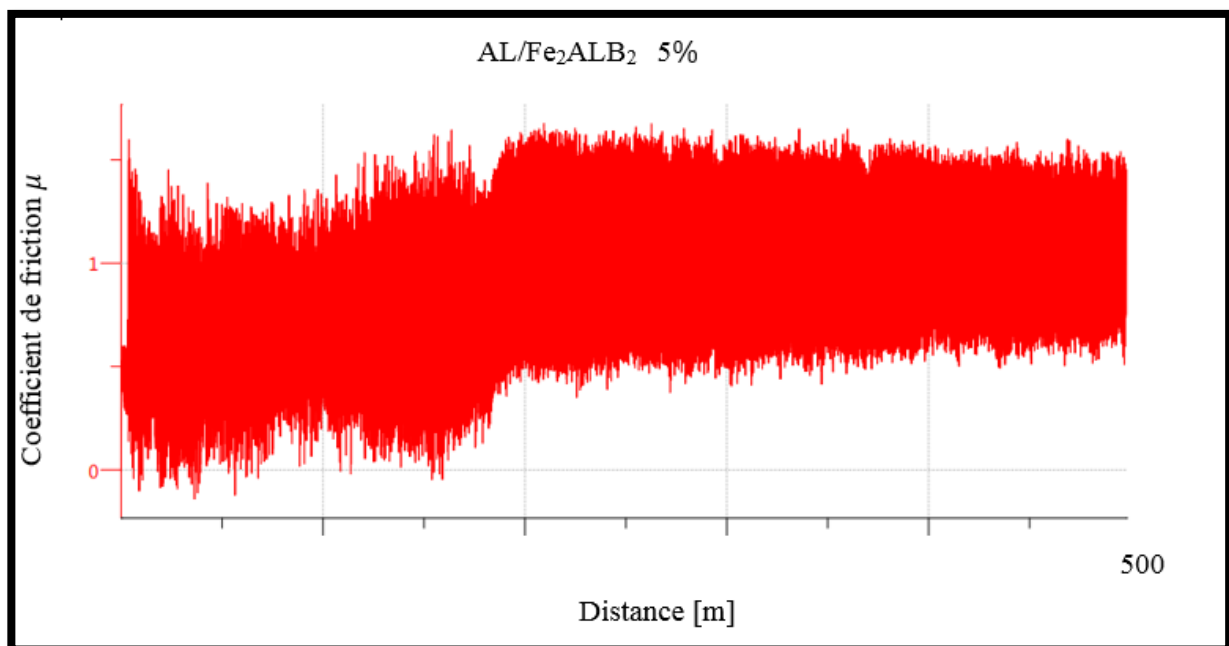


Figure 5. 23 Diagramme Al/Fe₂AlB₂ 5%

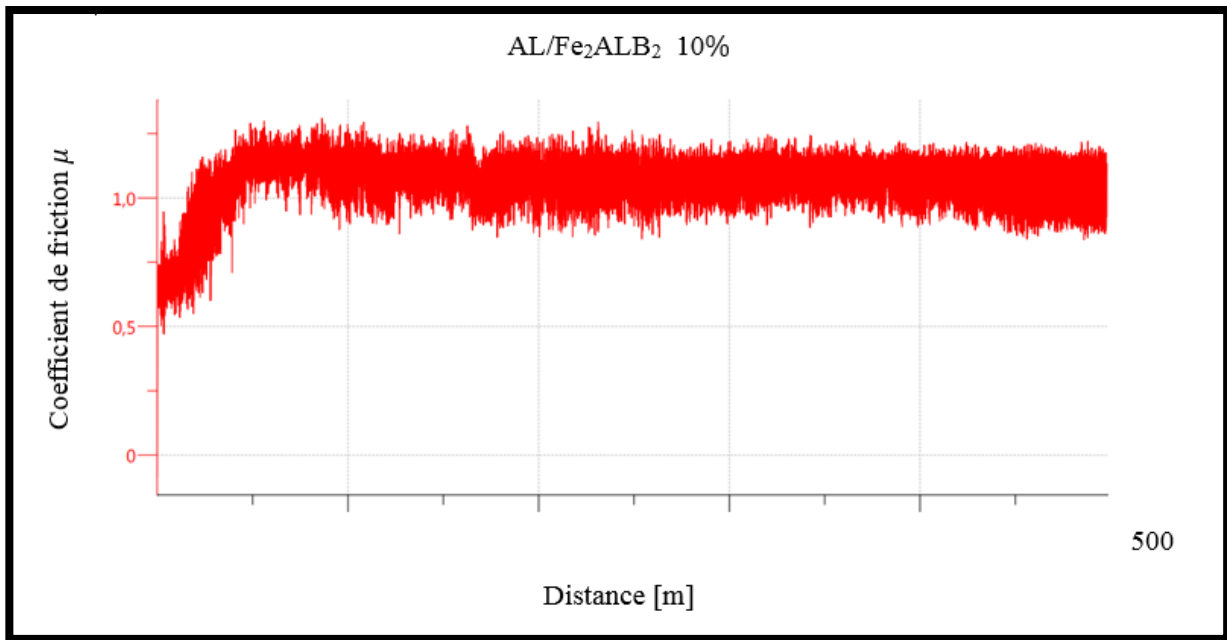


Figure 5. 24 Diagramme Al/Fe₂AlB₂ 10%

2.4.3. Perte de masse

On a calculé la perte de masse par la formule :

$$\Delta m = m_i - m_f$$

Tableau 5. 2 Différence de masse avant et après tribologie.

| Echantillon | Masse avant tribologie (g) | Masse après tribologie (g) | Δm |
|-------------|----------------------------|----------------------------|------------|
| Al pur | 2.7767 | 2.7784 | -0.0017 |
