

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère De L'enseignement Supérieur et De la Recherche Scientifique

Université SAAD DAHLAB BLIDA

Département De Mécanique

Option :
Ingénierie Des Matériaux et Surfaces

Thème :

Microstructure, dureté et comportement à l'usure des nouveaux Microstructure,
dureté et comportement tribologique de nouveaux composites en alliage
de magnésium AZ31B renforcés par les phases MAX et phases MAB

Réalisé par :

- Bouzid Maria

Promoteur :

- Dr. A. Benamour

Promotion : 2024-2025

REMERCIEMENTS

Avant toute chose, je tiens à exprimer ma gratitude la plus sincère envers **Dieu Tout-Puissant**, source de force, de patience et de lumière dans les moments d'incertitude. Sans Sa miséricorde, rien de tout cela n'aurait été possible.

Mes remerciements les plus profonds vont à ma famille, qui a été mon pilier tout au long de ce parcours.

À mes parents, pour leur amour inconditionnel, leurs prières silencieuses, leurs sacrifices quotidiens et leur foi en moi, même dans mes moments les plus fragiles.

Merci pour chaque mot d'encouragement, chaque regard qui disait : *"Tu peux le faire."*

À mes frères et sœurs, pour leur soutien discret mais si précieux. Votre présence m'a donné la force d'aller toujours plus loin.

Je tiens également à remercier du fond du cœur mon encadrant **Dr Abdesabour Banamor**, pour sa bienveillance, ses conseils avisés, sa patience et ses remarques constructives. Merci de m'avoir guidée avec rigueur et humanité, tout en me laissant l'espace d'apprendre et de grandir.

À tous mes enseignants et enseignantes, merci pour la richesse de vos savoirs et la passion que vous transmettez. Chacun de vous a laissé une empreinte dans mon parcours.

À mes ami(e)s et camarades, merci pour les fous rires, les échanges, les révisions partagées, les silences compris et les encouragements glissés au bon moment. Merci d'avoir été là, tout simplement.

Enfin, je me remercie aussi ma sœur et **MANEL AIT EGRIN**

Pour avoir tenu, pour n'avoir jamais abandonné, même quand la fatigue et le doute semblaient plus forts.

Ce mémoire est le fruit d'un chemin semé de défis, mais aussi de découvertes et d'évolution personnelle. Il est le reflet d'un bout de vie, que je garderai en moi à jamais.

Dédicace

Je me dédie ce mémoire,
à moi, celle qui a traversé des tempêtes intérieures,
qui a douté parfois, mais qui n'a jamais abandonné.

À cette version de moi qui, malgré la fatigue, la pression, et les moments
de solitude,
a toujours trouvé en elle une étincelle pour avancer,
un peu de lumière dans l'obscurité,
et assez de courage pour croire en ses capacités.

Je dédie ce travail à chaque battement de cœur qui m'a poussée à
persévérer,
à chaque larme cachée derrière un sourire,
à chaque succès silencieux que personne n'a vu,
mais que moi seule sais avoir conquis.

À moi, pour avoir tenu bon.
À moi, pour avoir osé rêver et travailler sans relâche.
Ce mémoire est bien plus qu'un document académique.
Il est la preuve de ma résilience, de ma passion et de ma détermination.

Dédicace

À toi, **ma mère,**

Toi qui as été ma première source d'amour, de force et de lumière.

Même si la vie t'a arrachée à moi bien trop tôt,

ta présence ne m'a jamais quittée.

Dans chaque étape, chaque réussite, chaque chute et chaque relèvement,

je t'ai sentie près de moi,

dans mon cœur, dans mes pensées, dans mes prières silencieuses.

Ce mémoire, je le dédie à ta mémoire,

à ton sourire qui m'encourage encore,

à tes sacrifices dont je mesure la valeur chaque jour,

à ton amour infini qui continue de m'élever, même dans ton absence.

Tu n'as pas vu ce jour, maman,

mais tout ce que j'ai accompli porte ton empreinte.

Ta voix continue de m'apaiser, ton exemple me guide,

et ton amour me donne la force d'aller toujours plus loin.

Merci pour tout, maman.

Ce travail est pour toi,

et je te le dédie avec tout l'amour, la reconnaissance et les larmes du cœur.

Dédicace

À mon père,

cet homme solide, pilier de ma vie,
qui a su m'apprendre la valeur du travail, du courage et de l'endurance.

Papa, tu n'as peut-être pas toujours mis les mots,
mais dans chacun de tes gestes, dans ton silence rassurant,
j'ai senti un amour immense, discret mais inébranlable.

Tu as été cette force tranquille qui m'a portée,
même quand moi-même je doutais.

Merci pour ta patience, pour ta foi en moi,
pour tes sacrifices silencieux et constants,
pour tes conseils, souvent simples mais si justes,
et surtout pour m'avoir montré, par l'exemple,
que la véritable grandeur se cache dans l'humilité et la constance.

Ce mémoire, c'est aussi le tien.

Car sans toi, je ne serais pas la personne que je suis aujourd'hui.

Merci de m'avoir transmis la force d'avancer,
même quand le chemin est rude.
Je te dois bien plus que des mots.

Dédicace

À mon promoteur, **Dr ABDESSABOR BENAMOR**

À celui qui a su, par ses mots justes et son regard exigeant, éclairer mon chemin de recherche,

Merci du fond du cœur pour votre confiance, votre bienveillance et vos encouragements à chaque étape de
ce parcours

Merci pour votre patience, votre rigueur et votre humanité

Votre présence a été un véritable moteur, et votre exigence un véritable guide.

Ce mémoire porte aussi la marque de votre engagement à mes côtés. Ce

travail est aussi le fruit de votre passion et de votre transmission.

Recevez ces lignes comme un hommage sincère.

Inch'Allah, nous aurons l'occasion de nous retrouver à nouveau dans l'aventure du doctorat, pour continuer ce
chemin de recherche avec la même passion et la même exigence.

Abstract:

This work focuses on the development and characterization of new composites based on the AZ31B magnesium alloy matrix, reinforced with lamellar ceramic phases of the MAX and MAB types.

The main objective is to exploit the complementary properties of these phases to improve the microstructure, hardness, and tribological behavior of magnesium, a lightweight material limited by its poor wear resistance. MAX and MAB phases, known respectively for their mechanical strength, thermal stability, and machinability, are introduced into the matrix using suitable mechanical or thermal processing.

Microstructural analysis reveals a homogeneous distribution of the reinforcing particles and a strong interface between the phases. Hardness tests show a significant increase in indentation resistance compared to the unreinforced alloy.

From a tribological standpoint, the composites exhibit a reduced coefficient of friction and wear rate, due to the formation of a protective transfer layer and the barrier effect of ceramic particles. These results confirm the relevance of using MAX and MAB phases to reinforce lightweight alloys for advanced mechanical and tribological applications.

Résumé :

Ce travail porte sur le développement et la caractérisation de nouveaux composites à matrice en alliage de magnésium AZ31B, renforcés par des phases céramiques lamellaires de type MAX et MAB.

L'objectif principal est d'exploiter les propriétés complémentaires de ces phases pour améliorer la microstructure, la dureté et le comportement tribologique du magnésium, matériau léger mais limité par sa faible résistance à l'usure. Les phases MAX et MAB, connues respectivement pour leur résistance mécanique, leur stabilité thermique et leur bonne usinabilité, sont introduites dans la matrice par traitement mécanique ou thermique approprié.

L'étude microstructurale révèle une distribution homogène des particules renforçantes et une interface cohésive entre les phases. Les essais de dureté montrent une amélioration significative de la résistance à l'indentation par rapport à l'alliage non renforcé.

Sur le plan tribologique, les composites affichent une réduction du coefficient de frottement et du taux d'usure, grâce à la formation d'une couche de transfert protectrice et à l'effet barrière des particules céramiques. Ces résultats confirment l'intérêt de l'utilisation des phases MAX et MAB pour le renforcement des alliages légers destinés aux applications mécaniques et tribologiques avancées.

ملخص معززة :

يركز هذا العمل على تطوير وتوصيف مركبات جديدة ذات مصفوفة من سبيكة المغنيسيوم الهدف الرئيسي هو استغلال الخصائص التكميلية لهذه AZ31B بمراحل خزفية . الصلابة والسلوك الاحتكاكي للمغنيسيوم، وهو مادة خفيفة الوزن لكنها محدودة بمقاومتها المنخفضة للتآكل MAX طبقية من نوع MAX، و MAB المراحل لتحسين البنية المجهرية، تكشف الدراسة المجهرية عن . وحرارية مناسبة MAB تُعرف مراحل بمقاومتها الميكانيكية، استقرارها الحراري، وسهولة تشغيلها، ويتم إدخالها في المصفوفة عبر معالجة ميكانيكية أو من الناحية الاحتكاكية، تُظهر . تُظهر اختبارات الصلابة تحسناً ملحوظاً في مقاومة الانطباع مقارنة بالسبيكة غير المعززة. توزيع متجانس للجسيمات المعززة وواجهة متماسكة بين المراحل تؤكد لتعزيز السبائك الخفيفة الموجهة للتطبيقات الميكانيكية والاحتكاكية . المركبات انخفاضاً في معامل الاحتكاك ومعدل التآكل، وذلك بفضل تكوين طبقة انتقالية وقائية وتأثير الحاجز للجسيمات الخزفية استخدام مراحل MAX و MAB المتقدمة

INTRODUCTION GENERALE :

Dans un contexte industriel marqué par la recherche constante de matériaux à la fois performants, légers et économes en énergie, le magnésium s'impose comme une alternative de choix. Métal structurel le plus léger, il offre des propriétés mécaniques spécifiques remarquables, faisant de lui un candidat privilégié pour les secteurs de l'automobile, de l'aéronautique et de l'électronique, où la réduction du poids est un enjeu majeur. Cependant, la faible résistance à l'usure du magnésium limite son utilisation dans des applications exigeantes.

Pour pallier cette faiblesse, le développement de composites à matrice métallique, intégrant des phases céramiques telles que les phases MAX et MAB, constitue une voie prometteuse. Ces phases, reconnues pour leur excellente résistance mécanique, leur stabilité thermique et leur bonne usinabilité, permettent d'améliorer significativement la microstructure, la dureté et le comportement tribologique du magnésium. L'objectif de ce travail est donc d'élaborer et de caractériser de nouveaux composites à base d'alliage de magnésium AZ31B renforcés par des phases MAX et MAB, en mettant en œuvre des procédés de fabrication avancés et des techniques de caractérisation adaptées.

Ce mémoire présente dans un premier temps les propriétés fondamentales du magnésium et de ses alliages, ainsi que les spécificités des phases MAX et MAB. Il détaille ensuite la méthodologie expérimentale adoptée pour la préparation des composites, avant d'exposer les résultats obtenus en termes de microstructure, de dureté et de comportement tribologique. Enfin, une analyse critique des performances des matériaux élaborés est proposée, ouvrant des perspectives pour de futures applications industrielles.

Sommaires

- Remerciement
- Dédicace
- Dédicace
- Dédicace
- Résumé

Liste des tableaux	14
Liste des figures	Error! Bookmark not defined.
I.2. Le magnésium :	18
I.2.1. Histoire et généralités :	18
I.2.2. Structure cristalline :	18
I.3. Les alliages de Magnésium :	19
I-3-b) Désignations de l'état métallurgique des alliages de magnésium :	21
I.4. Les Alliages de magnésium :	23
I.4.1. Les Alliages Mg-Al-RE :	24
I.4.2. Alliages Mg-Al-Ca :	24
I.4.3. Les Alliage Mg-Al-Ca-RE :	24
I.4.4. Les Alliages Mg-Zn-Al-Ca :	25
I.4.5. Les Alliages Mg-Al-Sr :	25
I.4.6. Alliages Mg-Al-Si :	25
I.4.7. Alliages Mg-RE-Zn:	26
I.5. L'alliage AZ31 :	26
I.5.1. La Composition chimique de l'alliage de magnésium AZ31B :	26
I.5.2. L'Effets des éléments d'alliage sur le magnésium :	27
I.5.3. Les Propriétés Mécaniques :	28
I.5.4. Propriétés Thermiques :	29
I.6. Les applications des alliages de magnésium :	29
II.1 Introduction :	16
II.2. Principe de procédé FSP :	17
II.3. Paramètres du procédé FSP :	20
II.3.1. Géométrie de l'outil :	21
II.3.2. L'angle entre l'outil et la pièce :	22
II.3.3. Vitesse de rotation :	23
II.3.4. Vitesse d'avance :	24
II.3.5. Les différentes zones d'une pièce traitée par le procédé FSP :	25
III.1. Introduction :	27
III.2. Historique général :	27
III.3. Structure cristalline des Phases MAX :	28
III.3.1. Liaisons atomiques :	29
III.3.2. Propriétés caractéristiques des phases MAX :	30
III.4. Les phases MAB :	30
III.4.1. Historique et définitions :	31

III.4.2. Les structures des phases MAB :	31
III.4.3. Les Propriétés des phases MAB :	33
III.5. L'élaboration des phases MAX et MAB :	33
III.5.1. Frittage :	33
III.5.1.2. Définition de frittage :	34
III.5.1.3 Nature de Frittage :	34
III.5.1.4. Techniques de frittage :	35
a) HIP (Hot Isostatic Pressing) :	36
b) HP (Hot Pressing) :	36
c) Frittage sous charge SPS Le Spark Plasma Sintering (ou SPS) :	37
d) Méthode de sel fondu :	38
III.6. Les matériaux composites :	39
III.6.2. Classification des matériaux composites :	40
III.6.3. Types de composites à matrice métallique :	42
IV. Préparation des Phase MAX / MAB : Fe_2AlB_2 , Cr_2AlC , Cr_2AlB_2 , Ti_3SiC_2) :	43
IV.1. Introduction :	43
IV.2. Les étapes d'élaboration les phases MAX\MAB :	44
IV.2.2. Homogénéisation :	44
IV.2.3. Compactage a froide :	45
IV.2.4. L'encapsulation :	46
IV.2.5. Récupération des poudres :	47
IV.3. Préparation des échantillons par le procédé de FSP :	50
IV.3.1. Métal de base (matériaux à traiter) :	50
IV.3.2. Machine utilisée dans le procédé :	50
b) L'usinage des rainures sur la surface de la tôle :	52
IV.4. Le procédé FSP :	54
IV.4.1. Les étapes d'élaboration du procédé :	55
IV.5. Préparation des échantillons :	58
IV.5.1. Le découpage des zones traitées :	58
IV.5.2 : Le polissage mécanique des échantillons :	59
IV.6. La caractérisation des échantillons :	60
IV.6.1. La caractérisation optique :	60
IV.6.2. Caractérisations tribologiques :	61
IV.6.3. Caractérisations mécaniques :	63
1. Microstructures :	64
FSP 0 :	65
Fe_2AlB_2	66
Cr_2AlC	67
Cr_2AlB_2	68
Ti_3SiC_2	69
2. Evaluation des propriétés mécaniques :	71
Evaluation du coefficient de friction :	74
➤ Evaluation du taux d'usure :	76
Conclusion :	79

Les Références :	80
------------------------	----

Liste des tableaux

Tableau I.1 : la densité des différents Matériaux.....	17
Tableau I.2 : Système de désignation ASTM des alliages de magnésium :	20
Tableau I.3 : les désignations d'état métallurgique pour les alliages de magnésium.....	21
Tableau I.4 : la composition chimique de l'alliage de magnésium AZ31B	26
Tableau I.5 : les propriétés mécaniques de l'alliage de magnésium AZ31B.	28
Tableau I.6 : les propriétés Thermique de l'alliage de magnésium AZ31B.	29
Tableau IV.1 : les Caractéristiques des différentes poudres.....	44
Tableau IV.2 : composition chimique d'alliage de Magnésium AZ31B	50

Liste des figures

Figure I.1 : La structure cristalline de magnésium	19
Figure I.2 : Composants automobiles en magnésium : (a) noyau de volant en magnésium pour Toyota Camry pesant (b) support de siège pour les modèles Jaguar et Fiat, (c) carter de transfert arrière en AZ91D	30
Figure I.3 : Voiture NUS-FSAE utilisant un alliage de Mg dans l'assemblage de roue.[14]	30
Figure I.4 : Équipements sportifs en magnésium	32
Figure II.1 : illustration du procédé de soudage par Friction Malaxage.....	16
Figure II.2 : schéma de procédé FSP.....	17
Figure II. 3 : schéma de principe du soudage par Friction Malaxage	18
Figure II.4 : Variations de la force axiale et du couple durant les phases de soudage	18
Figure II.5: Schémas du mouvement de l'outil	20
Figure II.6 : Forme générale d'un outil.	21
Figure II.7 : Présentation des différentes géométrie possible d'outils	22
Figure II. 8 : Schématisation de l'outil cde FSP et de quelques géométries des pions et de l'épaulment.....	22
Figure II.9 : l'angle d'inclinaison de l'outil	23
Figure II.10 : Présence des macro-pores dans les cordons FSW d'un alliage de magnésium AZ31 obtenus par une vitesse de soudage de 250mm /min (e), 300 (f), 400 (g), et 600 mm/min(h), avec la même vitesse de rotation et le même effort de forgeage.	25
Figure II.10 : Microstructure des différentes zones dans un joint pendant le FSP.	26
Figure III.1 : tableau périodique indiquant les éléments M, A et X pouvant Former une phase MAX	28
Figure III.2 : répartition des malles des phase max 211-312-413.....	29
Figure III.3 : Emplacement des éléments constitutifs des phases MAB dans le tableau Périodique	31
Figure III.4 : les phases MAB a) Type MalB b) M2AlB2	33
Figure III.5: Type de frittage.....	35
Figure III.6 : Schéma explicatif de la méthode suivis par Dash et al.....	39
Figure III.7 : Schéma d'un composite.....	40
Figure IV.1 : Les différentes poudres utilisée pour élaborer les phases MAX\MAB.....	43
Figure IV.2 : balance analytique de précision ADAM	44
Figure IV.4 : Poudre homogénéisé avec des billes	45
Figure IV.3 : mortier.....	45
Figure IV.5: presse hydraulique	45
Figure IV.6 : les pastilles encapsulées.....	46
Figure IV.7 : Un four a moufle.....	47
Figure IV.8: agitateur magnétique.....	48
Figure IV.9 : étuve la marque MEMMERT.	49
Figure IV.10 : la poudre Apres séchage	49
Figure IV.11 : tôle d'alliage de Magnésium AZ31B.....	50
Figure IV.12 : a) Fraiseuse automatique vertical. b) Fraiseuse automatique horizontal	51
Figure IV.13 : l'outil FSP.....	51
Figure IV.15 : a) Fraiseuse horizontale automatique d'usinage (l'usinage de la tôle). b) la tôle après l'usinage des rainures.	53
Figure IV.16 : a) remplissage de la poudre dans les rainures. b) outil sans pion.	54
Figure IV.17 : le montage expérimental.	55
Figure IV.18 : les étapes d'élaboration. a) pénétration de l'outil. b) déplacement de l'outil selon la transversal de la tôle. c) dégagement de l'outil.	57
Figure IV.19 : les principales étapes du procédé FSP	58
Figure IV.20 : La suspension diamanté de 1/4 micromètre	59
Figure IV.21 : Polisseuse.....	60

Figure IV.22 : le microscope optique Nikon Éclipse.....	61
Figure IV.23 : Tribomètre de type Anton Paar CSM tribomètre, switzland.....	62
Figure IV.24 : la machine de microdureté automatique Vickers.....	63
Figure V.1 : Micrographies optiques des vues panoramiques des joints de malaxage pour les différents échantillons, a) FSP0, b) Fe ₂ AlB ₂ , c) Cr ₂ AlC, d) Cr ₂ AlB ₂ et d) Ti ₃ SiC ₂	64
Figure V.2 : Microstructures des différentes zones de l'alliage AZ31B (FSP0), a) Zone de malaxage (ZM), b) Zone affecté Thermomécaniquement (ZATM), c) Zone affecté thermiquement (ZAT) et d) Métal de base (MB).....	65
Figure V.3 : Microstructures des différentes zones du composite AZ31B/Fe ₂ AlB ₂ , a) ZM, b) ZATM, c) ZAT et d).....	66
Figure V.4 : Microstructures des différentes zones du composite AZ31B/Cr ₂ AlC, a) ZM, b) ZATM, c) ZAT et d) MB .	67
Figure V.5 : Microstructures des différentes zones du composite AZ31B/Cr ₂ AlB ₂ , a) ZM, b) ZATM, c) ZAT et d) MB	68
Figure V. 6 : Microstructures des différentes zones du composite AZ31B/Ti ₃ SiC ₂ , a) ZM, b) ZATM, c) ZAT et d) MB	69
Figure V.7 : Variation de la Microdureté vickers à travers le joint de malaxage pour les différents échantillons élaborés.	73
Figure V.8 : La variation du coefficient de friction durant les tests de tribologie avec différentes charges appliquées a) 1N, b) 2N, c) 5N et d) 10N.	75
Figure V.9 : Taux d'usure de l'AZ31B et de la zone malaxé (FSP'ed) des différents échantillons.	78

Chapitre I

LE MAGNESIUM ET SES ALLIAGES

I.1. Introduction :

Face à une économie mondiale sous pression, caractérisée par des ressources énergétiques rares et des prix du pétrole élevés (comme en témoigne le pic de juillet 2008),[1]l'industrie est à la recherche de matériaux innovants capables de répondre aux défis de demain. La nécessité de réduire les émissions polluantes et d'optimiser l'utilisation des ressources conduit à une réévaluation des matériaux « traditionnels ». Dans ce contexte, les oligo-éléments, notamment le magnésium, s'imposent comme une solution essentielle.