| 0.5% | 11.6589 | 11.6535 | 0.0054 |
| 1% | 11.8513 | 11.8331 | 0.0182 |
| 2% | 11.4926 | 11.4661 | 0.0265 |
| 5% | 11.2379 | 11.2259 | 0.012 |
| 10% | 2.5433 | 2.3989 | -1.8556 |

2.4.4. Expertise de la trace

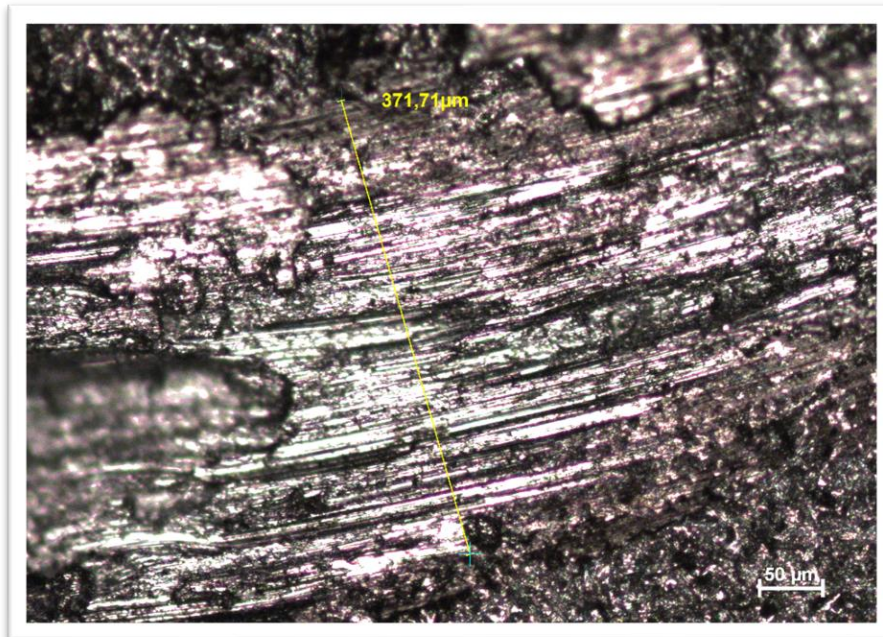


Figure 5. 25 micro graphie de microscope optique de la trace d'usure Aluminium pur

On observe une présence d'un tribofilms probablement dû à :

- Oxyde d'Aluminium.
- Oxyde de Fer de bille.

Ainsi on voit bien une abrasion dû à la dureté de la bille 100Cr6.