Le magnésium, le sixième élément le plus abondant dans la croûte terrestre (2,7 %) [1], est le métal structural le plus léger disponible. Sa densité, de seulement 1,74 g/cm³ , en fait une alternative intéressante à l'acier et même à l'aluminium, offrant des économies de poids significatives (**voir tableau 1.1**). Cette légèreté, combinée à ses excellentes propriétés mécaniques spécifiques, positionne le magnésium comme un matériau stratégique pour les applications où la réduction de poids est critique.

Bien que le magnésium soit abondant dans la nature, en particulier dans des minéraux tels que la magnésite, la dolomite, la carnallite et l'eau de mer, il reste sous-utilisé dans les applications d'ingénierie. L'ère de la transition énergétique et de la mobilité durable nécessite une exploration approfondie de ses possibilités. Avec sa légèreté et ses performances, le magnésium est en passe de devenir un acteur majeur dans la conception des matériaux de demain. [2]

Tableau I.1 : la densité des différents Matériaux

Matériaux	Masse volumique (g/cm ³)
Acier (fonte)	7,2
Titane	4,51
Aluminium	2,71
Magnésium	1,74
Plastique structural	1.0-1.7

I.2. Le magnésium :

I.2.1. Histoire et généralités :

Le magnésium est un métal léger et argenté, appartenant à la famille des métaux alcalino-terreux, dont le symbole est Mg. IL doit son nom à la région grecque de Magnesia, réputée depuis l'Antiquité pour ses minéraux riches en magnésium, comme la magnésite. Déjà reconnu comme élément chimique par Joseph Black en 1755, il fut isolé sous forme métallique en 1808 par Sir Humphry Davy grâce à l'électrolyse. L'élément se distingue par sa faible densité et sa réactivité : en poudre ou en copeaux, il brûle avec une flamme blanche intense, tandis qu'en conditions normales, une couche protectrice d'oxyde se forme à sa surface. Au-delà de ses propriétés physiques remarquables, le magnésium joue un rôle essentiel dans la nature et chez l'homme. Il se trouve au centre de la molécule de chlorophylle, indispensable à la photosynthèse des plantes, et intervient dans plus de 300 réactions enzymatiques dans l'organisme, favorisant notamment la production d'énergie et la régulation cellulaire. Par ailleurs, son aptitude à former des alliages légers en fait un matériau recherché dans l'industrie aéronautique et automobile, où la réduction du poids est cruciale. Ainsi, le magnésium occupe une place à la fois historique et contemporaine, tant dans la compréhension fondamentale des processus biologiques que dans les applications technologiques et industrielles. [1]

I.2.2. Structure cristalline :

Le magnésium (symbole Mg, numéro atomique 12) est un métal alcalino-terreux appartenant au groupe 2 et à la 3^e période du tableau périodique. Il possède une configuration électronique [Ne] 3s² et se trouve généralement sous forme solide paramagnétique à température ambiante. Son système cristallin est hexagonal compact, avec une masse volumique de 1,738 g/cm³[3] et une dureté de 2,5 sur l'échelle de Mohs. Le magnésium a une couleur blanc-gris métallique, fond à 650 °C et bout à 1 090 °. Il présente une bonne conductivité électrique ($22,6 \times 10^6$ S/m) et thermique (156 W/m·K). Son état d'oxydation courant est +2, et son rayon atomique est d'environ 150 pm. Il possède trois isotopes stables, principalement le ²⁴Mg. Le magnésium est faiblement électronegatif (1,31 selon Pauling) et forme un oxyde basique fort. Ces propriétés en font un élément essentiel dans l'industrie et en chimie, particulièrement apprécié pour sa légèreté et sa réactivité.[1]

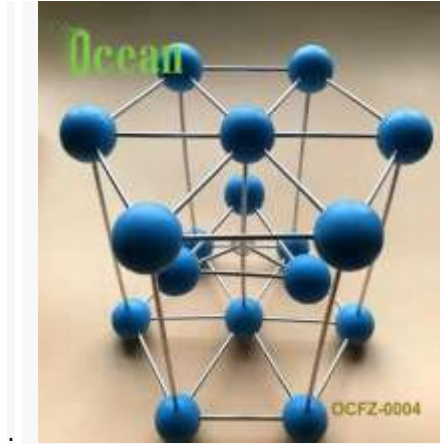


Figure I.1 : La structure cristalline de magnésium

I.3. Les alliages de Magnésium :

I.3.a). Désignations :

Les désignations des alliages sont codifiées par des lettres d'abréviation pour les éléments d'alliage couramment utilisés, conformément aux normes de l'American Society for Testing and Materials (ASTM B275). Chaque alliage est identifié par des lettres indiquant les principaux éléments d'alliage, suivies de chiffres représentant les pourcentages de ces éléments. [1]

La désignation d'un alliage de magnésium typique est composée de trois parties. Premièrement, les initiales des deux principaux éléments d'alliage forment deux lettres d'abréviation (voir Tableau 3.1), représentant les deux principaux éléments d'alliage classés par ordre décroissant de pourcentage. Si les pourcentages des éléments d'alliage sont égaux, les lettres sont classées par

Chapitre I : LE MAGNESIUM ET SES ALLIAGES

ordre alphabétique. Deuxièmement, les quantités (en pourcentage massique) des deux principaux éléments d'alliage sont indiquées. Elles consistent en deux nombres entiers, correspondant aux deux lettres d'abréviation. Troisièmement, une lettre de l'alphabet distingue les différents alliages ayant les mêmes pourcentages des deux principaux éléments d'alliage. Cette lettre est attribuée dans l'ordre où les compositions deviennent standard à savoir :

- A : Premières compositions enregistrées auprès de l'ASTM
- B : Deuxièmes compositions enregistrées auprès de l'ASTM
- C : Troisièmes compositions enregistrées auprès de l'ASTM
- D : Haute pureté, enregistrée auprès de l'ASTM
- E : Haute résistance à la corrosion, enregistrée auprès de l'ASTM
- X : Alliage expérimental, non enregistré auprès de l'ASTM

Par exemple, considérons l'alliage de magnésium AZ91C :

- AZ : Indique que l'aluminium et le zinc sont les deux principaux éléments d'alliage.
- 91 : Indique les pourcentages d'aluminium et de zinc (9 et 1, respectivement), qui sont arrondis à des nombres entiers.
- C : Indique la troisième composition spécifique enregistrée ayant cette composition nominale.

Tableau I.2 : Système de désignation ASTM des alliages de magnésium :

Élément d'alliage	Lettre d'abréviation
Aluminium	A
Bismuth	B
Cuivre	C
Cadmium	D
Métaux des terres rares	E
Fer	F

Chapitre I : LE MAGNESIUM ET SES ALLIAGES

Thorium	H
Zirconium	K
Lithium	L
Manganèse	M
Nickel	N
Plomb	P
Argent	Q
Chrome	R
Silicium	S
Étain	T
Yttrium	W
Antimoine	Y
Zinc	Z

I-3-b) Désignations de l'état métallurgique des alliages de magnésium :

Les alliages de magnésium, outre leur désignation par les éléments d'alliage et leur pourcentage, sont également caractérisés par leur état métallurgique, défini par des désignations de traitement thermique et de fabrication. Ces désignations, conformes à la norme ASTM B296-03 [17], sont ajoutées à la désignation de l'alliage par un tiret, comme dans l'exemple AZ91C-T4. [1]

Tableau I.3 : les désignations d'état métallurgique pour les alliages de magnésium

Désignation générale	Description
F (À l'état de fabrication)	Produit tel qu'il sort de la fabrication, sans traitement thermique spécifique

O (Recuit, recristallisé)	Produit recuit et recristallisé (uniquement pour les produits corroyés)
H (Écroui)	Produit ayant subi un écrouissage pour augmenter sa dureté
T (Traité thermiquement)	Produit ayant subi un traitement thermique pour obtenir un état stable autre que F, O ou H
W (Mis en solution)	Produit mis en solution (état instable).

Divisions générales :

- F (As fabricated) : À l'état de fabrication.
- O (Annealed, recrystallized) : Recuit, recristallisé (produits corroyés uniquement).
- H (Strain hardened) : Écroui.
- T (Thermally treated) : Traité thermiquement pour obtenir des états stables autres que F, O ou H.
- W (Solution heat treated) : Mis en solution (état instable).

Subdivisions de "H" (Écroui) :

- H1, suivi d'un ou plusieurs chiffres : Uniquement écroui.
- H2, suivi d'un ou plusieurs chiffres : Écroui puis partiellement recuit.
- H3, suivi d'un ou plusieurs chiffres : Écroui puis stabilisé.

Subdivisions de "T" (Traité thermiquement) :

- T1 : Refroidi après un processus de mise en forme à température élevée et vieilli naturellement.
- T2 : Recuit (produits moulés uniquement).
- T3 : Mis en solution et écroui à froid.

- T4 : Mis en solution et vieilli naturellement jusqu'à un état sensiblement stable.
- T5 : Refroidi après un processus de mise en forme à température élevée et vieilli artificiellement.
- T6 : Mis en solution et vieilli artificiellement.
- T7 : Mis en solution et stabilisé.
- T8 : Mis en solution, écroui à froid et vieilli artificiellement.
- T9 : Mis en solution, vieilli artificiellement et écroui à froid.
- T10 : Refroidi après un processus de mise en forme à température élevée, vieilli artificiellement et écroui à froid.

Ces désignations permettent de préciser l'état métallurgique des alliages de magnésium, influençant leurs propriétés mécaniques et leur comportement en service.[1]

I.4. Les Alliages de magnésium :

Les alliages de magnésium, appréciés pour leur légèreté, sont utilisés dans l'automobile pour divers composants (tableaux de bord, etc.). Les alliages courants (Mg-Al-Mn, Mg-Al-Zn) offrent de bonnes propriétés mais manquent de résistance au fluage à haute température (supérieure à 125°C).

Pour les systèmes de transmission (pistons, blocs moteurs, carters), exposés à des températures élevées (jusqu'à 300°C) et à des charges cycliques, des alliages de magnésium plus résistants au fluage sont nécessaires. La fonte et l'aluminium (A380), actuellement utilisés, pourraient être remplacés par de nouveaux alliages de magnésium.[1]

Des recherches récentes ont développé sept catégories d'alliages de magnésium résistants au fluage :

- Mg-Al-RE (terres rares)
- Mg-Al-Ca
- Mg-Al-Ca-RE
- Mg-Zn-Al-Ca
- Mg-Al-Sr
- Mg-Al-Si

- Mg-RE-Zn

I.4.1. Les Alliages Mg-Al-RE :

Les alliages Mg-Al-RE, enrichis en terres rares (RE) ou mischmétal (plus économique), sont conçus pour améliorer la résistance au fluage, comme illustré par la série AE (AE41, AE42, AE21). Leur performance est due à la suppression de la phase β -(Mg₁₇Al₁₂), préjudiciable au fluage, et à la présence de composés Al-RE (Al₁₁RE₃, Al₂RE). À 175°C, la décomposition de Al₁₁RE₃ en Al₂RE et la formation de Mg₁₇Al₁₂ réduisent la résistance au fluage. Bien que l'AE42 surpasse l'AZ91 à haute température [5], il reste moins performant que l'alliage Al A380. En bref Les alliages Mg-Al-RE offrent une meilleure résistance au fluage que les alliages standards, mais restent moins performants que certains alliages d'aluminium.[1]

I.4.2. Alliages Mg-Al-Ca :

Le calcium (Ca), moins cher que les terres rares, améliore la résistance au fluage des alliages Mg-Al. La formation de composés Al₂Ca et Mg₂Ca (rapport Ca/Al > 0,8) augmente la dureté. Les alliages AX (Mg-Al-Ca) avec 2-6% Al et 0,6-1,0% Ca ont une résistance au fluage comparable à l'AE42 à 150°C. Le calcium, à environ 1%, peut causer des défauts de fonderie, mais au-delà de 2%, ces problèmes diminuent. L'ajout de strontium (Sr) améliore la résistance au fluage. Les alliages AX et AXJ (Mg-Al-Ca-Sr) ont une meilleure résistance mécanique et au fluage que l'AM50 et l'AE42. En bref Le calcium offre une alternative économique pour améliorer la résistance au fluage des alliages Mg-Al, avec des performances supérieures à d'autres alliages, mais nécessite une gestion précise des niveaux de calcium pour éviter les défauts de fonderie [1]

I.4.3. Les Alliage Mg-Al-Ca-RE :

L'alliage MRI 153, un alliage breveté Mg-Al-Ca-RE développé par Dead Sea Magnésium et Volkswagen AG, présente des propriétés mécaniques et une résistance à la corrosion supérieures à l'alliage AE42. Cependant, il montre une moindre performance en termes d'allongement à la traction et de résistance aux chocs. Les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion de l'alliage MRI 153 sont comparables à celles de l'alliage AZ91D. En bref L'alliage MRI 153 offre une amélioration des propriétés mécaniques et de la résistance à la corrosion par rapport à l'AE42,

tout en étant similaire à l'AZ91D, mais avec des compromis en termes d'allongement et de résistance aux chocs.[1]

I.4.4. Les Alliages Mg-Zn-Al-Ca :

L'ajout de zinc (8%) aux alliages AX a été introduit pour réduire les défauts de fonderie et améliorer la coulabilité. Les alliages ZAX (Mg-Zn-Al-Ca) présentent une limite d'élasticité, une résistance à la traction ultime et un allongement à la traction comparables, voire supérieurs, à ceux de l'AZ91D, à température ambiante et à 150°C. Les alliages ZAX montrent une meilleure résistance au fluage (extension totale de fluage plus faible) que l'AZ91D. En comparaison avec l'AE42, les ZAX8506 et ZAX8512 présentent des valeurs d'extension totale de fluage inférieures. En bref, L'ajout de zinc améliore la coulabilité des alliages Mg-Al-Ca. Les alliages ZAX offrent des performances mécaniques et une résistance au fluage supérieures à l'AZ91D et à l'AE42[1]

I.4.5. Les Alliages Mg-Al-Sr :

Les alliages Mg-Al-Sr ont été développés pour remplacer les terres rares (RE) dans les alliages de magnésium. Les alliages AJ51x (Mg-5Al-1.2Sr) et AJ52x (Mg-5Al-1.8Sr) montrent des propriétés de traction améliorées à 150°C et 175°C par rapport à l'AE42. Ils présentent également une meilleure résistance à la corrosion et au fluage que l'AE42. Le rapport Sr/Al influence la microstructure. Pour $Sr/Al < 0.3$, seule la phase intermétallique Al_4Sr est présente. Pour des rapports plus élevés, une phase ternaire Mg-Al-Sr apparaît. L'absence de $Mg_{17}Al_{12}$ et la présence d' Al_4Sr contribuent à leur résistance au fluage supérieure. En bref, Les alliages Mg-Al-Sr offrent une alternative efficace aux terres rares avec une résistance améliorée à la traction, à la corrosion et au fluage [1]

I.4.6. Alliages Mg-Al-Si :

L'ajout de silicium (Si) forme le composé intermétallique Mg_2Si , qui améliore les propriétés grâce à son point de fusion élevé, sa dureté, sa faible densité et son faible coefficient de dilatation thermique. L'alliage AS41 (Mg-4Al-1Si) présente une meilleure résistance au fluage que l'AZ91D, mais reste inférieure à l'alliage d'aluminium A380. L'alliage AS21 (Mg-2Al-1Si) a une résistance à la corrosion inférieure à l'AS41 et à l'AZ91D, due à sa faible teneur en aluminium. Les alliages

Mg-Al-Si, renforcés par Mg_2Si , améliorent également la résistance au fluage, mais leur résistance à la corrosion dépend de la teneur en aluminium[1]

I.4.7. Alliages Mg-RE-Zn:

Magnésium Elektron Ltd (MEL) a développé un alliage de magnésium sans aluminium, le MEZ (Mg-2.5RE-0.35Zn-0.3Mn). Des études ont montré que l'alliage MEZ présente une limite d'élasticité et un allongement à la traction inférieure à ceux de l'alliage AE42. Cependant, l'alliage MEZ offre une résistance au fluage nettement supérieure à celle de l'alliage AE42, attribuée à une stabilité microstructurale améliorée aux joints de grains. En bref : L'alliage MEZ (Mg-RE-Zn) sacrifie les propriétés mécaniques (limite d'élasticité, allongement) pour une résistance au fluage améliorée par rapport à l'AE42, grâce à sa microstructure stable. [1]

I.5. L'alliage AZ31 :

L'alliage de magnésium AZ31, contenant environ 3% d'aluminium et 1% de zinc, est utilisé pour les pièces forgées, les barres extrudées, les profilés structuraux, les tôles et les plaques. L'alliage de magnésium AZ31B est disponible sous différentes formes telles que plaque, feuille et barre. C'est une alternative aux alliages d'aluminium car il a un rapport résistance/poids élevé. Il est largement disponible par rapport aux autres grades de magnésium. La fiche technique suivante donne un aperçu de l'alliage de magnésium AZ31B.[1]

I.5.1. La Composition chimique de l'alliage de magnésium AZ31B :

Tableau I.4 : la composition chimique de l'alliage de magnésium AZ31B

Élément	Teneur(%)
Magnésium (Mg)	97
Aluminium (Al)	2.50 - 3.50
Zinc (Zn)	0.60 - 1.40
Manganèse (Mn)	0.20

Silicium (Si)	0.10
Cuivre (Cu)	0.050
Calcium (Ca)	0.040
Fer (Fe)	0.0050
Nickel (Ni)	0.0050

I.5.2. L'Effets des éléments d'alliage sur le magnésium :

Les éléments d'alliage modifient considérablement les propriétés du magnésium, influençant la résistance, la corrosion, la ductilité et la coulabilité. Une sélection appropriée est cruciale pour obtenir les performances souhaitées [1] :

- **Aluminium (Al)** : Améliore la dureté, la résistance et la coulabilité. Au-delà de 6% en poids, l'alliage peut être traité thermiquement.
- **Béryllium (Be)** : En petites quantités (<30 ppm), réduit l'oxydation en fusion lors du coulage, de la fusion et du soudage. Peut entraîner un grossissement des grains.
- **Calcium (Ca)** : Affine les grains, améliore la résistance au fluage, la résistance à la corrosion et les propriétés thermiques et mécaniques. Réduit l'oxydation en fusion et lors du traitement thermique. Améliore la coulabilité des tôles, mais au-delà de 0,3% en poids, augmente le risque de fissures lors du soudage.
- **Cérium (Ce)** : Améliore significativement l'allongement (0,2% Ce). Modifie la texture des barres. Extrudées, favorisant la déformation plastique. Réduit la limite d'élasticité et augmente la vitesse d'écrouissage
- **Cuivre (Cu)** : Faible solubilité solide. Augmente la résistance à température ambiante et élevée, mais réduit la ductilité et la résistance à la corrosion.
- **Fer (Fe)** : Nuisible, même en petites quantités, réduit la résistance à la corrosion. La limite supérieure est de 0,005%.
- **Lithium (Li)** : Solubilité solide élevée. Réduit la densité, la résistance et augmente la ductilité.

- **Manganèse (Mn)** : Améliore la résistance à la corrosion en eau salée des alliages Mg-Al et Mg-Al-Zn. Faible solubilité, généralement utilisé avec d'autres éléments comme l'aluminium.
- **Molybdène (Mo)** : N'interagit pas avec le magnésium. Augmente la dureté, le module d'élasticité et la ductilité, mais réduit légèrement la résistance.
- **Nickel (Ni)** : Faible solubilité solide. Forme des intermétalliques Mg₂Ni. Augmente la résistance à température ambiante, mais réduit la ductilité et la résistance à la corrosion, même en petites quantités.

I.5.3. Les Propriétés Mécaniques :

Tableau I.5 : les propriétés mécaniques de l'alliage de magnésium AZ31B.

Propriétés	Métrique (Unité)
Résistance à la traction	260 MPa
Limite d'élasticité (allongement 0.200%)	200 MPa
Limite d'élasticité en compression (à 0.2% de décalage	97 MPa
Résistance de palier ultime	385 MPa
Limite d'élasticité de palier	230 MPa
Résistance au cisaillement	130 MPa
Module de cisaillement	17 GPa
Module d'élasticité	44.8GPa

I.5.4. Propriétés Thermiques :

Tableau I.6 : les propriétés Thermique de l'alliage de magnésium AZ31B.

Propriétés	Métrique (Unité)
Coefficient de dilatation thermique (0-100°C / 32-212°F)	26 $\mu\text{m/m}^\circ\text{C}$
Conductivité thermique	96 W/Mk

I.6. Les applications des alliages de magnésium :

- **Applications du magnésium dans l'industrie automobile :** L'utilisation du magnésium dans l'automobile remonte aux années 1920 avec les voitures de course, mais c'est dans les années 1930, avec la Volkswagen Beetle, que son application commerciale s'est développée. Aujourd'hui, les pressions environnementales et les réglementations favorisent l'utilisation du magnésium pour alléger les véhicules et améliorer leur efficacité énergétique. De nombreux constructeurs automobiles de renom, tels qu'Audi, Volkswagen, Mercedes-Benz, Toyota, Ford, B5MW, Jaguar, Fiat, Hyundai et Kia, intègrent des pièces en magnésium dans leurs véhicules.[1]

Exemples d'applications :

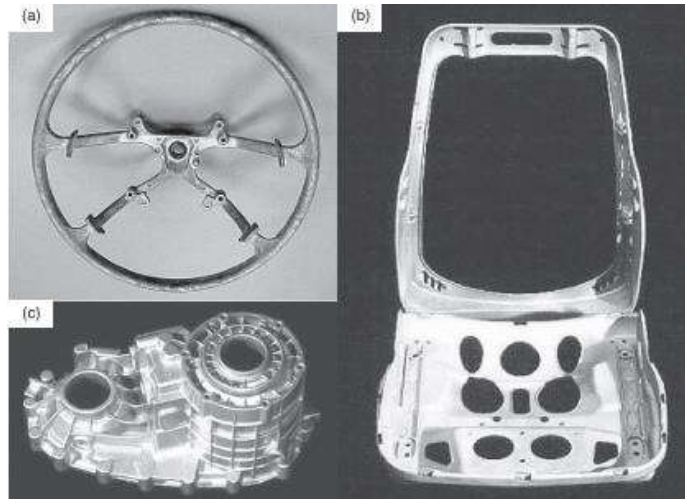


Figure I.2 : Composants automobiles en magnésium : (a) noyau de volant en magnésium pour Toyota Camry pesant (b) support de siège pour les modèles Jaguar et Fiat, (c) carter de transfert arrière en AZ91D



Figure I.3 : Voiture NUS-FSAE utilisant un alliage de Mg dans l'assemblage de roue.[14]

Figure I-3 : Voiture NUS-FSAE utilisant un alliage de Mg dans l'assemblage de roue.[14]

- **Applications aérospatiales du magnésium :**

Dans l'industrie aérospatiale, la réduction du poids est un objectif crucial en raison de la nécessité de diminuer les émissions et d'améliorer l'efficacité énergétique. L'allègement des aéronefs permet

Chapitre I : LE MAGNESIUM ET SES ALLIAGES

des économies de carburant, réduisant ainsi les coûts opérationnels.[1]

Bien que d'autres matériaux comme l'aluminium, les stratifiés fibre-métal et les plastiques structuraux à faible densité aient été explorés, ils présentent des limitations. L'aluminium a atteint ses limites en termes de développement, les stratifiés fibre-métal sont coûteux et les plastiques ont une faible résistance aux chocs et aux températures extrêmes.

Le magnésium s'impose donc comme une alternative intéressante en raison de sa légèreté et de ses propriétés spécifiques.

- **Magnésium en médecine :**

Le magnésium a suscité un intérêt croissant en tant que biomatériau pour les implants orthopédiques en raison de ses propriétés uniques. Bien qu'il ait été envisagé dès la première moitié du 20e siècle, sa faible résistance à la corrosion a initialement limité son utilisation, car la dégradation rapide du magnésium dans le corps humain entraîne une libération excessive d'hydrogène, ce qui peut provoquer des complications.[1]

- **Applications sportives du magnésium :**

Dans l'industrie du sport, les équipements doivent répondre aux attentes croissantes des sportifs. Les alliages et composites de magnésium, grâce à leur excellent rapport résistance/poids et leur aptitude à former des formes complexes, sont utilisés dans divers équipements. [1]



Figure I.4 : Équipements sportifs en magnésium

- **Applications électroniques du magnésium :**

L'industrie électronique recherche des appareils personnels et portables, nécessitant des composants légers et durables. Le magnésium répond à ces exigences, offrant une légèreté comparable au plastique, mais avec une résistance, une dissipation thermique et un blindage électromagnétique/radiofréquence supérieurs. [1]

Chapitre II :

Le Traitement par friction malaxage (FSP) Composite Métal-
Céramique

II.1 Introduction :

Le traitement par friction-malaxage (FSP) est une technique de surface relativement récente. La technologie qui peut être appliquée à de nombreux métaux, y compris l'aluminium, le magnésium, le fer, Cuivre, titane et alliages à base de nickel . Lorsqu'il est appliqué aux métaux coulés, FSP peut éliminer les défauts de coulée tels que la porosité, et améliorer les propriétés mécaniques de leurs surfaces. FSP est une adaptation de Friction Stir Welding (FSW), un assemblage à l'état solide procédé inventé par Wayne Thomas au Welding Institute UK (TWI) en 1991 . FSP, ainsi que FSW, ne fait pas fondre le métal qui est traité, et c'est un processus à l'état solide.

FSP utilise un outil cylindrique non-consommable avec une broche concentrique à une extrémité.

L'outil est tourné et pressé dans une surface matérielle et une combinaison de frottement et adiabatique le chauffage adoucit le matériau, tout en l'exposant simultanément à une action d'agitation, entraînant un mélange homogène et des structures de grains affinées. Le volume du matériau traité de cette manière a des propriétés améliorées, telles qu'une résistance accrue, ductilité et résistance à la corrosion. , FSP est actuellement à l'étude pour de nombreuses applications spécifiques d'ingénierie de surface.

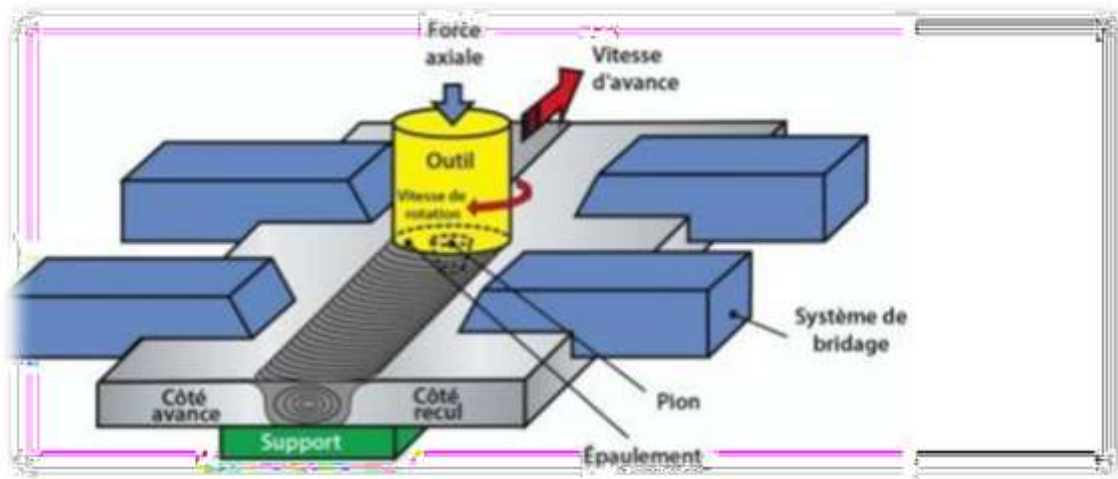


Figure II.1 : illustration du procédé de soudage par Friction Malaxage

II.2. Principe de procédé FSP :

Pour le traitement d'une tôle par friction, un outil cylindrique spécialement conçu qui est utilisé lors de la rotation est plongée dans la zone sélectionnée. L'outil est constitué d'un pion de petit diamètre avec un plus grand diamètre concentrique appelé l'épaulement. Lorsque l'outil est plongé dans la tôle, la friction entre la tôle et l'épaulement chauffe rapidement et adoucit le métal malaxé, permettant au mouvement transversal de l'outil à travers le matériau. La longueur du pion permet de contrôler la profondeur de pénétration qu'on veut traiter. Le schéma du FSP est illustré à la Figure II.2.

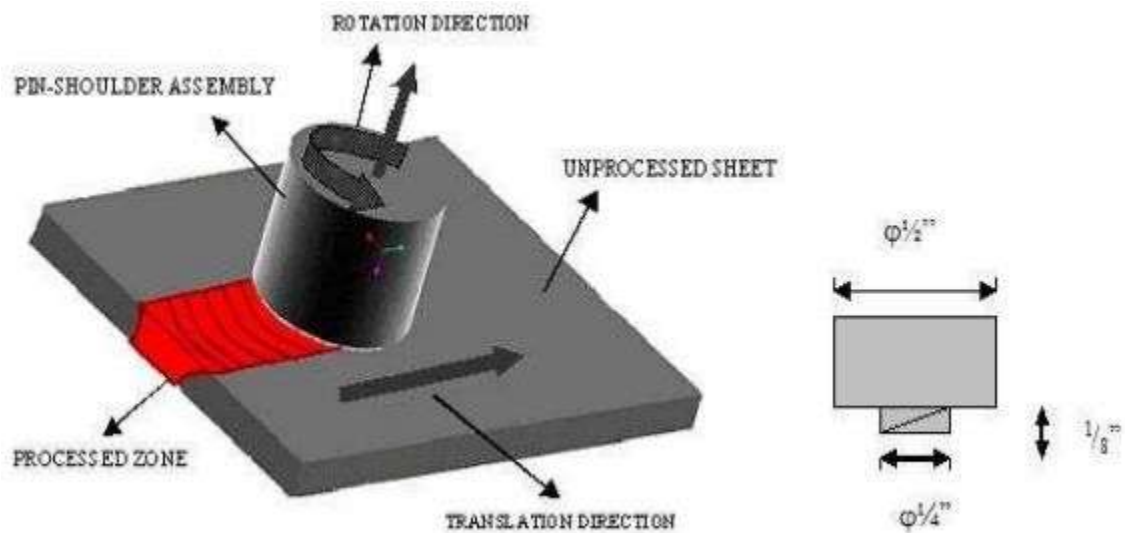


Figure II.2 : schéma de procédé FSP

Pendant le FSP, la zone à traiter et l'outil sont déplacés l'un par rapport à l'autre que l'outil traverse, avec des passes qui se chevauchent, jusqu'à ce que toute la zone sélectionnée soit traitée, la taille de grain désirée lors de ce procédé est fine. La zone traitée se refroidit après passage de l'outil, ce qui génère une microstructure équiaxiale à grains fins, recristallisée dynamiquement. L'opération de soudage par friction-malaxage se divise en 4 phases distinctes, illustrées dans la **Figure II.3**.

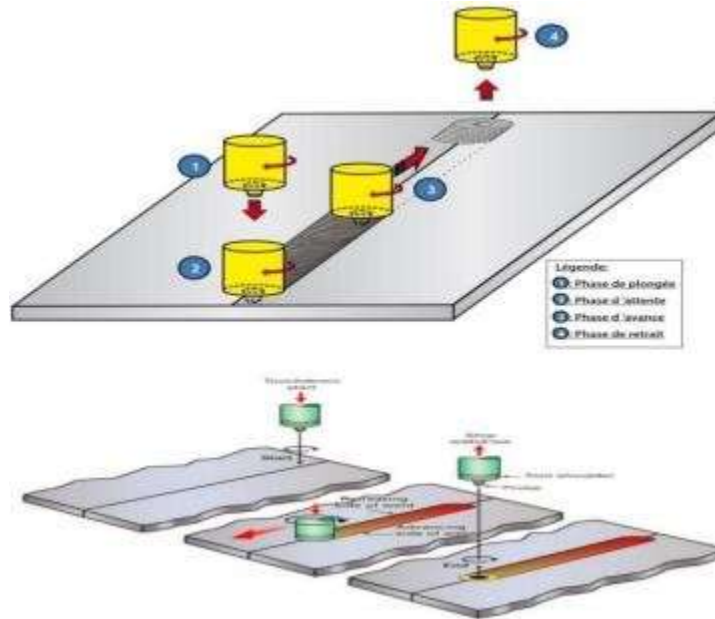


Figure II. 3 : schéma de principe du soudage par Friction Malaxage

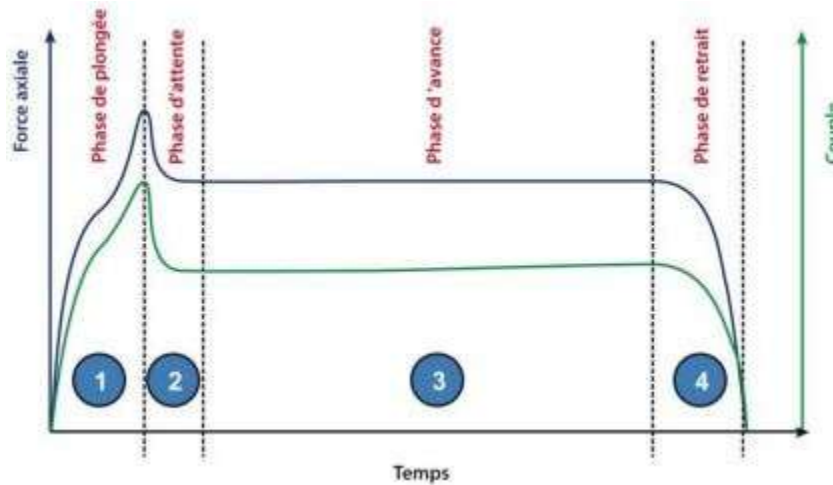


Figure II.4 : Variations de la force axiale et du couple durant les phases de soudage

Figure II.4 montre les variations de la force axiale et du couple appliqué sur l'outil au cours de ces phases en fonction de temps. Les valeurs précises de la force et du couple dépendent de la géométrie de l'outil, de celle du joint à souder, des alliages et des paramètres de soudage

La phase de plongée (Plunge phase) ;

A. La phase de stabilisation (Dwell phase) ;

B. La phase d'avance (Welding phase);

C. La phase de retrait (Retracting phase).

Lors de la plongée (A), l'outil est préalablement mis en rotation. L'outil est ensuite abaissé au niveau des composants à souder et lentement introduit dans la matière. La rotation de l'outil permet de générer la chaleur nécessaire au ramollissement du matériau facilitant ainsi son insertion. L'outil est abaissé jusqu'à ce que son épaulement soit lui aussi en contact avec la face supérieure des plaques. Une force verticale vers le bas, appelée force axiale, est appliquée afin d'aider à contenir le matériau et d'augmenter l'énergie de friction produite par l'épaulement. À la phase de stabilisation (B), l'outil est maintenu en position quelques secondes permettant ainsi de chauffer et de ramollir la matière qui l'entourent. Lorsque la matière entourant l'outil est suffisamment échauffée, l'outil peut entreprendre la phase d'avance (C). Un mouvement constant de translation le long du joint est imposé à l'outil forçant la matière plastifiée à se déplacer autour de l'outil puis poussé à l'arrière de l'outil formant ainsi le joint soudé. Figure 2-2 illustre cette étape du processus. Une fois la soudure complétée, l'avance est arrêtée et l'outil est retiré de la matière (D). Le retrait de l'outil laisse normalement un trou à sa position de retrait. L'ajout d'appendices au bout de la soudure est une méthode souvent employée pour effectuer le retrait de l'outil à l'extérieure des composants soudés pour éliminer la présence du trou de sortie à un endroit critique .

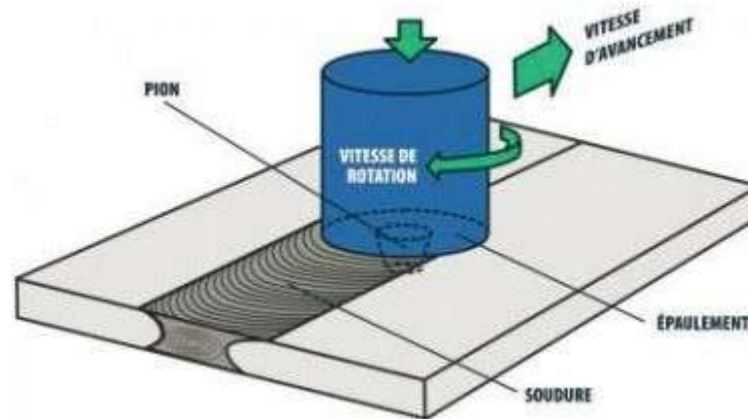


Figure II.5: Schémas du mouvement de l'outil

Une distinction est généralement faite entre le côté avançant (Advancing Side ou AS en anglais) et le côté reculant (Retreating Side ou RS en anglais) en raison de la différence de mouvement relatif entre l'outil et la pièce soudée de chaque côté du joint (Mishra & Ma, 2005). Le côté avançant (AS) est le côté où le mouvement de rotation de l'outil est dans la même direction que l'avance de soudage (côté gauche sur la Figure 2-1 et Figure 2-2). La matière y est donc poussée à l'avant de l'outil. Le côté reculant (RS) est le côté où le mouvement de rotation de l'outil est dans le sens contraire à la direction de soudage. La matière y est donc tirée vers l'arrière de l'outil. 34 Lors du soudage, la matière est donc d'abord poussée devant l'outil par le côté avançant, puis tirée de l'autre côté de l'outil par le côté reculant et finalement forcée derrière l'outil de façon similaire au procédé d'extrusion (R. Fonda et al., 2013). Le soudage FSW est d'ailleurs souvent comparé au procédé d'extrusion en raison de leurs similarités physiques et métallurgiques.