Après la montée de la température durant le test, probablement on a eu une création des oxydes de Fer ou des oxydes d'Aluminium qui a provoqué aussi une adhésion.

On note que ceci est une hypothèse à confirmer plus tard avec des analyses de MEB et EDS.

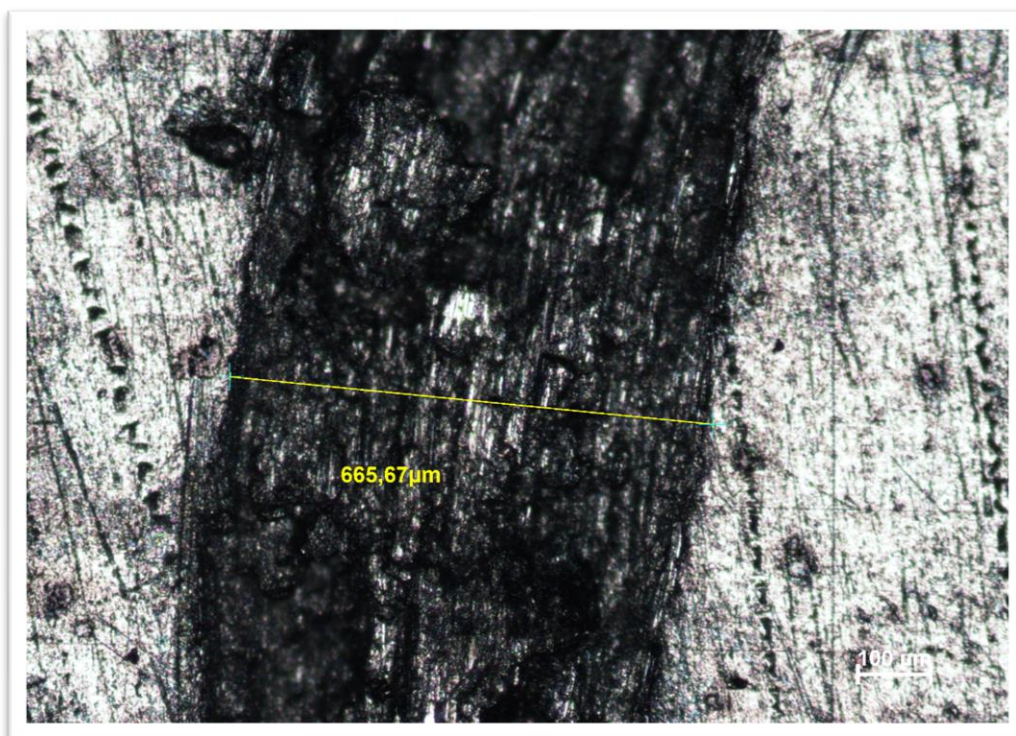


Figure 5. 26 micro graphie de microscope optique de la trace d'usure du composite 0.5% Fe_2AlB_2

On remarque une faible apparence d'un tribofilms dû probablement à la formation des oxydes de Fer ou d'Aluminium.

Aussi on voit une abrasion probablement dû au transfert de la matière de la bille.