II.3. Paramètres du procédé FSP :

Le traitement d'agitation par friction malaxage (FSP) utilise les mêmes principes et paramètres de procédé FSW (soudage par friction-malaxage) . Plusieurs paramètres influencent le mouvement de la matière et les caractéristiques microstructurales et mécaniques de la zone traitée. Les paramètres les plus déterminants sont les vitesses de rotation et d'avance de l'outil. Mais aussi l'outil lui même, sa géométrie, le matériau dont il est conçu et sa dureté. On note également d'autres paramètres comme la force appliquée sur l'outil, l'angle d'inclinaison de l'outil ou encore la profondeur de plongée de l'outil dans le matériau à traiter.

II.3.1. Géométrie de l'outil :

L'outil assure deux fonctions principales. Tout d'abord, il produit un frottement contre la pièce provoquant ainsi une concentration de la chaleur qui va ramollir le matériau, et il permet le mouvement de la matière du côté avançant de la zone traitée vers le côté reculant.

Le pion plonge dans le matériau jusqu'à ce que l'épaule touche la pièce. La longueur du pion détermine la profondeur de plongée. Le frottement de l'épaule sur la pièce provoque le taux de chaleur le plus élevé. Le design de l'outil joue un rôle important dans l'uniformité de la microstructure et ainsi les propriétés mécaniques de la zone traitée. Les pions filetés et les épaulements concaves sont les plus utilisés car ils permettent de mieux malaxer la matière et d'éviter le débordement et les bavures.

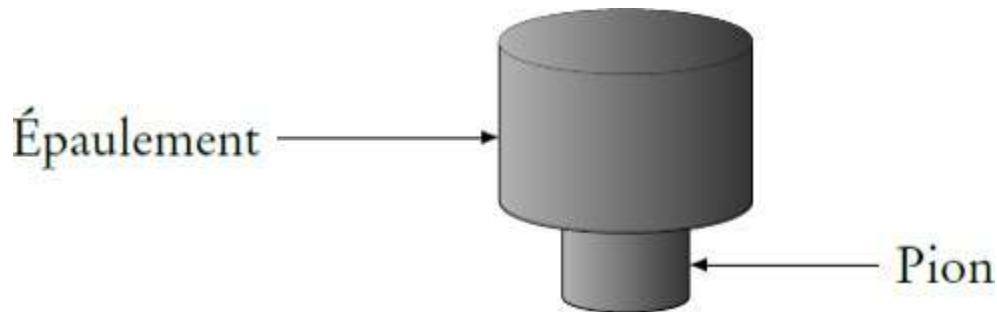


Figure II.6 : Forme générale d'un outil.

Il existe différentes géométries de pion (cylindrique, conique, fileté) dont les principales caractéristiques sont représentées à la Figure II.7.

Tool	Cylindrical	Whorl™	MX triflute™	Flared triflute™	A-skew™	Re-stir™
Schematics						
Tool pin shape	Cylindrical with threads	Tapered with threads	Threaded, tapered with three flutes	Tri-flute with flute ends flared out	Inclined cylindrical with threads	Tapered with threads

Figure II.7 : Présentation des défférentes géométrie possible d'outils

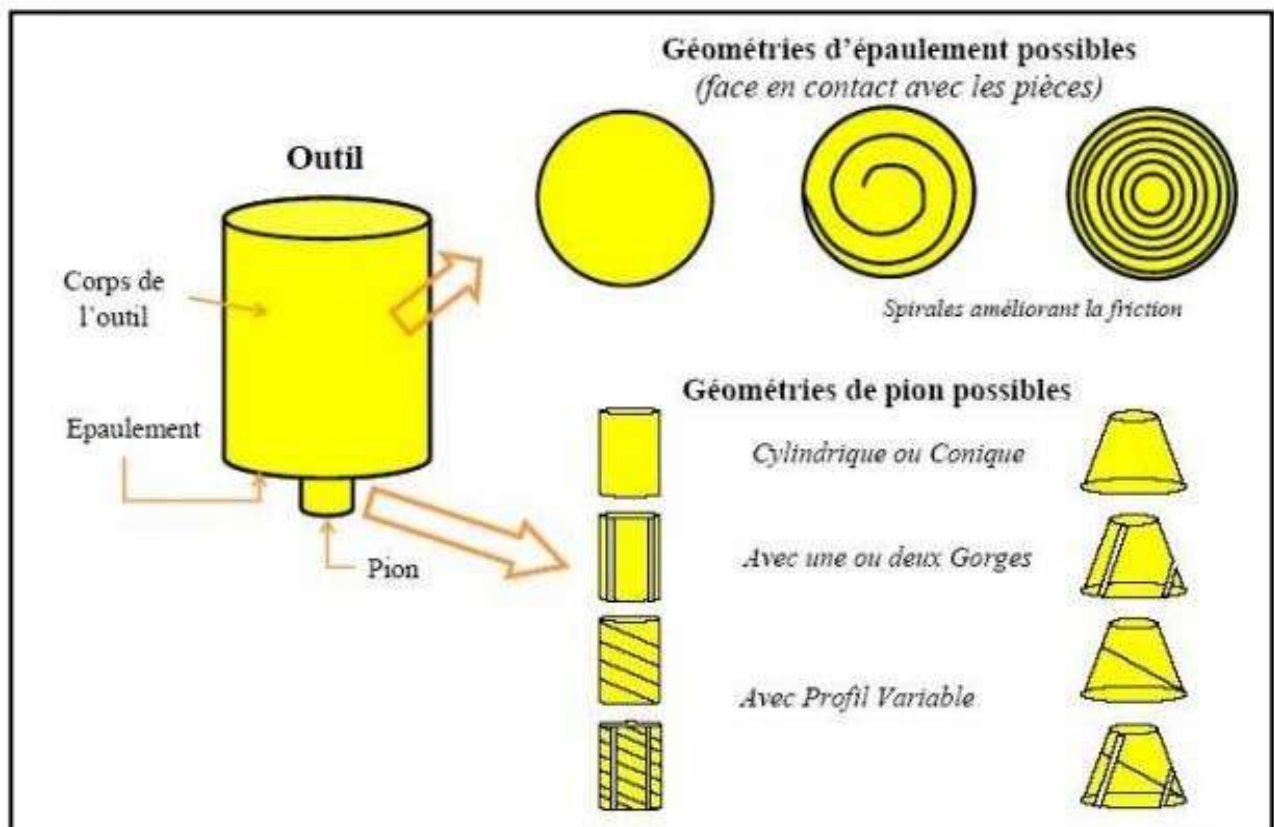


Figure II. 8 : Schématisation de l'outil cde FSP et de quelques géométries des pions et de l'épaulement

II.3.2. L'angle entre l'outil et la pièce :

La rotation de l'outil pousse le métal vers la surface du la zone traité. Une inclinaison de l'outil entre 2 et 4 degrés est nécessaire pour maintenir une quantité de métal suffisante dans la cavité de l'épaulement et pour permettre à l'arrière de l'outil de maintenir la compression nécessaire pour assurer la consolidation de la zone d'agitation (figure II.4), Mishra et al.

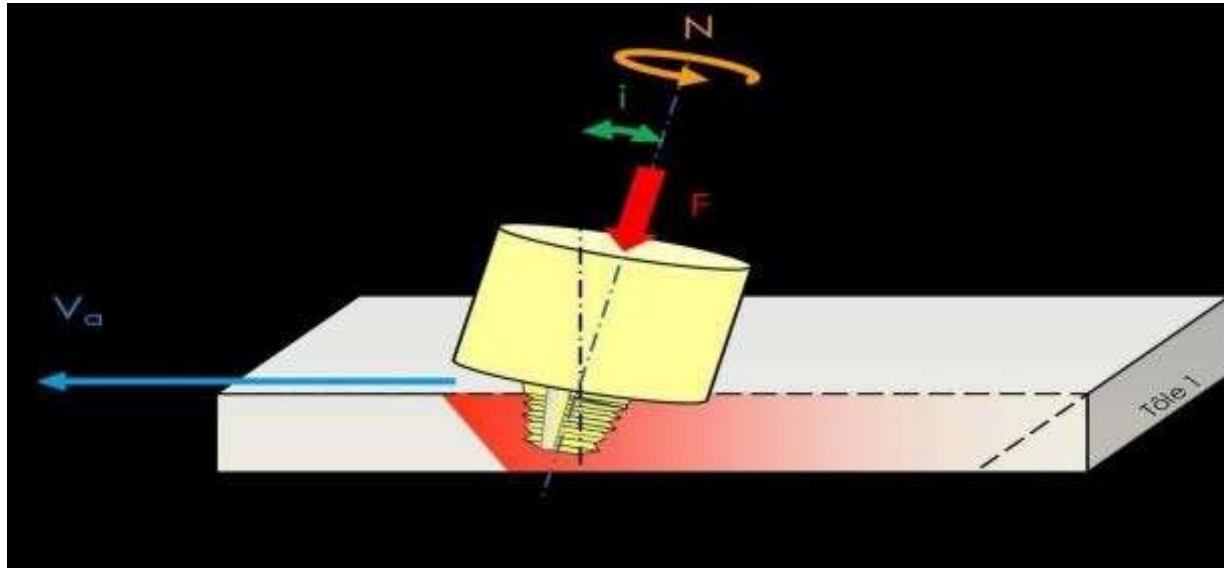


Figure II.9 : l'angle d'inclinaison de l'outil

II.3.3. Vitesse de rotation :

Dans le procédé FSW/FSP, le malaxage de la matière est assuré par le mouvement combiné de rotation de l'outil et de sa vitesse d'avance, de même pour la génération de la quantité de chaleur entrante. Il est donc important dans une opération de traitement par friction malaxage de bien choisir la vitesse de rotation de l'outil. Cette vitesse peut prendre des valeurs dans un large intervalle, et dépend de plusieurs critères principalement la nuance des matériaux à souder. Généralement la variation des vitesses de rotation de l'outil est imposée par les caractéristiques de la machine. Parmi les travaux qui montrent que la vitesse de rotation est une variable significative dans le processus de soudage par friction malaxage, on trouve ceux de K. Elangovan et al. Ils expliquent qu'une augmentation de la vitesse de rotation provoque des températures plus élevées au sein du joint de soudure donc un refroidissement plus lent. D'une part, une vitesse de rotation très élevée provoque un excès de formation de bourrelets de matières. D'autre part, une vitesse de

rotation moins rapide provoque une faible agitation de matière. Ils ont conclu qu'une vitesse de rotation optimale mène à une microstructure plus fine et une dureté plus élevée.

Une autre étude importante de Y.G. Kim et al prouve qu'une vitesse de rotation très rapide associée à une force axiale importante et une lente vitesse de soudure provoque un excès de bavures. Ainsi, une vitesse de rotation lente provoque des cavités. Leurs travaux ont illustré que ce dernier type de défaut peut être observé lors d'une agitation anormale (vitesses de rotation). Une tentative a été effectuée par V. Balasubramanian pour établir une relation empirique entre la vitesse de rotation de l'outil et les propriétés mécaniques des structures soudées par FSW.

II.3.4. Vitesse d'avance :

Dans la littérature plusieurs recherches ont été l'objet de l'influence de la vitesse sur les caractéristiques mécaniques des joints obtenus par friction malaxage. La vitesse optimale est limitée et elle est généralement liée à la vitesse de rotation de l'outil. La direction d'avance de l'outil ou celle de la table et le sens de rotation de l'outil définissent deux zones dans la pièce à utiliser. La zone où la vitesse d'avance de l'outil a le même sens que la vitesse de rotation est appelée la zone d'attaque (dancing zone), dans le cas contraire, on l'appelle zone retraitée (recreation zone) (figure II). En effet, une vitesse élevée risque de produire des macro-pores et des défauts sous forme de tunnel. Afin d'étudier le rapport entre la vitesse de soudure et les défauts dans un joint obtenu par FSW, H. Zhang et al , ont effectué des soudures sur un alliage de magnésium AZ31.

Les résultats expérimentaux ont prouvé que avec une vitesse de rotation constante égale à 1000 tr/min, les vides commencent à se produire à partir de la vitesse 200mm/min. Ils se rapprochent de la zone d'attaque et de la partie supérieure du joint au fur et à mesure que la vitesse de soudage augmente. Ces défauts peuvent être atténués avec un effort de forgeage optimal. H. Zhang et al. Présentent un modèle analytique qui permet de choisir les paramètres du FSW pour avoir une meilleure qualité du joint de soudure.

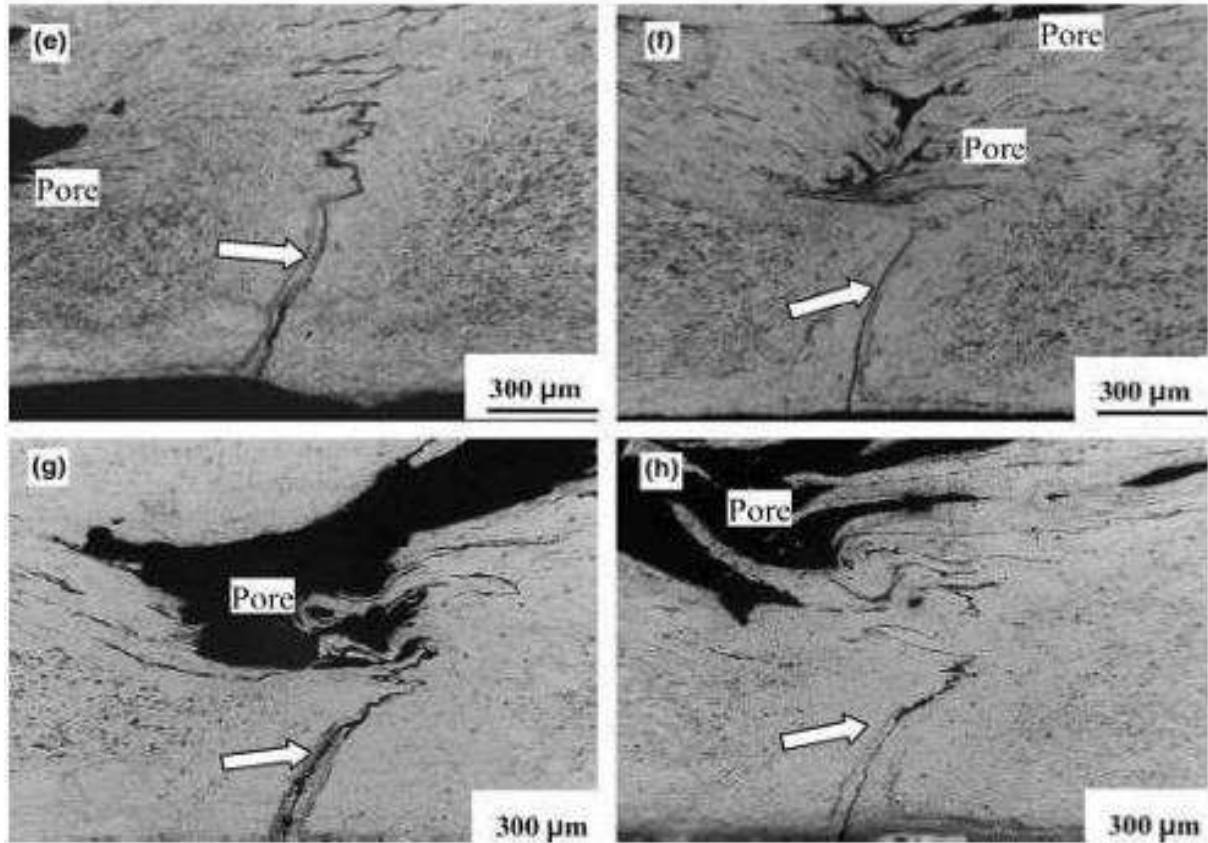


Figure II.10 : Présence des macro-pores dans les cordons FSW d'un alliage de magnésium AZ31 obtenus par une vitesse de soudage de 250mm /min (e), 300 (f), 400 (g), et 600 mm/min(h), avec la même vitesse de rotation et le même effort de forgeage.

II.3.5. Les différentes zones d'une pièce traitée par le procédé FSP :

La microstructure est caractérisée par trois zones distinctes: Le noyau de la soudure (appelé "Nugget" en anglais), la zone affectée thermo-mécaniquement (TAMZ : Thermo Mechanically Affected Zone) et la zone affectée thermiquement (HAZ : Heat Affected Zone).

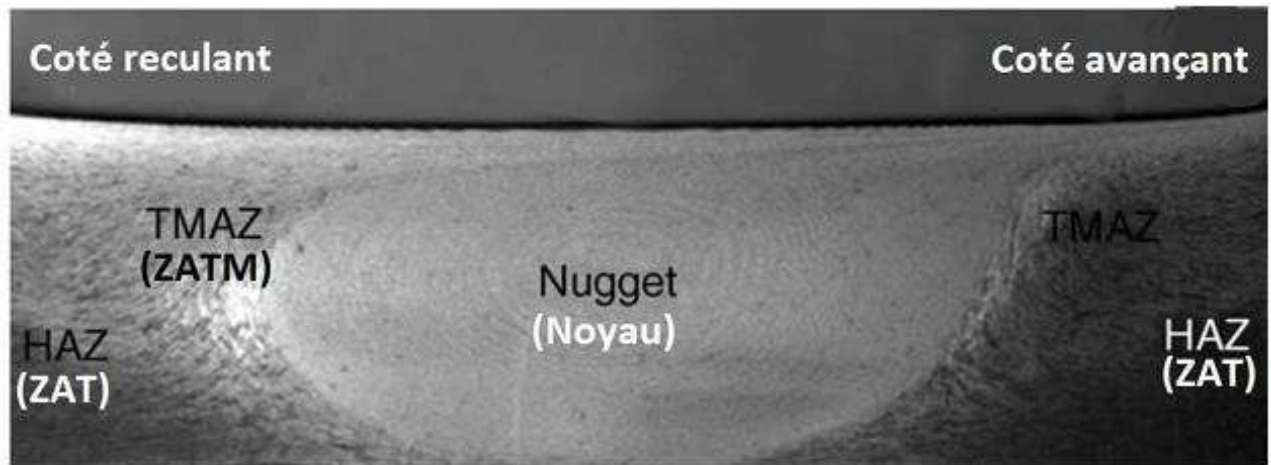


Figure II.10 : Microstructure des différentes zones dans un joint pendant le FSP.

❖ **Métal de Base (MB) :**

Au-delà de la ZAT, l'élévation de la température est insuffisante pour engendrer une quelconque transformation structurale.

❖ **Zone Affectée Thermiquement (ZAT) :**

zone adjacente à la zone fondue sur une largeur plus ou moins étendue qui a été soumise à l'élévation de température sans être portée à la fusion. Le chauffage, la composition chimique et la vitesse de refroidissement de cette zone génèrent des modifications plus ou moins importantes de la structure

❖ **Zone Noyau (ZN) :**

Suite à l'opération de friction/malaxage, la matière subit une très grande déformation plastique et une très importante élévation de température sans atteindre la fusion, c'est la région de recristallisation complète (fully recrystallized area) et c'est aussi la zone occupée précédemment par le pion d'outil FSW au cours de son mouvement.

❖ **Zone Affectée Thermo-Mécaniquement (ZATM) :**

Cette zone encadre la zone noyau où le matériau subit une déformation plastique liée aux mouvements de la matière combinés à l'élévation de température. Dans le cas de l'aluminium, il est possible d'obtenir des déformations plastiques significatives sans recristallisation. La microstructure et les propriétés dans cette zone sont aussi changée

Chapitre III :

Les phases MAX et Les phases MAB

Chapitre III : Les phases MAX et Les phases MAB

III.1. Introduction :

Les phases MAX représentent une famille de matériaux céramiques ternaires lamellaires qui suscitent un intérêt croissant dans le domaine de la science des matériaux. Leur structure unique, combinant des éléments de transition (M), des éléments du groupe A (A) et du carbone ou de l'azote (X), leur confère des propriétés remarquables qui les distinguent des céramiques traditionnelles.