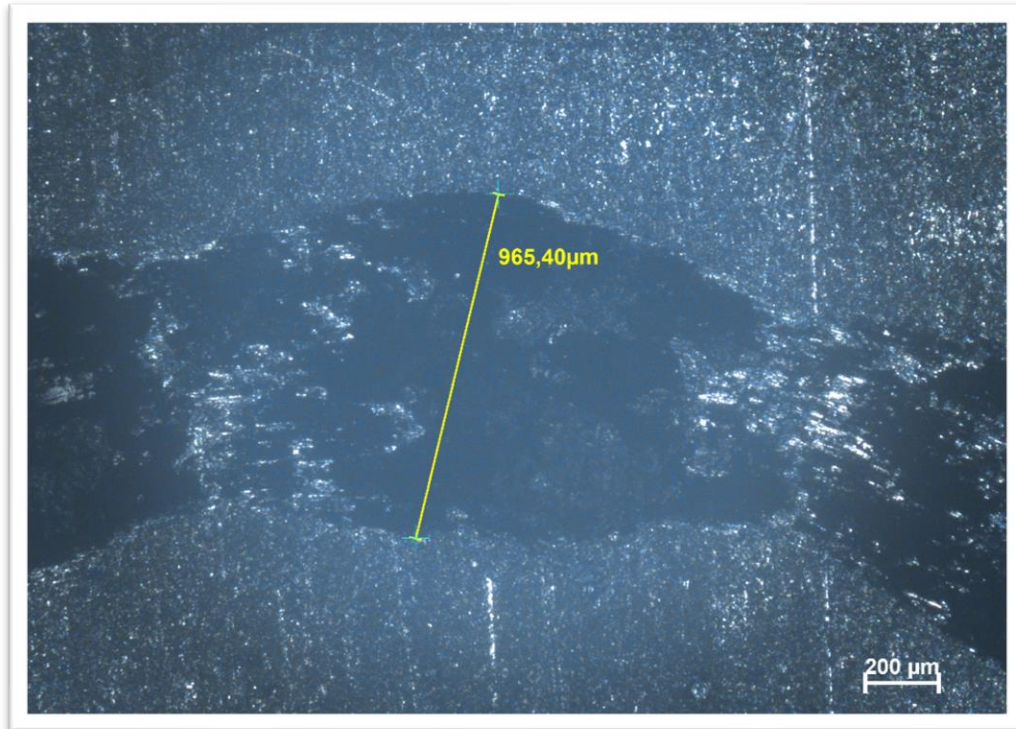


Figure 5. 27 micro graphie de microscope optique de la trace d'usure du composite 1% Fe_2AlB_2

On remarque une perte de masse sévère (Sever wear) et une morphologie de type collines-vallées (Hill valley) dû soit à la formation des oxydes ou à la phase MAB Fe_2AlB_2 qui commence probablement à diffuser dans les joints des grains.

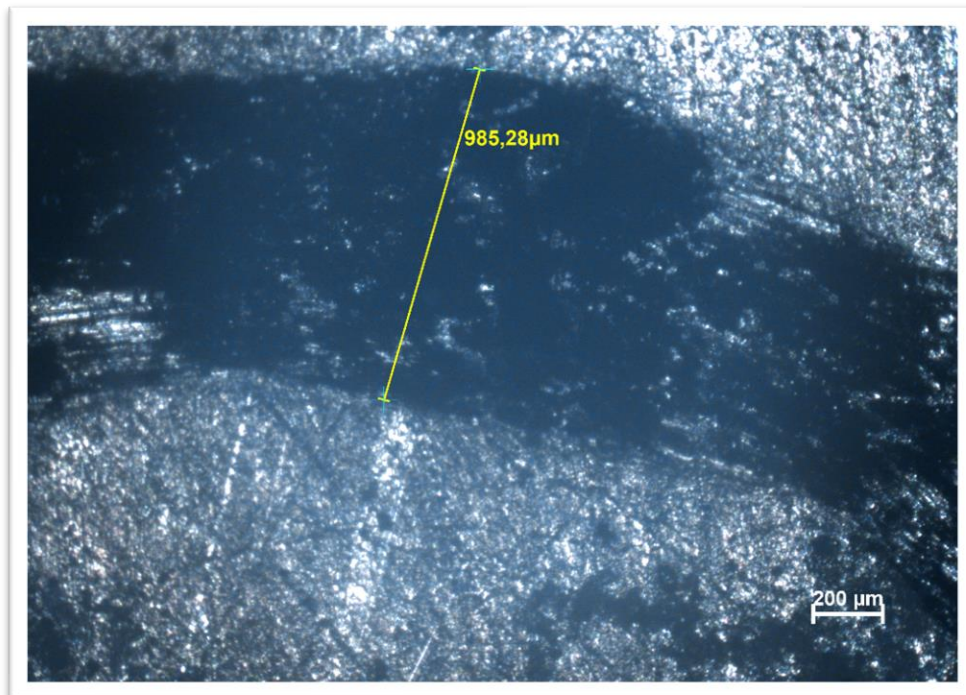


Figure 5. 28 micro graphie de microscope optique de la trace d'usure du composite 2% Fe_2AlB_2

On observe toujours l'usure sévère (severe wear) mais un peu moins que celle de 1%. Cette diminution est due au Fe_2AlB_2 qui commence à s'agglomérer.