III.2. Historique général :

Dans les années 1960, le groupe de Hans Nowotny a découvert plus de 30 nouvelles phases de carbures et nitrures, dénommées phases H (ou phases de Hägg). En dépit de cette réalisation impressionnante, ces phases sont restées complètement inexplorées jusqu'à dans les années 1990, période au cours de laquelle Barsoum et El-Raghy [I-8] à l'Université de Drexel (Philadelphie, USA) ont réussi à synthétiser sous forme massive un matériau monphasé de composition Ti_3SiC_2 . Les travaux préliminaires qu'ils réalisèrent démontrèrent que ce matériau possède une combinaison unique de propriétés : il allie de très bonnes propriétés typiques d'un matériau métallique à celles des matériaux céramiques. Ainsi, comme les métaux, ils présentent des conductivités électriques et thermiques élevées et sont usinables à température ambiante avec des outils traditionnels. Ils sont par ailleurs extrêmement résistants à l'oxydation, possédant une densité faible et une forte rigidité tout comme les céramiques. Plus tard la même équipe a découvert la phase Ti_4AlN_3 [I-9]. Il a été clairement montré que cette phase partage la même structure de base que la phase Ti_3SiC_2 , qu'elle possède des propriétés similaires. Plus généralement, il a été démontré que c'est un très grand nombre de phases possédant des compositions chimiques différentes qui possèdent le même type de propriétés. Ces différentes découvertes ont conduit à l'introduction d'une nouvelle nomenclature pour ces matériaux désormais appelés les phases $M_{n+1}AX_n$ ($n=1, 2$, ou 3) ou phases MAX où M est un métal de transition, A est un élément du groupe A et X est C (et/ou) N. Depuis, de nombreuses autres phases MAX ont été synthétisées et ont révélé des propriétés très inhabituelles entraînant de nombreuses études plus fondamentales. Ces propriétés étonnantes proviennent de la structure en couches (matériaux nanolamellaires) des phases MAX et de la combinaison des liaisons M-X (métallique iono-covalente) qui sont généralement fortes comparativement aux liaisons M-A. Ces propriétés remarquables en font des matériaux à fort potentiel applicatif même si à l'heure actuelle leurs applications restent encore limitées (éléments de chauffage, contacts

Chapitre III : Les phases MAX et Les phases MAB

électriques, etc.). . De nos jours, nous connaissons environ près de 70 phases MAX qui ont été synthétisées généralement sous forme massive par des techniques de métallurgie des poudres mais également, dans de nombreux cas, sous formes de couches minces. Ces phases MAX connues sont souvent triées en fonction de la stoechiométrie (211, 312, et 413 correspondants respectivement à $n=1, 2$ et 3) et de la configuration de valence des électrons des éléments M et A .

$M_{n+1}AX_n$, (MAX) où $n = 1, 2$ ou 3

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
H	He											B	C	N	O	F	Ne
Li	Be											Al	Si	P	S	Cl	Ar
Na	Mg											Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At
Cs	Ba	* * *	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
Fr	Ra	* * *	Lr	Rf	Db	Sg	Bh	Hs	Mt	Uun	Uub	Nh	Fl	Mc	Lv	Ts	Og

Figure III.1 : tableau périodique indiquant les éléments M, A et X pouvant Former une phase MAX

III.3. Structure cristalline des Phases MAX :

Les phases $M_{n+1}AX_n$ sont des phases lamellaires, avec un réseau cristallin hexagonal figurant dans un groupe d'espace $P6_3/mmc$. La figure I.1 a montré les trois structures possibles des phases MAX ou $n=1, 2$, ou 3 . Les atomes de l'élément M (en rouge) forment des octaèdres de groupement M_6X , ou un atome X se situe au milieu. Ses groupements sont séparés par une couche monoatomique des atomes de l'élément A. L'empilement des couches atomiques des phases MAX est bien plus clair dans la figure I.1 b, ou on peut bien définir le nombre n qui constitue leur formule chimique.

III.3.1. Liaisons atomiques :

Les phases MAX représentent les trois types de liaisons atomiques, à savoir : covalente, ionique et métallique. La différence en matière de structure cristallographique et la densité des liaisons atomique, fait la différence en quelques propriétés telles que : la conductivité électrique, rigidité, dureté, comportement tribologique, ...etc.

- Liaison covalente : est la liaison la plus forte dans la structure cristalline des phases MAX, elle se manifeste par la liaison entre les atomes M et X. •
- Liaison ionique : dans les céramiques comme le TiC et le TiN, il a été prouvé par Neckel et al. Qu'on ne peut jamais trouver une céramique à caractère 100% covalent. Donc il est clair que les blocs M X constituent aussi des liaisons ioniques. Par-contre il est aussi supposé que la liaison entre les atomes M-A est à caractère ionique. Les liaisons M-A est une liaison faible par rapport à la liaison covalente M-X, ce qui donne aux phases MAX leur propriétés anisotropiques. •
- Liaisons métalliques : elle est présente dans les phases MAX entre les atomes M-M, elle est généralement responsable de la bonne conductivité électrique et thermique des phases MAX.

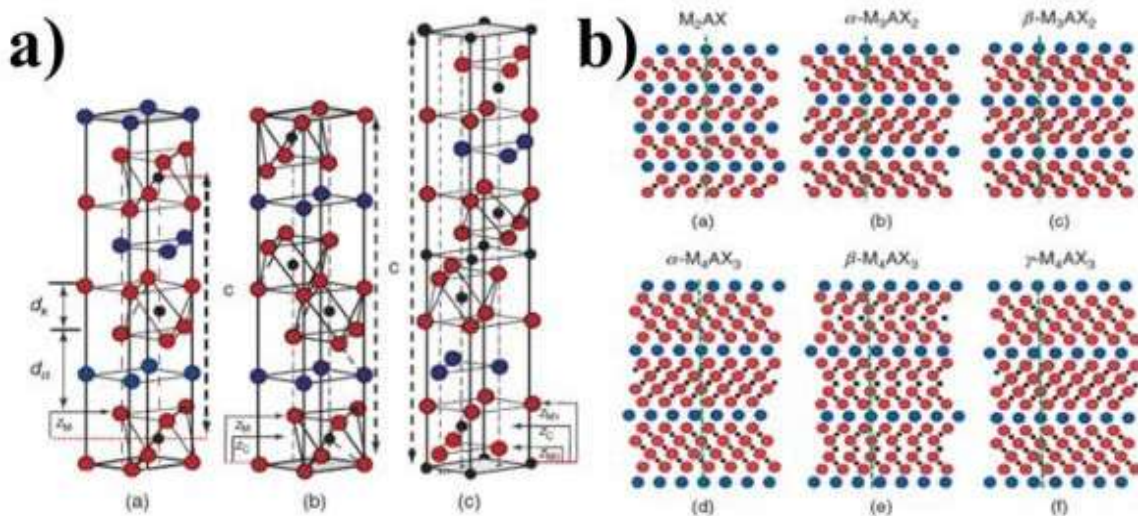


Figure III.2 : répartition des mailles des phase max 211-312-413

III.3.2. Propriétés caractéristiques des phases MAX :

- **a) Propriétés Mécaniques :**

- Résistance et ténacité : Malgré leur nature essentiellement céramique, ces matériaux affichent une bonne ténacité et une capacité notable à absorber l'énergie avant la rupture. La structure en couches permet de dévier ou d'arrêter la propagation des fissures, conférant ainsi une meilleure résistance aux chocs.
- Ductilité : Comparées aux céramiques traditionnelles, les phases MAX montrent une ductilité supérieure, ce qui est atypique pour des composés comportant une grande partie céramique.
- Usinabilité : Leur machinabilité remarquable permet d'effectuer des opérations d'usinage avec des outils standards, facilitant leur mise en œuvre industrielle.

- **b) Propriétés Thermiques et Électrique :**

- Conductivité thermique et électrique : La présence des éléments métalliques leur confère une bonne conductivité thermique et électrique, ce qui est précieux pour des applications nécessitant une dissipation efficace de la chaleur ou la conduction électrique.
- Stabilité à haute température : Beaucoup de ces phases résistent à des températures élevées et maintiennent leurs propriétés mécaniques, ce qui les rend intéressantes pour des environnements extrêmes.
- Résistance à l'Oxydation et à la Corrosion : Les phases MAX présentent une bonne résistance à l'oxydation, notamment grâce à leur composition et à leur stabilité structurale. Cette résistance leur permet d'être utilisées dans des environnements corrosifs ou en

III.4. Les phases MAB :

Les phases MAB sont une nouvelle classe de matériaux ternaires constitués de trois éléments : un métal de transition (M), un élément du groupe A (souvent un métal post-transitionnel), et du bore (B). Ces matériaux présentent une structure cristalline unique leur conférant des propriétés mécaniques et chimiques intéressantes, ce qui les rend prometteurs pour plusieurs applications industrielles.

Chapitre III : Les phases MAX et Les phases MAB

III.4.1. Historique et définitions :

Les phases MAB ont été identifiées pour la première fois dans les années 2010, dans le prolongement des recherches sur les phases MAX (connues pour leur combinaison de propriétés métalliques et céramiques). Les MAB sont similaires dans leur nature hybride mais remplacent le carbone ou l'azote des phases MAX par du bore, ce qui modifie leurs propriétés structurales et électroniques.

☞ **Définition** : Un composé MAB est de formule générale $M_nA_mB_x$, où :

M = métal de transition (comme Cr, Mo, Ti...)

A = élément du groupe IIIA ou IVA (Al, Ga, In...)

B = bore

Le diagramme illustre le tableau périodique des éléments avec des annotations pour les phases MAB. Les éléments de transition (M) sont colorés en rouge et incluent Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, As, Se, Br, Kr, Mo, Tc, Ru, Rh, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Te, I, Xe, W, Re, Os, Ir, Pt, Au, Hg, Tl, Pb, Bi, Po, At, Rn, et les lanthanides et actinides. Les éléments du groupe IIIA et IVA (A) sont colorés en bleu et incluent Al, Ga, In, et Tl. Le bore (B) est coloré en gris et se trouve dans le groupe IIIA. Les autres éléments du tableau sont en blanc.

Figure III.3 : Emplacement des éléments constitutifs des phases MAB dans le tableau Périodique

III.4.2. Les structures des phases MAB :

Les phases MAB cristallisent généralement avec des structures cristallines orthorhombiques qui dépendent du rapport M : B et du nombre de plans d'atomes d'Al entrelacés. Par souci de concision, les prototypes MA_2B , $M_2A_2B_2$, $M_3A_2B_4$, $M_4A_2B_6$ et $M_4A_2B_4$ seront désormais appelés

Chapitre III : Les phases MAX et Les phases MAB

respectivement types 222, 212, 314. Toutes les structures sont constituées de blocs M–B, composés de prismes trigonaux à partage de faces (BM6), séparés par des mono- ou bicouches d'Al. Au centre des prismes trigonaux BM 6 se trouvent des atomes B, qui sont séparés par des distances relativement courtes les uns des autres et forment des « chaînes » liées de manière covalente. Ici, $(\text{MB})_{2z} \text{A}_x (\text{MB})_2 y$ ($z = 1-2$; $x = 1-2$; $y = 0-2$) est la formule chimique généralisée pour décrire toutes ces structures. Dans la structure de type 212 (groupe d'espace Cmmm ; $x = 1$, $y = 0$, $z = 1$), les prismes trigonaux BM6, avec des atomes de B au centre, se connectent sur leurs faces rectangulaires et triangulaires dans le plan ac pour former des blocs M-B avec une épaisseur de deux couches de M (voir Figure 1(a)). Ces blocs sont séparés par des monocouches d'aluminium. Chaque maille unitaire (u.c.) contient deux unités formulaires (f.u.). Chaque atome d'aluminium se trouve directement entre les atomes de B dans les blocs M-B directement en dessous et au-dessus de lui, formant une chaîne B-Al-B le long de l'axe d'empilement b. Ainsi, tout comme dans les phases MAX, les blocs M-B adjacents sont jumelés à travers les plans d'aluminium. La séparation atomique relativement courte entre les atomes de B dans les chaînes B-B (parallèles à) correspond au paramètre de maille a, ou à la a-LP. La structure de type 314 (groupe d'espace Pmmm ; $x = 1$, $y = 1$, $z = 1$), pour laquelle, à ce jour, Cr_3AlB_4 est le seul membre représentatif, est montrée dans la Figure 1(b) et diffère de la structure de type 212 en ce que : 1. Les blocs M-B contiennent trois plans d'atomes M, et la maille unitaire ne contient qu'une seule unité formulaire. 2. La direction d'empilement des blocs M-B est le long de c. Le ternaire, Cr_4AlB_6 , découvert seulement en 2015, et le seul représentant du composé de type 416 (Figure 1(c)), cristallise dans le groupe d'espace Cmmm[35]. Cette structure ressemble aux structures 212 et 314, mais les blocs M-B se composent de 4 plans d'atomes M. De plus, tout comme dans la structure 212, les blocs M-B s'empilent dans la direction b et la maille unitaire contient deux unités formulaires. Ensemble, Cr_2AlB_2 , Cr_3AlB_4 et Cr_4AlB_6 constituent la série $(\text{CrB})_2\text{Al} (\text{CrB}_2)_y$ ($y = 1-3$) des phases MAB qui sont analogues à la série des phases MAX apparentées avec la formule $\text{M}_{n+1}\text{AX}_n$ ($n=1$).

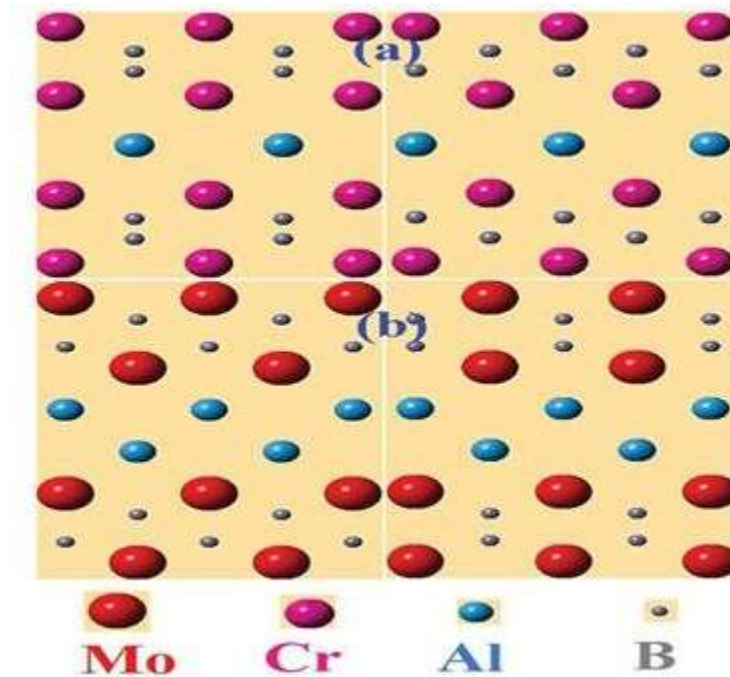


Figure III.4 : les phases MAB a) Type MaB b) M2AlB2

III.4.3. Les Propriétés des phases MAB :

1. Dureté : Les valeurs de la dureté Vickers (H_v) des phases MAB se trouve dans un intervalle allant de 6 à 22 GPa . Okada et al. et Ade et Hillebrecht ont les deux montrés Que la phase la plus dure à ce jour est le $WAlB$, avec une dureté d'environ 19-21 GPa. Les Auteurs ont aussi mesurés 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.

III.5. L'élaboration des phases MAX et MAB :

III.5.1. Frittage :

III.5.1.1. 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

Chapitre III : Les phases MAX et Les phases MAB

Extérieures, au moyen duquel un système de particules individuelles ou un corps poreux modifie quelques-unes de ses propriétés dans le sens Del '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.

III.5.1.2. Définition de frittage :

Le frittage est un procédé de consolidation thermique d'un matériau sous forme de poudre, permettant aux particules de se lier sans atteindre leur point de fusion. Cette transformation repose sur le transfert de matière entre les grains, réduisant progressivement la porosité et optimisant la densité du matériau final. Divers paramètres tels que la température, le temps de traitement, la pression appliquée et la nature chimique du matériau influencent l'évolution microstructurale au cours du frittage. Ce processus est crucial dans l'élaboration des céramiques et des matériaux composites, garantissant des propriétés mécaniques et fonctionnelles adaptées aux applications industrielles.

III.5.1.3 Nature de Frittage :

- **Frittage en phase solide** : Le frittage en phase solide est un processus thermique de densification des poudres, réalisé à une température où tous les constituants restent à l'état solide. Ce procédé implique l'application d'une pression ou d'une charge favorisant l'interconnexion des particules. L'évolution de la microstructure résulte d'un réarrangement des grains sous l'effet de la minimisation de l'énergie interfaciale. Généralement, les particules sont assimilées à des sphères pour la modélisation, et l'étude des interactions entre deux ou trois sphères permet de comprendre les mécanismes fondamentaux du frittage. Ce processus se déroule en trois étapes successives : initiation des contacts, croissance des zones de liaison et densification progressive du matériau.
- **Frittage en phase liquide** : Le frittage en phase liquide est un procédé thermique dans lequel au moins un des constituants passe à l'état liquide et enveloppe les particules solides. Ce mécanisme favorise la diffusion des atomes, conduisant à une coalescence des grains, une recristallisation et une réduction progressive de la porosité. Ce procédé est couramment

Chapitre III : Les phases MAX et Les phases MAB

utilisé pour la fabrication de céramiques techniques, de métaux et de cermet, où la phase vitreuse agit comme un liant structurant à température ambiante.

III.5.1.4. Techniques de frittage :

L'image ci-dessous montre les types de frittage :

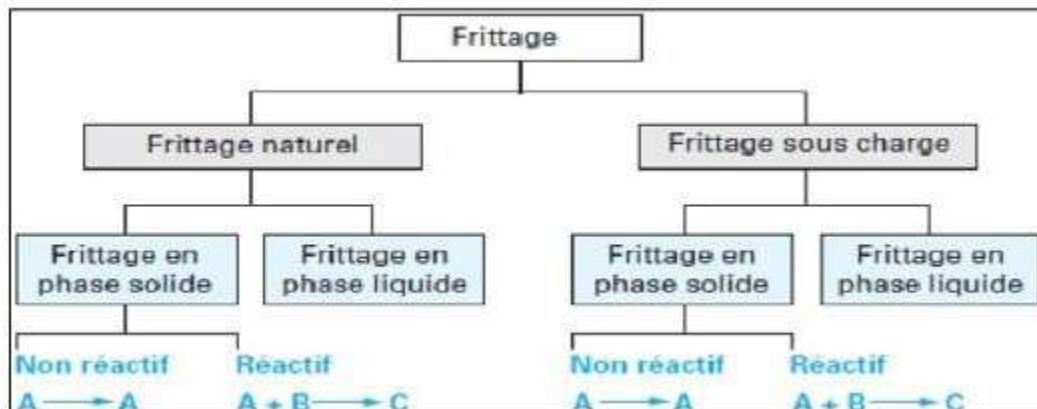


Figure III.5: Type de frittage

➤ Frittage naturel (frittage sans pression) :

Le procédé de frittage consiste à chauffer une poudre préalablement moulée ou une pièce déjà façonnée jusqu'à atteindre la température de consolidation. Bien qu'économique, cette méthode peut entraîner une porosité résiduelle notable. Pour limiter ce phénomène et éviter une croissance excessive des grains, il est essentiel d'ajuster la composition par des ajouts spécifiques et de maîtriser l'atmosphère de frittage. À l'issue du traitement, la densité obtenue peut excéder 95 % de la densité théorique du matériau.