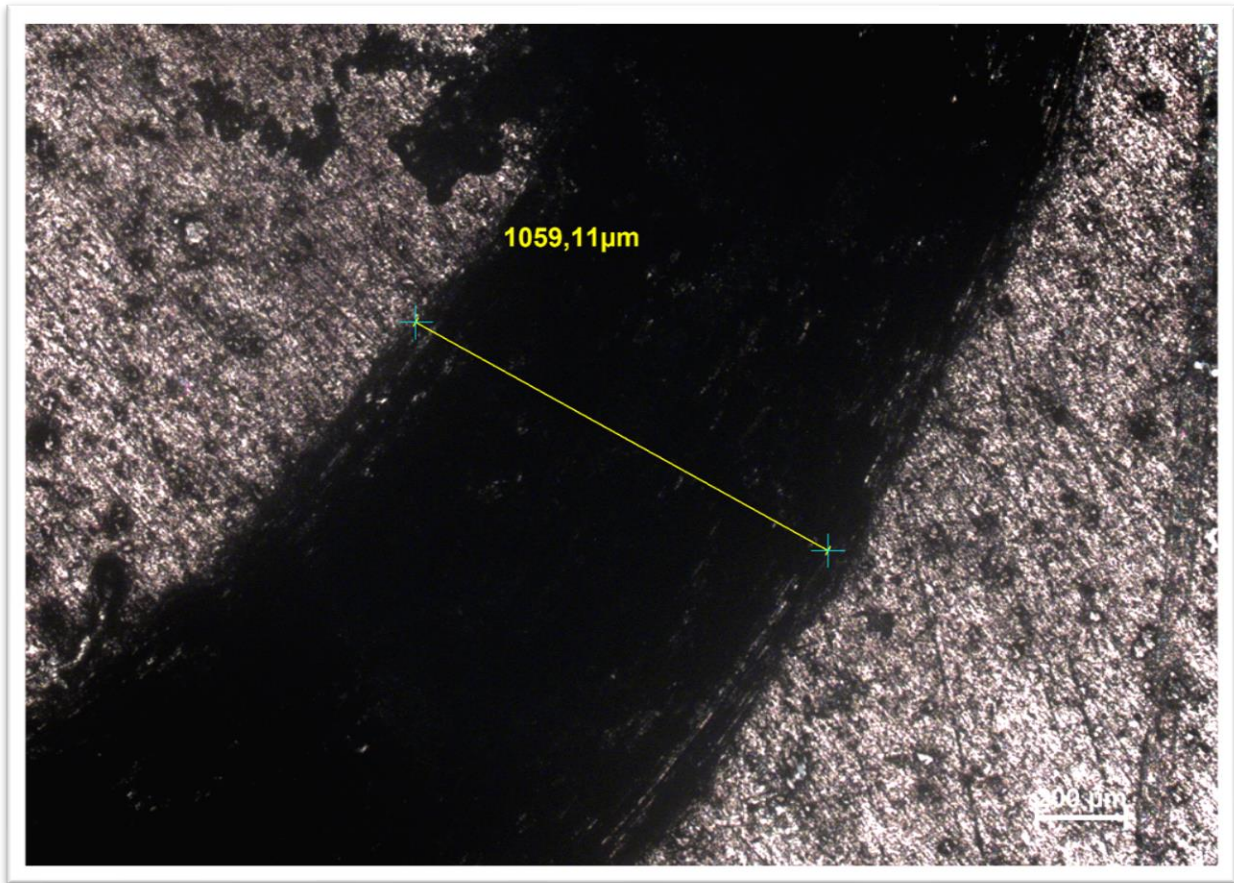


Figure 5. 29 micrographie de microscope optique de la trace d'usure du composite 5% Fe_2AlB_2

On constate une absence des tribofilms et aussi le Hill valley ce qui signifie que la bille 100Cr6 s'usure et la phase MAB joue le rôle d'un lubrifiant solide qui laisse la bille glisser sur le composite.