➤ Frittage sous-charge :

Le frittage sous charge est un procédé utilisé en métallurgie des poudres, où le matériau est comprimé de manière uni axiale dans un moule à haute température. Cette technique permet d'obtenir des pièces solides sans nécessiter d'ajouts supplémentaires, mais elle présente certaines limitations, notamment en termes d'homogénéité du matériau, souvent influencée par la présence de silice. L'usinage des formes complexes requiert des outils spécifiques, tels que les outils diamantés, rendant le procédé particulièrement coûteux. Les mécanismes du frittage sous charge reposent sur plusieurs phénomènes physiques, incluant le réarrangement des grains, la diffusion

Chapitre III : Les phases MAX et Les phases MAB

atomique au sein du réseau et aux joints des grains, ainsi que la déformation plastique et l'écoulement visqueux. Toutefois, ce procédé peut restreindre la diversité des formes réalisables et imposer des contraintes sur le coût de finition des pièces.

a) HIP (Hot Isostatic Pressing) :

Le principe du pressage isostatique à chaud (HIP) repose sur l'application d'une pression sur toute la surface apparente de l'échantillon à l'aide d'un gaz (Ar ou O₂) sous très haute pression, pouvant atteindre 4000 bars. Le chauffage se fait par convection/rayonnement et peut atteindre plus de 2000°C avec un résistor en graphite. L'échantillon peut être sous forme de poudre ou d'un compact granulaire et doit être encapsulé dans une gaine étanche mais déformable (cuivre, acier, silice, etc.) dans les conditions de température et de pression imposées afin de lui transmettre correctement la pression. Il est également possible d'utiliser un échantillon pré-fritté afin de terminer sa densification. Il n'est alors pas nécessaire de l'encapsuler au préalable mais il ne doit pas subsister de porosité ouverte et interconnectée pour éviter que le gaz ne se propage au cœur de l'échantillon. Dans ce cas, il s'agira d'un traitement appelé post-HIP, très utilisé dans l'élaboration de YAG ou d'autres céramiques transparentes [38]. Le principal avantage de cette technique réside dans la possibilité de produire des pièces de formes complexes et de tailles uniquement limitées par la dimension de l'enceinte. Chrétien et al ont obtenu une céramique de YAG:Nd transparente via cette voie de frittage, précédée d'un traitement de pré-frittage sous vide secondaire [39]. Ce procédé s'est révélé très prometteur pour le frittage des sesquioxydes de terres rares réfractaires à utilisation laser [40] [41] car contrairement au HP, qui nécessite une introduction de l'échantillon dans une matrice en graphite, le traitement de post-HIP sur céramiques pré-frittées sont menés dans des creusets remplis de poudre pouvant agir comme barrière de diffusion. Ainsi, la contamination au carbone (due au résistor en graphite) et la réduction de l'échantillon grâce à l'utilisation d'un gaz inerte, peuvent être limitées. Dans ce cas, il est possible de limiter l'usage de l'étape de ré oxydation **post-frittage** [42] □

b) HP (Hot Pressing) :

Le HP, pour Hot Pressing (pressage à chaud) consiste à appliquer au moment du frittage une contrainte uni axiale progressive à l'aide d'une presse. Dans cette technique de frittage, l'échantillon pulvérulent ou préalablement mis en forme est placé dans une matrice, la plupart du temps en graphite, revêtu d'une feuille en graphite (Papyex®) afin d'éviter le contact direct entre

Chapitre III : Les phases MAX et Les phases MAB

La matrice et l'échantillon. Les pistons qui transféreront la contrainte à l'échantillon sont également en graphite. La température est appliquée par convection/rayonnement à l'aide de résistances thermiques en graphite. Les essais peuvent être réalisés sous vide ou bien sous balayage de gaz neutre (Ar) ou légèrement réducteur (N₂) La détection de la température peut se faire soit par thermocouple (à basse température), ou par un pyromètre IR (à température modérée jusqu'à haute température). Cette technique est relativement peu utilisée pour les céramiques transparentes du fait de l'environnement graphite omniprésent, diffusant dans le matériau. Le HP peut être appliqué en second traitement thermique après un premier frittage pour achever la densification du matériau. Il s'agira alors de post-HP. Sanghera et son équipe obtiennent une céramique pressée à chaud de Lu₂O₃:Yb émettant une puissance en sortie de 2,5 W pour un rendement de 10% [43] ainsi qu'une seconde issue du même procédé mais élaborée à partir d'une poudre broyée et d'un ajout de frittage (LiF) émettant 16 W pour un rendement de 74% . Concernant le YAG, Li et al. Obtiennent une céramique par post-HP avec une puissance en sortie de 3,6 W et un rendement de 20% [44]. Ces deux travaux de recherche montrent la possibilité d'obtenir des résultats lasers avec cette voie de frittage même si le rendement laser demeure assez faible en comparaison avec les autres méthodes.

c) Frittage sous charge SPS Le Spark Plasma Sintering (ou SPS) :

C'est une technique de frittage dite non conventionnelle. En effet, contrairement aux techniques décrites précédemment, le chauffage s'effectue très rapidement avec l'aide d'un courant électrique pulsé de très haute intensité (plus de 10 kA pour certains modèles), lui valant la dénomination de technique de frittage « flash ». L'application de la contrainte est similaire au HP puisqu'elle est appliquée uni axialement à l'aide d'une presse hydraulique et peut atteindre quelques centaines de MPa. La régulation se fait soit par thermocouple pour les températures faibles et modérées soit par pyromètre IR pour les températures modérées et hautes. L'atmosphère peut être neutre (Ar), réductrice (N₂) ou un vide primaire (quelques Pa). Du fait de ce système de chauffage particulier, il est possible d'atteindre des rampes de montée en température de l'ordre de plusieurs centaines de °C par minute. Il en résulte donc des cycles de frittage très courts de moins d'une heure, qui peuvent s'avérer utiles pour les matériaux réfractaires. Néanmoins, tout comme le HP, l'inconvénient majeur pour les oxydes est la réduction lors des essais sous vide et surtout la contamination due au carbone, dégradant les performances lasers. En dépit de ces inconvénients inhérents à l'environnement du procédé, elle reste la technique de frittage par excellence pour produire des pièces denses en peu de

Chapitre III : Les phases MAX et Les phases MAB

temps tout en garantissant le contrôle de la taille des grains. Pour les sesquioxydes de terres rares, des travaux ont été rapportés sur $\text{Lu}_2\text{O}_3\text{:Nd}$ en comparant post-SPS et post-HIP. Le post-SPS permet d'obtenir une émission laser mais bien moindre que les équivalents post HIP

. L'équipe de recherche de Furuse ont fabriqué une céramique $\text{Y}_2\text{O}_3\text{:Yb}$ émettant une faible puissance en sortie (quelques mW pour près de 20 W en absorbée) .

d) Méthode de sel fondu :

La synthèse de poudres céramiques par voie de sels fondus est une méthode bien établie. Toutefois, pour les composés non oxydés, ce procédé a jusqu'à présent toujours nécessité une atmosphère inerte, généralement de l'argon, afin de prévenir toute oxydation du matériau.

Bien que ces techniques soient efficaces, leur coût élevé en limite l'application à l'échelle industrielle. Dans le cadre du procédé MS^3 (Molten Salt Shielded Synthesis), nous utilisons le bromure de potassium (KBr) comme milieu réactionnel. Le KBr présente une ductilité notable à température ambiante, ce qui permet de le compacter à froid à des densités relatives supérieures à 95 %. Cette propriété est exploitée pour assurer une barrière efficace contre les gaz, offrant ainsi une protection contre l'oxydation sans recourir à une atmosphère inerte. Les travaux de Dash et collaborateurs sur la phase MAX Ti_3SiC_2 ont démontré, pour la première fois, la possibilité d'obtenir une poudre de phase MAX directement sous atmosphère ambiante, sans étape de broyage ultérieure. Cette avancée repose sur l'utilisation de la méthode dite de synthèse protégée par sels fondus, ou Molten Salt Shielded Synthesis (MS^3). Ying Wang et al. Ont mis au point un procédé de synthèse rapide du composé Cr_2AlB_2 à partir de poudres élémentaires de chrome, d'aluminium et de bore. Leur étude a porté sur l'influence de plusieurs paramètres, notamment le rapport molaire Cr/Al/B des précurseurs, la température de synthèse, la durée du traitement thermique ainsi que le rapport massique entre le sel fondu et les poudres précurseurs, sur la formation du composé cible. Les auteurs ont montré que la température constitue un facteur déterminant dans l'obtention de la phase Cr_2AlB_2 . Une synthèse efficace a été réalisée à partir de précurseurs selon la stœchiométrie $2\text{Cr}/2\text{Al}/2\text{B}$, en présence d'un mélange de sels fondus NaCl-KCl avec un rapport massique de 1:1, à une température de 1100 °C pendant 30 minutes. Le produit obtenu est une poudre de Cr_2AlB_2 bien cristallisée, présentant une structure nano laminée avec une morphologie en grains plats (en forme de plaque). L'ajout de sel fondu au mélange réactionnel permet également une réduction

significative de la taille des particules. Par ailleurs, Maharshi Dey et al. ont rapporté la synthèse des phases Fe_2AlB_2 , Mn_2AlB_2 et MoAlB en utilisant une méthode de synthèse protégée par sels fondus, désignée sous l'acronyme MMSS³ (Modified Molten Salt Shielded Synthesis). Ce procédé se distingue par l'absence d'utilisation de gaz inerte et par l'emploi de températures modérées, ce qui en fait une approche durable et économiquement avantageuse pour la production de céramiques ternaires non oxydées.

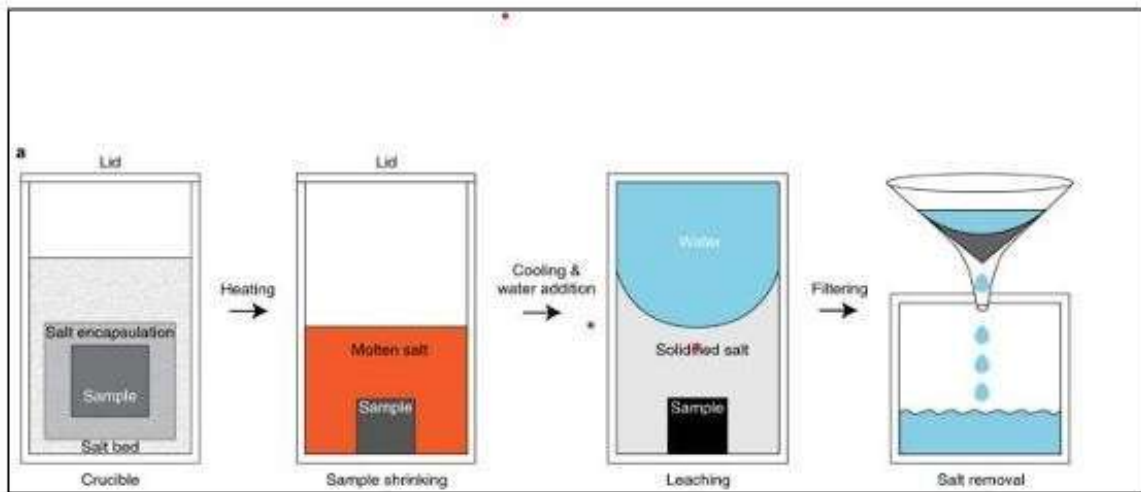


Figure III.6 : Schéma explicatif de la méthode suivie par Dash et al

III.6. Les matériaux composites :

III.6.1. Définition d'un matériaux composites :

Un composite est l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux non miscibles de natures différentes, et dont les qualités se complètent afin d'obtenir un matériau hétérogène et fortement anisotrope dont les performances sont supérieures à celles de ses constituants de base, ou mieux encore, par effets de synergie. Les matériaux composites ne sont pas alliés, mais associés. Un matériau composite nécessite l'association intime d'au moins deux composants : le renfort et la matrice, qui doivent être compatibles entre eux et se solidariser (Figure 1.1) ; ce qui introduit la notion d'un agent de liaison, l'interface assure la compatibilité renfort matrice, transmet les contraintes d'un constituant à l'autre sans déplacement relatif.

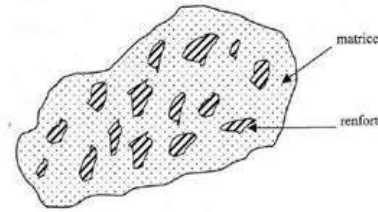


Figure III.7 : Schéma d'un composite

III.6.2. Classification des matériaux composites :

Il existe aujourd'hui un grand nombre de matériaux composites que l'on classe généralement en trois familles en fonction de la nature de la matrice :

a) Composites à matrice organique (CMO) :

Elles sont obtenues à partir de polymères thermoplastiques ou thermodurcissables. Dans le cas des résines thermodurcissables, la mise en forme est effectuée impérativement avant l'étape de polymérisation au cours de laquelle le matériau devient, de façon irréversible, rigide ; les produits couramment utilisés sont à base de résines polyester insaturé, époxyde ou phénolique. Pour les résines thermoplastiques, la plasticité nécessaire à la mise en forme est obtenue à volonté par simple chauffage de la matrice, le matériau reprenant sa rigidité lors du refroidissement. Cette particularité permet leur emploi pour des applications en très grande série (pièces d'automobile) ; outre la cadence plus élevée de fabrication, une opération de recyclage de pièces peut aussi être envisagée

b) Composites à matrice céramique (CMC) :

Les composites à matrice céramique (CMC) sont actuellement développés pour diverses applications à haute température, y compris les turbines à gaz. Ces dernières années sont apparues les disques en céramique, qui ont des capacités thermiques élevées, une bonne résistance mécanique à haute température et des taux d'usures moins élevés que la fonte grise. Leur utilisation reste cependant limitée en raison de leur fragilité et leur faible résistance à la rupture et les difficultés dans la fabrication des pièces de formes complexes. Des conceptions avec des revêtements céramiques semblent plus réalistes . Les CMC sont généralement classés en

Chapitre III : Les phases MAX et Les phases MAB

deux catégories de matériaux, l'une à base d'oxyde et l'autre sans oxyde. Les CMC à base d'oxyde sont constituées de fibres d'oxydes et une matrice d'oxyde tels que Al_2O_3 / Al_2O_3 . Les CMC sans base d'oxydes peuvent être constitués de fibres de carbone avec une matrice en carbone (C / C), de fibres de carbone avec une matrice de carbure de silicium (C / SiC) et aussi de fibres de carbure de silicium avec une matrice de carbure de silicium (SiC / SiC). Les composites CMC sont fabriqués par plusieurs procédés. L'architecture des fibres varie d'un matériau à l'autre

c) Composites à matrice métallique (CMM) : Comme leur nom l'indique, ces composites sont constitués d'une matrice en alliage métallique et d'un renfort en particules. Leur conception vise à combiner une bonne ténacité de la matrice en alliage métallique avec une résistance mécanique élevée des particules, offrant ainsi des propriétés isotropes, contrairement aux composites à fibres. Ces matériaux se distinguent par :

- La disponibilité d'une gamme de renfort à des coûts compétitifs,
- Le progrès enregistré dans le développement des procédés de fabrication de ces composites ayant des microstructures et des propriétés reproductibles.

On essaie actuellement des disques composites où la partie utile en fonte est soutenue par un substrat d'aluminium plus léger. Le renfort est généralement constitué de particules de carbure de silicone SiC. Les composites à matrice aluminium (Al MMC) ont des rapports module de Young/densité largement supérieurs à ceux des aciers ou des alliages de titane, et leur module d'élasticité des composites Al-MMC dépend de la fraction volumique du renfort. Pour ce genre de matériau, les problèmes de dilatation différentielle ne sont pas encore résolus [4]. En général, les composites à matrice métallique se composent d'au moins deux composants : une matrice métallique, souvent une salique (alliage), et un renfort qui peut être un composé intermétallique, un oxyde, un carbure ou un nitrure. Dans la production, la matrice et le renfort sont mélangés pour former un matériau homogène à partir d'un alliage à deux phases ou plus, où la phase secondaire se forme sous forme de particules ou de réactions eutectiques ou eutectoïdes. .

III.6.3. Types de composites à matrice métallique :

Tous les CMM ont un métal ou un alliage métallique comme matrice. Le renfort peut être métallique ou céramique. Dans un cas inhabituel, le renfort se présente sous la forme d'un PMC renforcé de fibres (une feuille d'époxy renforcé de fibres de verre ou d'époxy renforcé de fibres d'aramide). Il existe quatre types de CMM :

- CMM renforcés de particules : Ces composites intègrent des particules généralement céramiques, telles que le carbure de silicium (SiC) ou l'alumine, dispersées dans la matrice métallique. Cette configuration améliore des propriétés comme la résistance à l'usure et la dureté.
- CMM à fibres courtes ou à moustaches renforcées : Dans cette catégorie, des fibres courtes ou des moustaches (cristaux en forme d'aiguilles) sont incorporées à la matrice. Ces renforts, souvent en céramique, augmentent la résistance mécanique et la rigidité du composite.
- CMM continus renforcés de fibres ou de feuilles : Ces composites utilisent des fibres longues et continues, ou des feuilles, pour renforcer la matrice métallique. Cette structure confère au matériau une anisotropie marquée, offrant une résistance élevée dans la direction des fibres.
- CMM stratifiés ou stratifiés : Également appelés composites laminés, ils sont constitués de couches alternées de matériaux différents, combinant les avantages de chaque composant pour obtenir des propriétés mécaniques spécifiques.

Chapitre IV :

Méthode expérimentale

Chapitre IV : méthode expérimentale

IV. Préparation des Phase MAX / MAB : Fe_2AlB_2 , Cr_2AlC , Cr_2AlB_2 , Ti_3SiC_2 :

IV.1. Introduction :

Dans ce chapitre , on a regroupé les différents technique expérimental utilisées dans notre travail .
Commencent par le mode opératoire indiquant la préparation de matières premières , préparation des toles , et les différentes techniques de caractérisation mise en œuvre .

Poudre utilise : on a utilisé les poudre suivants ,comme renforts dans la matrice a base de mg AZ31B , et ont été élaborées par la méthode des sels fondus au niveau du laboratoire Etudes et recherche en technologie industrielle ; et le Ti_3SiC_2 (34 μm de granulométrie) a été fourni par l'équipe de recherche MAX MXene de l'université Drexel, philadelphia. USA commercialisée sous le nom MAXTHAL312. On a utilisé le Cr , C , Al pour élaborer la phase Cr_2AlC , et le Cr , Al , B pour la phase Cr_2AlB_2 , et pour la phases MAB Fe_2AlB_2 , on a utilisé le fer , Al, B .



Figure IV.1 : Les différentes poudres utilisée pour élaborer les phases MAX\MAB

Chapitre IV : méthode expérimentale

Tableau IV.1 : les Caractéristiques des différentes poudres

Elément	Marque	Pureté %
Fere (Fe)	BIOCHEM	99.5
Aluminium (Al)	BIOCHEM	98
Bore (B)	ALDRICH	95
C	BIOCHEM	99 ,99
Cr	BIOCHEM	98,9

IV.2. Les étapes d'élaboration les phases MAXMAB :

IV.2.1 Pesaage :

Pour préparer quatre poudres différentes (Fe_2AlB_2 , Cr_2AlC , Cr_2AlB), tout d'abord on a fait un mélange homogène de poudres en utilisant les quantités molaires suivantes :($\text{Cr} = 2 \text{ mol}$, $\text{C} = 1 \text{ mol}$, $\text{Al} = 1,2 \text{ mol}$) pour la phase Cr_2AlC , et pour la phase Cr_2AlB_2 on a mélangé ($\text{Cr} = 2 \text{ mol}$, $\text{Al} = 1,2 \text{ mol}$, $\text{B} = 1 \text{ mol}$), et aussi on a pesé ($\text{Fe} = 2 \text{ mol}$, $\text{Al} = 2 \text{ mol}$, $\text{B} = 2 \text{ mol}$), Ce mélange a été pesé avec une balance de précision 10^{-4} g .