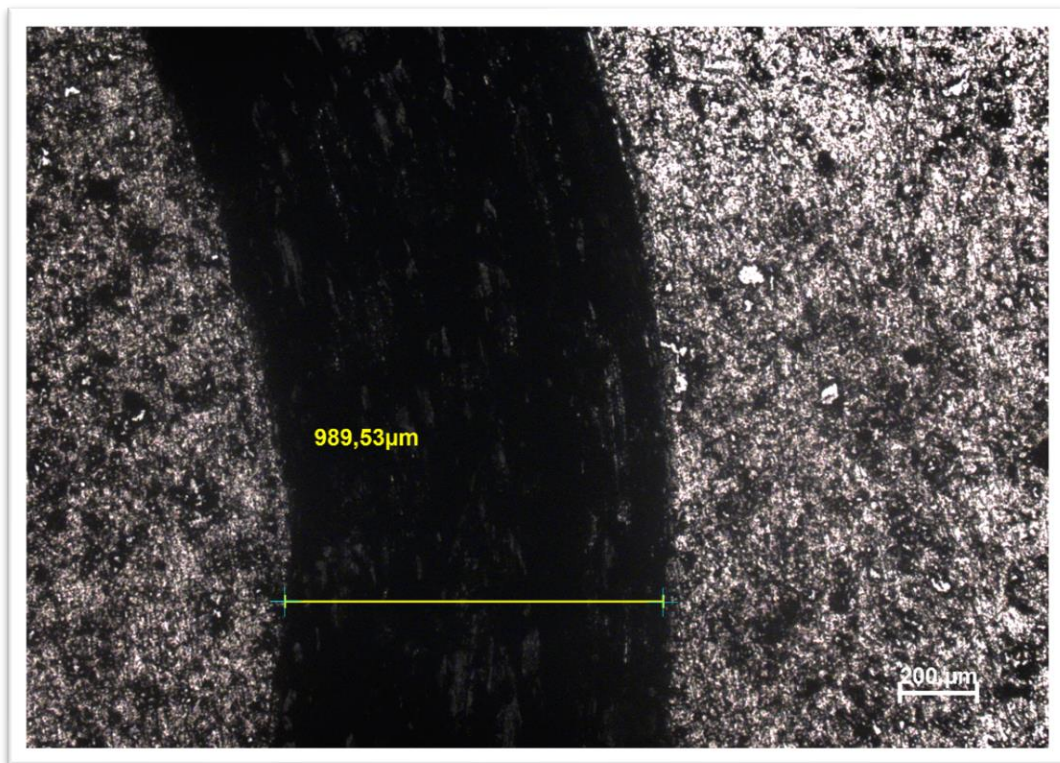


Figure 5. 30 micro graphie de microscope optique de la trace d'usure du composite 10% Fe_2AlB_2

On voit une faible tribofilms, la phase MAB joue le rôle d'un excellent lubrifiant solide par rapport à celui de 5%. La longueur de la trace d'usure diminue, on peut supposer que le Fe_2AlB_2 n'a pas laissé la bille 100Cr6 s'enfoncer dans notre matériau.

Aussi il n'y a pas de Hill valley donc on a une usure de la bille.

Le Fe_2AlB_2 avec un 10% à un bon comportement à l'usure par rapport à ceux qui précèdent et au Al pur.

On conclut que le taux d'usure diminue à chaque fois qu'on augmente le pourcentage de Fe_2AlB_2 ce qui entraîne la diminution de la trace d'usure lors de test pion sur disque.

Une profilomètre 2D qui consiste à calculer la profondeur de chaque trace d'usure des échantillons peut confirmer cette hypothèse.

Conclusion générale

Conclusion générale :

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

L'examen de diffraction de rayon X (DRX) confirme la formation de cette phase MAB Fe_2AlB_2 en phase majoritaire avec succès.

On a introduit cette phase MAB Fe_2AlB_2 dans notre matrice élémentaire d'Aluminium avec différents pourcentages.

Les images de microscope optique ont montré une bonne distribution des particules de Fe_2AlB_2 dans l'Aluminium dans les échantillons qui contiennent 5% et 10% de cette phase MAB.

Nous avons aussi établi un test tribologique pion sur disque où une bille de 100Cr6 a été utilisée avec des conditions et des paramètres que nous avons fixés :

Distance : 500m

Coefficient de friction : 2

Charge : 1N

Vitesse : 10cm/s

Dernièrement on a interprété les résultats obtenus des essais Tribologiques.