Figure IV.2 : balance analytique de précision ADAM

IV.2.2. Homogénéisation :

Nous avons broyé chaque mélange soigneusement dans un mortier jusqu'à obtenir une texture fine et homogène, puis on les met dans des boîtes en

Chapitre IV : méthode expérimentale

plastique, et on ajoute des billes pour avoir une bonne homogénéité des poudres en les agitant, les poudres ont été homogénéité pendant un période de 72h .



Figure IV.3 : mortier

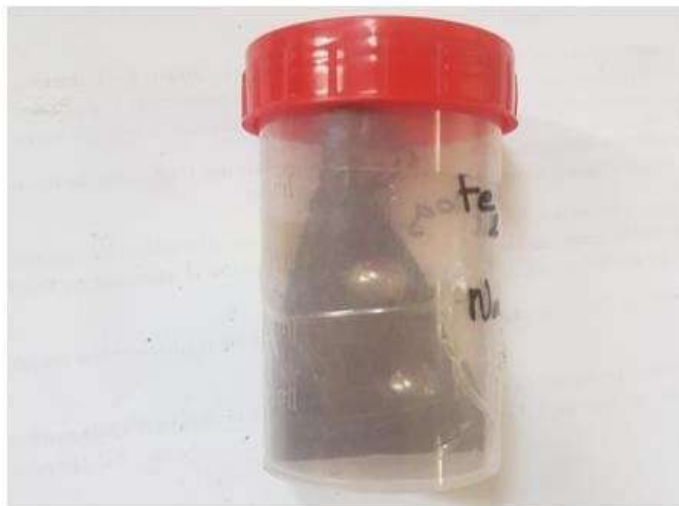


Figure IV.4 : Poudre homogénéisé avec des billes

IV.2.3. Compactage a froide :

Après un mélange précis des poudres, celles-ci ont été placées dans le dispositif de compactage afin de préparer les échantillons par compactage à froid. Cette opération a été réalisée à l'aide d'une presse hydraulique de marque « SPEACAC ».



Figure IV.5: presse hydraulique

Chapitre IV : méthode expérimentale

Après avoir mis la poudre dans le dispositif la poudre a été compacte avec une pression de 9 tonnes pendant 5 min.

IV.2.4. L'encapsulation :

La poudre compactée est placée dans un dispositif d'encapsulation, où elle est entourée de KBr, utilisé comme sel protecteur. L'ensemble est ensuite introduit dans la pastilleuse et soumis à une pression de 5 tonnes.

Selon cette méthode, les pastilles de poudre destinées au frittage doivent impérativement être encapsulées et enveloppées de KBr. ou bien KCr .



Figure IV.6 : les pastilles encapsulées

Après l'encapsulation, on a mis notre échantillon encapsulé dans creuset en Alumine contenant le sel dans le four de type "NABERTHERM" à température 1000°.

-Cr₂AlC : on a utilisé le sel KCl ,avec la température 1000° pendant 1 heure , et le taux é de chauffage était 5°C\ min

-Fe₂AlB₂ et le Cr₂AlB₂ : on a utilisé le sel KBr , et la température 1100° pendant 1 heure , et le taux de chauffage était 5 °C\min



Figure IV.7 : Un four a moufle

IV.2.5. Récupération des poudres :

Après refroidissement, les échantillons sont récupérés en immergeant les creusets dans de l'eau afin de dissoudre le sel. L'élimination du KBr est ensuite facilitée à l'aide d'une spatule en acier inoxydable (INOX).

Après récupération, les poudres sont placées dans des béchers remplis d'eau distillée, puis soumises à une agitation à l'aide d'un agitateur magnétique pendant une heure. Cette étape permet d'assurer un nettoyage efficace des poudres en éliminant les résidus de sels utilisés.

Chapitre IV : méthode expérimentale



Figure IV.8: agitateur magnétique

Une fois correctement rincées, une étape finale de filtration est requise, puis les poudres sont Séchées dans une étuve de la marque MEMMERT.

Chapitre IV : méthode expérimentale



Figure IV.9 : étuve la marque MEMMERT.



Figure IV.10 : la poudre Apres séchage

Chapitre IV : méthode expérimentale

IV.3. Préparation des échantillons par le procédé de FSP :

IV.3.1. Métal de base (matériaux à traiter) :

Le matériau utilisé dans ce travail est l'**alliage de Magnésium AZ31B** dont la composition chimique est indiquée dans le tableau **Tableau .IV. 1** sous forme de tôle (**200 mm x 200 mm x 8 mm**) pour un traitement par friction malaxage, la tôle est représentée dans la figure I **IV. 1**.



Figure IV.11 : tôle d'alliage de Magnésium AZ31B.

Tableau IV.2 : composition chimique d'alliage de Magnésium AZ31B

Élément	Al	Zn	Mn	Si	Mg	Ba
Proportion	2,97	1,03	0,35	0,01	(Ba)	(Ba)

IV.3.2. Machine utilisée dans le procédé :

a) Fraiseuse horizontale automatique :

Une fraiseuse horizontale (**figure IV.2b**) a été utilisée pour l'usinage des rainures. Qui sont de 3 mm de profondeur et de 2 mm de largeur à l'aide d'une lame circulaire à coupe.

b) La fraiseuse verticale automatique :

Une fraiseuse verticale automatique (**figure IV.a**) pour effectuer notre procédé FSP (l'élaboration).

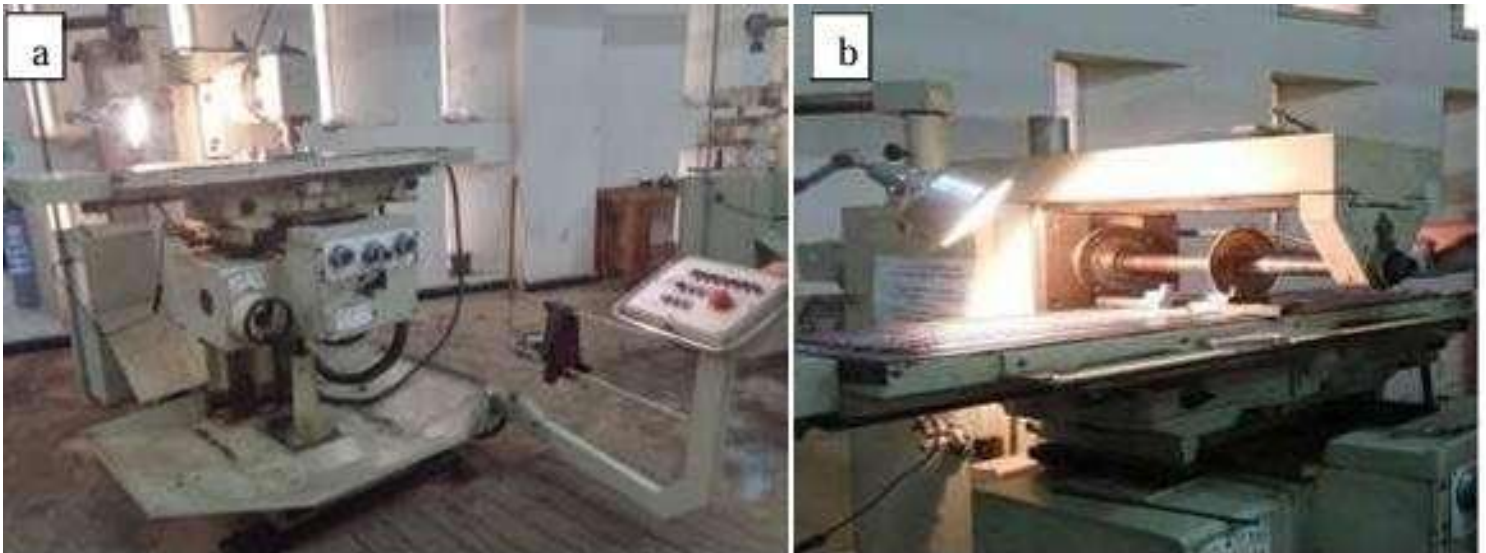


Figure IV.12 : a) Fraiseuse automatique vertical. b) Fraiseuse automatique horizontal

Les outils de friction : un outil non consommable en acier qui contient un épaulement (20mm Ø) sans borne qui contient un pion de (6 mm Ø) et de 3 mm de longueur réalisé au niveau de l'atelier d'usinage au département de Génie Mécanique.

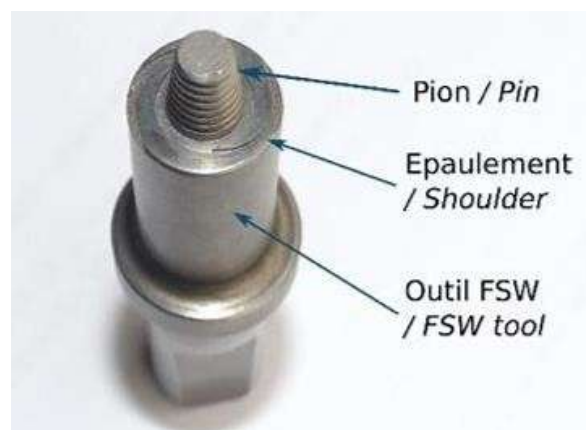


Figure IV.13 : l'outil FSP

Chapitre IV : méthode expérimentale

a) Découpage de la tôle : Le découpage de la tôle est réalisé dans une fraiseuse horizontale automatique à l'aide d'une lame circulaire de 2 mm d'épaisseur (**figure IV.14**).



Figure IV .14 : le découpage de la tôle

b) L'usinage des rainures sur la surface de la tôle :

Pour l'usinage des rainures sur la tôle on utilise la fraiseuse horizontale automatique à l'aide d'une lame de coupe circulaire de 2 mm d'épaisseur et avec un jet d'eau (lubrifiant) pour la lubrification et pour éviter l'affectation thermique de la tôle. On réalise des rainures de 3 mm de profondeur et 2 mm de largeur sur la surface de la tôle et entre une rainure et une autre une distance de 20 mm pour la configuration 1^{re} et pour la 2^e configuration de 2 rainures entre chaque rainure on a une distance de 10 mm .

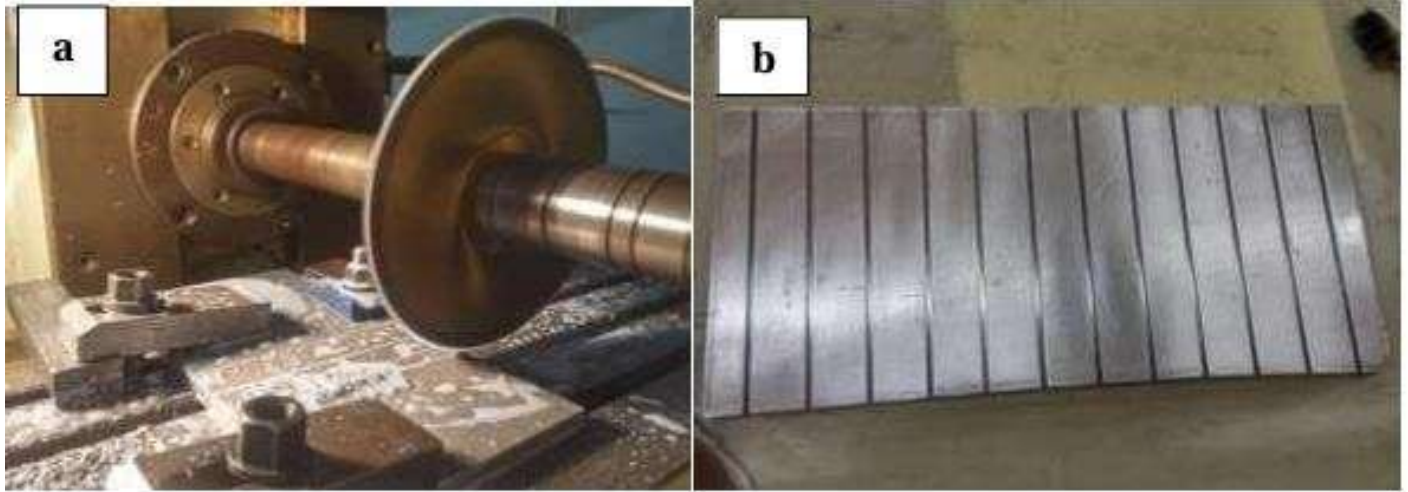


Figure IV.15 : a) Fraiseuse horizontale automatique d'usinage (l'usinage de la tôle). b) la tôle après l'usinage des rainures.

c) Remplissage de la poudre :

Le remplissage des rainures se fait en deux méthodes différentes :

-Remplir les rainures en poudre des phases : Cr_2AlC , Cr_2AlB_2 , Ti_3SiC_2 et Fe_2AlB_2 avec un bon compactage.

-La méthode de fermeture des rainures, après avoir rempli les rainures en poudre des phases : Cr_2AlC , Cr_2AlB_2 , Ti_3SiC_2 et Fe_2AlB_2 avec compactage. La rainure est fermée à l'aide d'un outil non-consommable qui ne contient pas un pion à l'épaule.

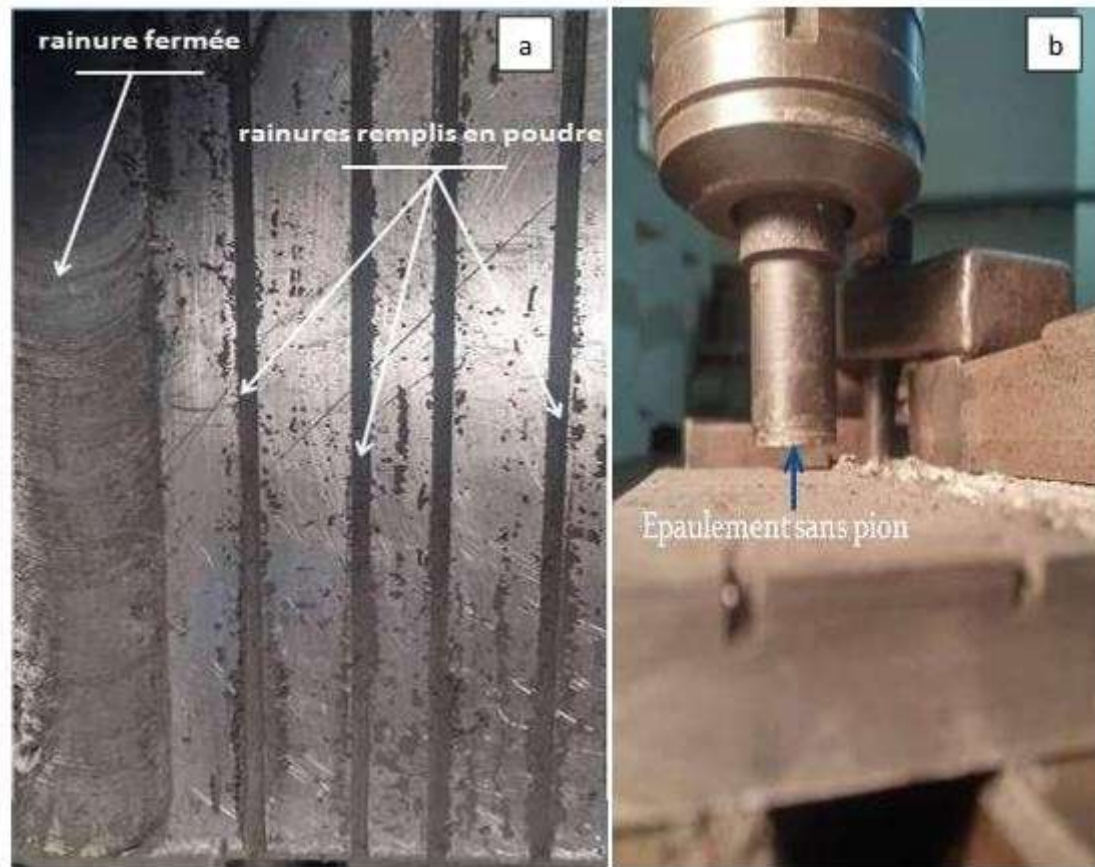


Figure IV.16 : a) remplissage de la poudre dans les rainures. b) outil sans pion.

IV.4. Le procédé FSP :

Dans notre travail on utilise une fraiseuse verticale automatique pour effectuer notre procédé FSP (friction stir processing le traitement par friction malaxage).

Le montage nécessaire pour l'élaboration du procédé FSP est représenté dans **la figure IV . 17**, et pour cela on fixe la tôle de magnésium sur la table de la fraiseuse à l'aide d'un bridage, avec le montage de l'outil qui doit être fixe dans le mandrin de la fraiseuse à l'aide d'un porte-outil.

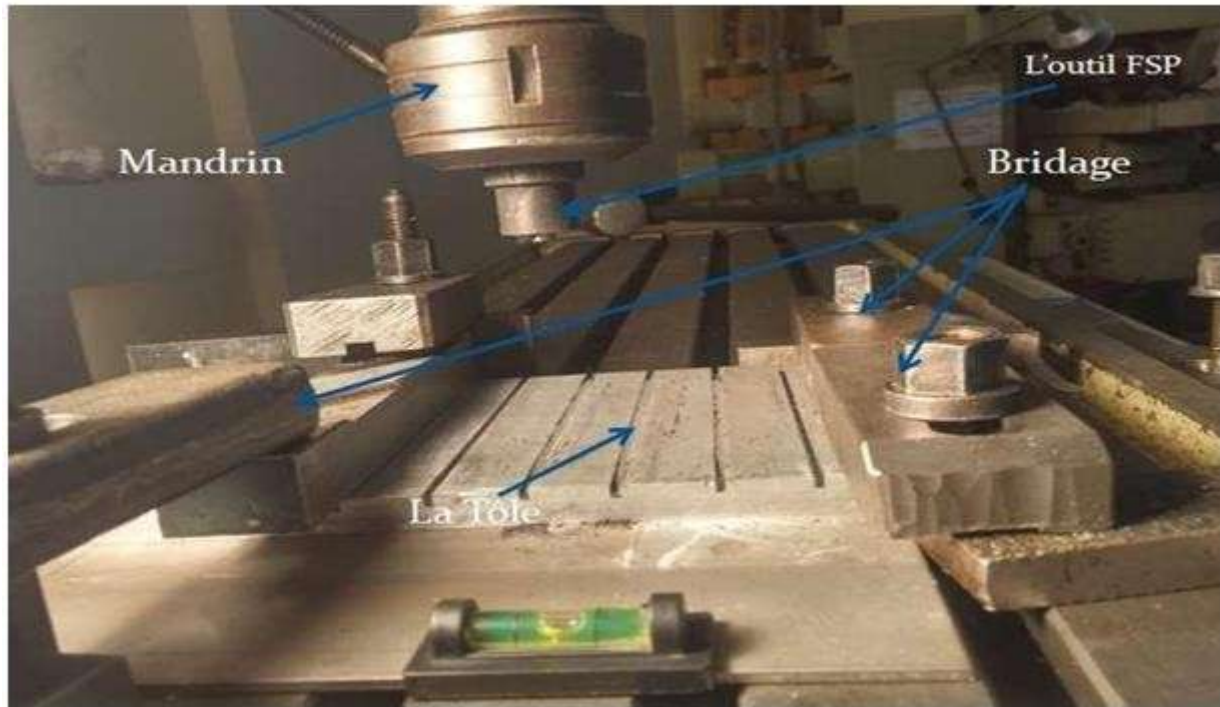


Figure IV.17 : le montage expérimental.