Toutefois, nous sommes conscients également que certains points ne sont pas abordés dans ce travail, nous pouvons les traiter ultérieurement et dégager quelques perspectives d'investigation pour cette étude.

Références

- [1] Jeitschko W. Die Kristallstruktur von MoAlB. Monatshefte für Chemie und verwandte Teile anderer Wissenschaften.1966;97(5):1472–1476.
- [2] Becher H, Krogmann K, Peisker E. Über das ternäre borid Mn₂AlB₂. Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie.1966;344(3–4):140–147.
- [3] Stadelmaier H, Burgess R, Davis H. Le système ternaire FeAl-B. Métall.1966;20(3):225–226.
- [4] Chaban N, Kuz'ma Y. Izvestiya Akademii Nauk SSSR. Néorg Mater.1973;9:1696.
- [5] Tan X, Chai P, Thompson CM, et al. Effet magnétocalorique dans AlFe₂B₂: vers les fluides frigorigènes magnétiques à partir d'éléments terrestres abondants. J Am Chem Soc.2013 juin ;135(25): 9553–9557.
- [6] Kota S, Zapata-Solvas E, Ly A, et al. Synthèse et caractérisation d'un borure nanolaminé formant de l'alumine : MoAlB. Sci Rep.2016 mai;6:26475.
- [7] Alameda LT, Moradifar P, Metzger ZP, et al. Désintercalation topochimique de Al à partir de MoAlB : voie de gravure par étapes, structures d'intercroissance en couches et MBène bidimensionnel. J Am Chem Soc.2018;140(28):8833–8840.
- [8] Zhang H, Dai FZ, Xiang H, et al. Phase pure et bien cristalline Cr₂AlB₂: un précurseur clé du CrB bidimensionnel. J Mater Sci Technol.2019;35(8):1593–1600
- [9] J. Lu, S. Kota, M. W. Barsoum, and L. Hultman, “Atomic structure and lattice defects in nanolaminated ternary transition metal borides,” Mater. Res. Lett., vol. 5, no. 4, pp. 235–241, 2017.
- [10] S. Kota et al., “Synthesis and Characterization of an Alumina Forming Nanolaminated Boride: MoAlB,” Sci. Rep., vol. 6, no. 1, p. 26475, 2016.
- [11] Lu J, Kota S, Barsoum MW, et al. Structure atomique et défauts de réseau dans les borures de métaux de transition ternaires nanolaminés. Mater Res Lett.juil. 2017 ;5 (4):235–241.
- [12] Ade M, Hillebrecht H. Borures ternaires Cr₂AlB₂, Cr₃AlB₄, et Cr₄AlB₆: Les premiers membres de la série (CrB₂)_nCrAl avec n = 1, 2, 3 et un concept unificateur pour les borures ternaires en tant que phases MAB. Inorg Chem. 2015 ;54(13):6122–6135.
- [13] Jung W, Petry K. Ternäre boride des Ruthemums mit Aluminium und Zink. Z Krist.1988;18:153–154.
- [14] H. Zhang, H. Xiang, F. zhi Dai, Z. Zhang, and Y. Zhou, “First demonstration of possible two-dimensional MBene CrB derived from MAB phase Cr₂AlB₂,” J. Mater. Sci. Technol., vol. 34, no. 11, pp. 2022–2026, 2018.

- [15] S. Kota, Y. Chen, J. Wang, S. J. May, M. Radovic, and M. W. Barsoum, "Synthesis and characterization of the atomic laminate Mn_2AlB_2 ," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 38, no. 16, pp. 5333–5340, 2018.
- [16] S. Okada, K. Kudou, K. Iizumi, K. Kudaka, I. Higashi, and T. Lundström, "Singlecrystal growth and properties of CrB , Cr_3B_4 , Cr_2B_3 and CrB_2 from hightemperature aluminum solutions," *J. Cryst. Growth*, vol. 166, no. 1, pp. 429–435, 1996.
- [17] M. Ade and H. Hillebrecht, "Ternary Borides Cr_2AlB_2 , Cr_3AlB_4 , and Cr_4AlB_6 : The First Members of the Series $(CrB_2)_nCrAl$ with $n = 1, 2, 3$ and a Unifying Concept for Ternary Borides as MAB-Phases," *Inorg. Chem.*, vol. 54, no. 13, pp. 6122–6135, Jul. 2015.
- [18] S. Kota, M. Sokol, and M. W. Barsoum, "A progress report on the MAB phases: atomically laminated, ternary transition metal borides," *Int. Mater. Rev.*, vol. 0, no. 0, pp. 1–30, 2019.
- [19] A. J. McAlister and J. L. Murray, "The (Al–Mn) Aluminum-Manganese system," *J. Phase Equilibria*, vol. 8, no. 5, pp. 438–447, 1987.
- [20] X. Lu, S. Li, W. Zhang, B. Yao, W. Yu, and Y. Zhou, "Crack healing behavior of a MAB phase: $MoAlB$," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 39, no. 14, pp. 4023–4028, 2019.
- [21] S. Li, G. Song, K. Kwakernaak, S. van der Zwaag, and W. G. Sloof, "Multiple crack healing of a Ti_2AlC ceramic," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 32, no. 8, pp. 1813–1820, 2012.
- [22] S. Li, H. Li, Y. Zhou, and H. Zhai, "Mechanism for abnormal thermal shock behavior of Cr_2AlC ," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 34, no. 5, pp. 1083–1088, 2014.
- [23] Thèse pour obtenir le grade de docteur de l'Université de Grenoble 7aout 2006 présenté par Audrey Guyon
- [24] Thèse pour obtenir le grade de docteur de l'Université de Poitiers présenté par Antoine Guitton.
- [25] Projet de fin d'études pour l'obtention du diplôme de master en génie mécanique présenté par Refoun Mohamed encadre par Dr Hadji Youcef 2018/2019
- [26] Les céramiques thermomécaniques, de Jean-Louis Chermant, Presses du CNRS, Paris (1989).
- [27] Propriétés et applications des céramiques thermomécaniques, de Philippe Boch, Hermès, Paris (2001).
- [28] Élaboration et propriétés des céramiques phosphocalciques obtenues par frittage ou par compaction dynamique, de Marylène Trécant.
- [29] Tian WB, Wang PL, Kan YM, Zhang GJ. Cr_2AlC powders prepared by molten salt method. *J Alloys Compd.* 2008;461(1–2):6–11.

- [30] Galvin T, Hyatt NC, Rainforth WM, Reaney IM, Shepherd D. Molten salt synthesis of MAX phases in the Ti-Al-C system. *J Eur Ceram Soc.* 2018;38(14):4585–9.
- [31] Guo X, Wang J, Yang S, Gao L, Qian B. Preparation of Ti_3SiC_2 powders by the molten salt method. *Mater Lett.* 2013;111:211–3.
- [32] Wang B, Zhou A, Hu Q, Wang L. Synthesis and oxidation resistance of V_2AlC powders by molten salt method. *Int J Appl Ceram Technol.* 2017;14(5):873–9.
- [33] Yang LX, Wang Y, Zhang HL, Liu HJ, Zeng CL. A simple method for the synthesis of nanosized Ti_3AlC_2 powder in NaCl–KCl molten salt. *Mater Res Lett.* 2019;7(9):361–7.
- [34] Dash A, Gonzalez-Julian J, Vaßen R, Guillon O. Verfahren zur Herstellung von nicht oxidischen, keramischen Pulvern. 102017006658.2, 2017.
- [35] Dash A, Sohn YJ, Vaßen R, Guillon O, Gonzalez-Julian J. Synthesis of Ti_3SiC_2 MAX phase powder by a molten salt shielded synthesis (MS3) method in air. *J Eur Ceram Soc.* 2019;39(13):3651–9.
- [36] Roy C, Banerjee P, Bhattacharyya S. Molten salt shielded synthesis (MS3) of Ti_2AlN and V_2AlC MAX phase powders in open air. *J Eur Ceram Soc.* 2020;40(3):923–9.
- [37] Abdelkader AM. Molten salts electrochemical synthesis of Cr_2AlC . *J Eur Ceram Soc.* 2016;36(1):33–42.