IV.4.1. Les étapes d'élaboration du procédé :

- . **La pénétration de l'outil** : pendant que l'outil tourne à une vitesse de rotation de 1200 rpm, le pion de l'outil est forcé dans la tôle (pénétrant dans la tôle pour une épaisseur de 3 mm) et l'épaulement entre en contact avec la surface de la tôle. Le frottement entre l'outil et la surface de la tôle génère une chaleur qui ramollit le matériau (**AZ31B**) sans atteindre la température de fusion du matériau
- . **Le déplacement de l'outil** : l'outil FSP rotatif est transversal selon la direction souhaitée avec une vitesse d'avance de 8 mm/s selon le long de la rainure. La rotation du pion fait l'action d'agitation du métal de base ramolli et un chauffage est produit par le frottement de l'épaulement rotatif et la surface de la tôle
- . **Le dégagement de l'outil** : à la fin de la zone traitée (extrémité de la tôle) l'outil remonte verticalement à la même vitesse de rotation initiale

Les étapes d'élaboration sont schématisées dans la figure IV.18

Chapitre IV : méthode expérimentale



1^{re} étape : pénétration de l'outil.



2^e étape : le déplacement de l'outil selon la transversal de la tôle



3^e étape : dégagement de l'outil.

Figure IV.18 : les étapes d'élaboration. a) pénétration de l'outil. b) déplacement de l'outil selon la transversal de la tôle. c) dégagement de l'outil.

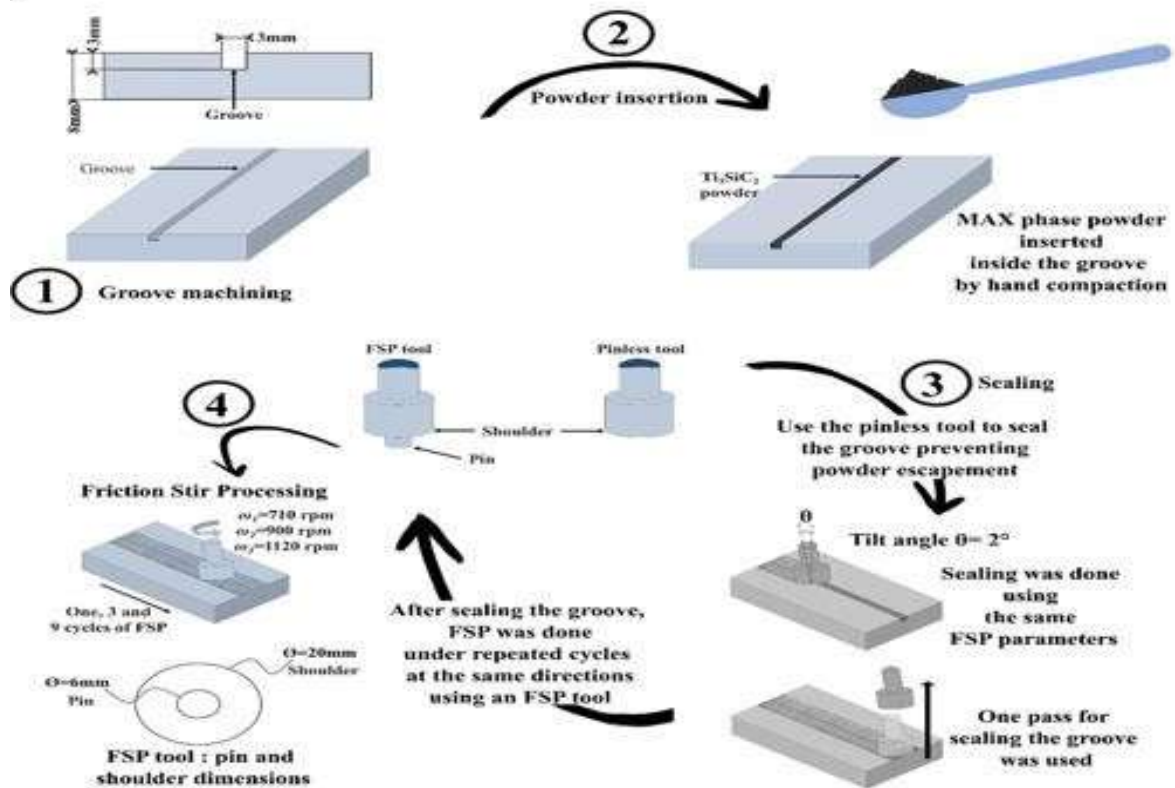


Figure IV.19 : les principales étapes du procédé FSP

IV.5. Préparation des échantillons :

IV.5.1. Le découpage des zones traitées :

Pour le découpage des zones traitées, on a utilisé une scie à métaux au niveau de l'atelier d'usinage du département de génie mécanique.

Le découpage a été fait dans le plan transversal de la zone de traitement par friction-malaxage. Après avoir découpé chaque zone de traitement selon chaque configuration, on découpe des échantillons de 20.20 mm^2 . Le début et la fin de la zone traitée ont été évités car ils présentaient des irrégularités.

Chapitre IV : méthode expérimentale

IV.5.2 : Le polissage mécanique des échantillons :

La première étape c'était le polissage grossier ou on a fait le polissage à la main, en utilisant des papiers abrasifs du grade allant de 80 jusqu'à 4000. Il est connu que le magnésium est très sensible à l'oxydation, donc on a utilisé l'éthanol au lieu de l'eau pour la lubrification durant le polissage.

Ensuite, on a procédé vers la deuxième étape qui est le polissage de finition, à l'aide d'une suspension diamantée grade 1 \ 4 Micromètre sur un tissu velours, et en rinçant toujours avec l'éthanol. À la fin, on sèche l'échantillon à l'aide d'un séchoir.

Pour observer les différentes microstructures, on a fait une attaque chimique avec une solution d'acide picral constituée de : 5ml acid acetic , 5 ml d'eau distillé , 2,1 gr d'acide picrique et 35 ml d'éthanol , pendant 10 seconds



Figure IV.20 : La suspension diamantée de 1\4 micromètre



Figure IV.21 : Polisseuse

IV.6. La caractérisation des échantillons :

IV.6.1. La caractérisation optique :

- La Microscopie Optique : Il s'agit d'une observation de la surface moyennant des agrandissements allant de 50 à 1000. Dans un microscope optique la lumière (composée de photons) passe à travers un condenseur enfin lumineux en un rayon de lumière. La lumière ainsi focalisée traverse l'échantillon. La lentille de l'objectif permet un premier agrandissement (entre x100 et x500) puis la lentille l'oculaire apporte un deuxième grossissement (en général x10) et l'il reçoit enfin l'image :

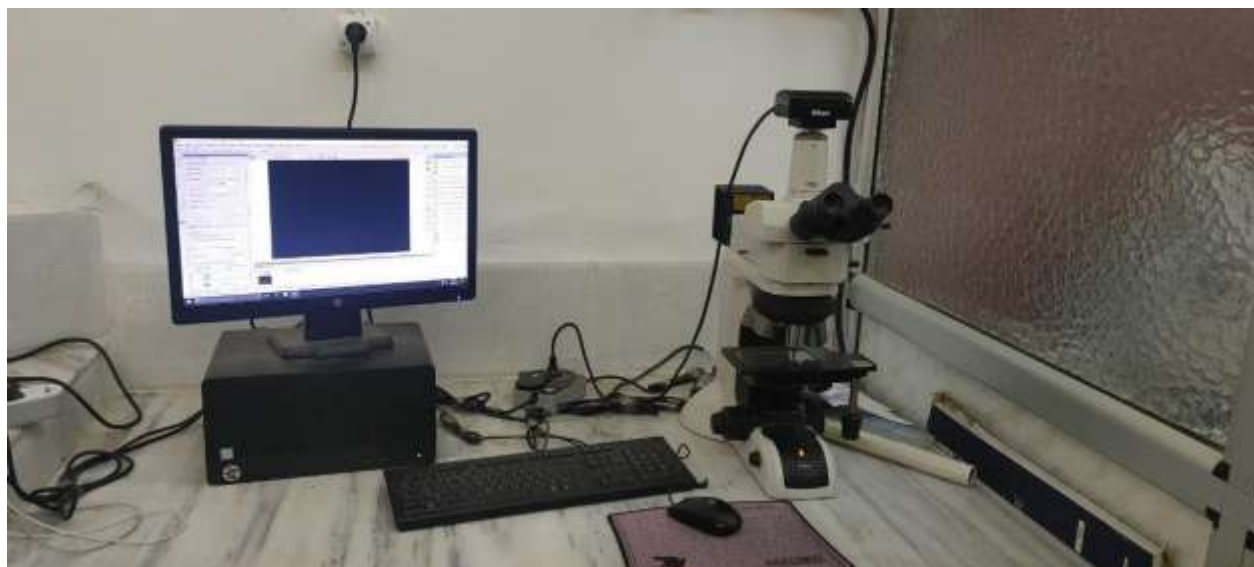


Figure IV.22 : le microscope optique Nikon Éclipse

Agrandie. L'agrandissement final correspond au produit des deux grossissements des deux lentilles de verre la figure représente le principe d'un microscope optique.

La qualité de l'image dépend du pouvoir de résolution du microscope qui est en grande partie liée à la qualité des lentilles grossissantes et également à la longueur d'onde de L'examen micrographique des échantillons a été effectué l'aide d'un microscope optique Nikon ECLIPSE LV100ND. Les clichés sont obtenus par l'intermédiaire d'une caméra en couleur Nikon la lumière ($0.4\mu\text{m}$ à $0.7\mu\text{m}$). La limite de résolution du microscope standard est de $0.22\mu\text{m}$, ce qui permet au final un agrandissement possible de 1000 fois sans perte de qualité. En dessous de cette limite de résolution le microscope optique ne permet pas d'avoir une image correcte.

IV.6.2. Caractérisations tribologiques :

Le comportement tribologique n'est pas une propriété intrinsèque, mais dépend des caractéristiques mécaniques et structurales des matériaux en contact. Les essais ont été réalisés avec un tribomètre rotatif de type « bille sur plan » (TRIBO technic), au Centre de Recherche en Technologie Industrielle (CRTI), en mode rotation, avec une bille en acier 100Cr6 (diamètre 6 mm, module d'Young 205 GPa) utilisée comme contre-corps.

Chapitre IV : méthode expérimentale

Les tests ont été effectués dans des conditions non lubrifiées, à température ambiante (22,4 °C) et avec une humidité relative de 35,6 %. Les mesures incluent :

- le **coefficient de frottement dynamique et instantané**,
- la **perte de masse** (avant/après pesée),
- et le **taux d'usure**, calculé via le logiciel tribotester couplé au tribomètre.

Ce dispositif permet aussi l'analyse des pistes d'usure, essentielles pour comprendre les mécanismes d'usure. Il comprend une table rotative, des capteurs de température et d'humidité, un système de positionnement vertical/lateral motorisé, et un bras supérieur permettant l'application des charges .



Figure IV.23 : Tribomètre de type Anton Paar CSM tribomètre, switzerland

Chapitre IV : méthode expérimentale

IV.6.3. Caractérisations mécaniques :

IV.6.3.1. Essais Micro-dureté Vickers :

Des mesures de micro-dureté ont été réalisées sur les 5 échantillons avec une machine de microdureté automatique Vickers (La force appliquée est de 3 kg pendant 10 secondes sur 2 profils horizontal le 1er est à 1 mm de la surface de traitement selon l'épaisseur et une autre ligne à 2mm de la surface de traitement selon l'épaisseur de l'échantillon avec un pas de 0.3 mm et autre profile vertical dans le noyau pour une épaisseur de 4.5 mm avec un pas de 0.3 mm. La force a été vérifiée sur les zones traitées ont été sélectionnées. Les indentations ont été faites sur une ligne horizontale de la zone traitée de manière à cibler toutes les zones (ZAT, ZATM, Noyau) de la surface des composites afin de comparer la dureté.



Figure IV.24 : la machine de microdureté automatique Vickers

Chapitre V :

Discussion et Résultats

1. Microstructures :

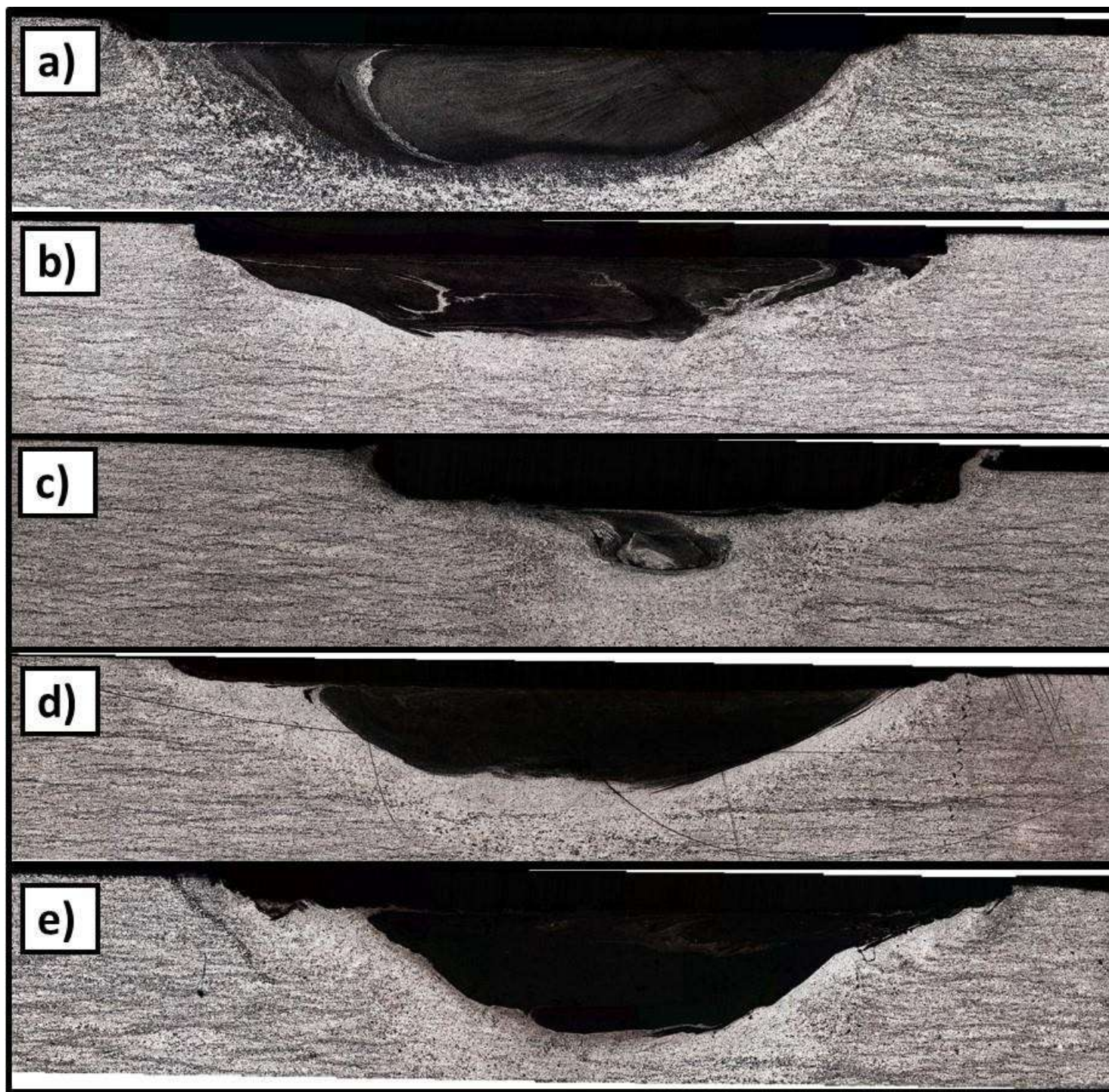


Figure V.1 : Micrographies optiques des vues panoramiques des joints de malaxage pour les différents échantillons, a) FSP0, b) Fe_2AlB_2 , c) Cr_2AlC , d) Cr_2AlB_2 et d) Ti_3SiC_2 .

FSP 0 :

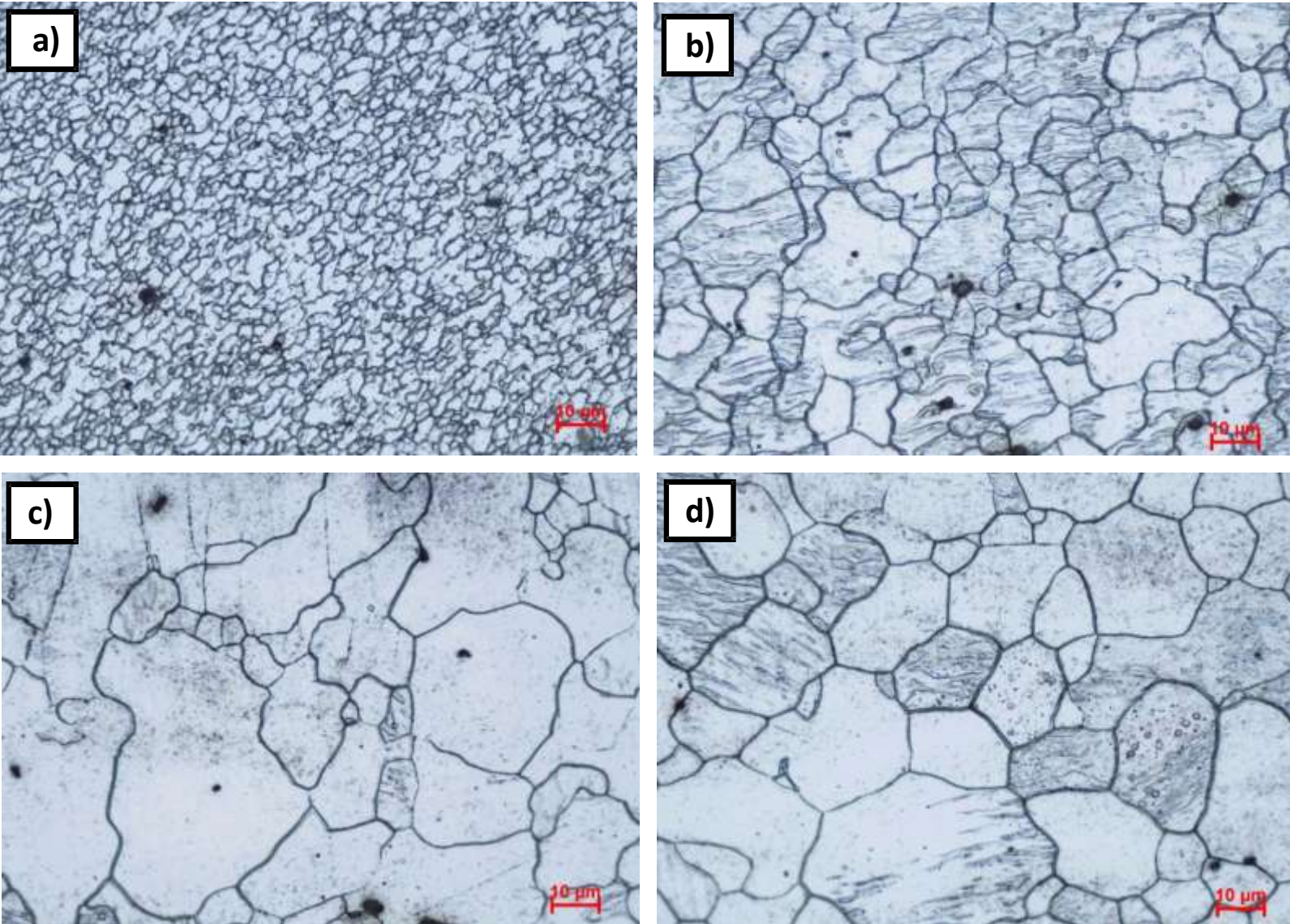


Figure V.2 : Microstructures des différentes zones de l'alliage AZ31B (FSP0),
a) Zone de malaxage (ZM), b) Zone affecté Thermomécaniquement (ZATM), c)
Zone affecté thermiquement (ZAT) et d) Métal de base (MB)

Fe₂AlB₂

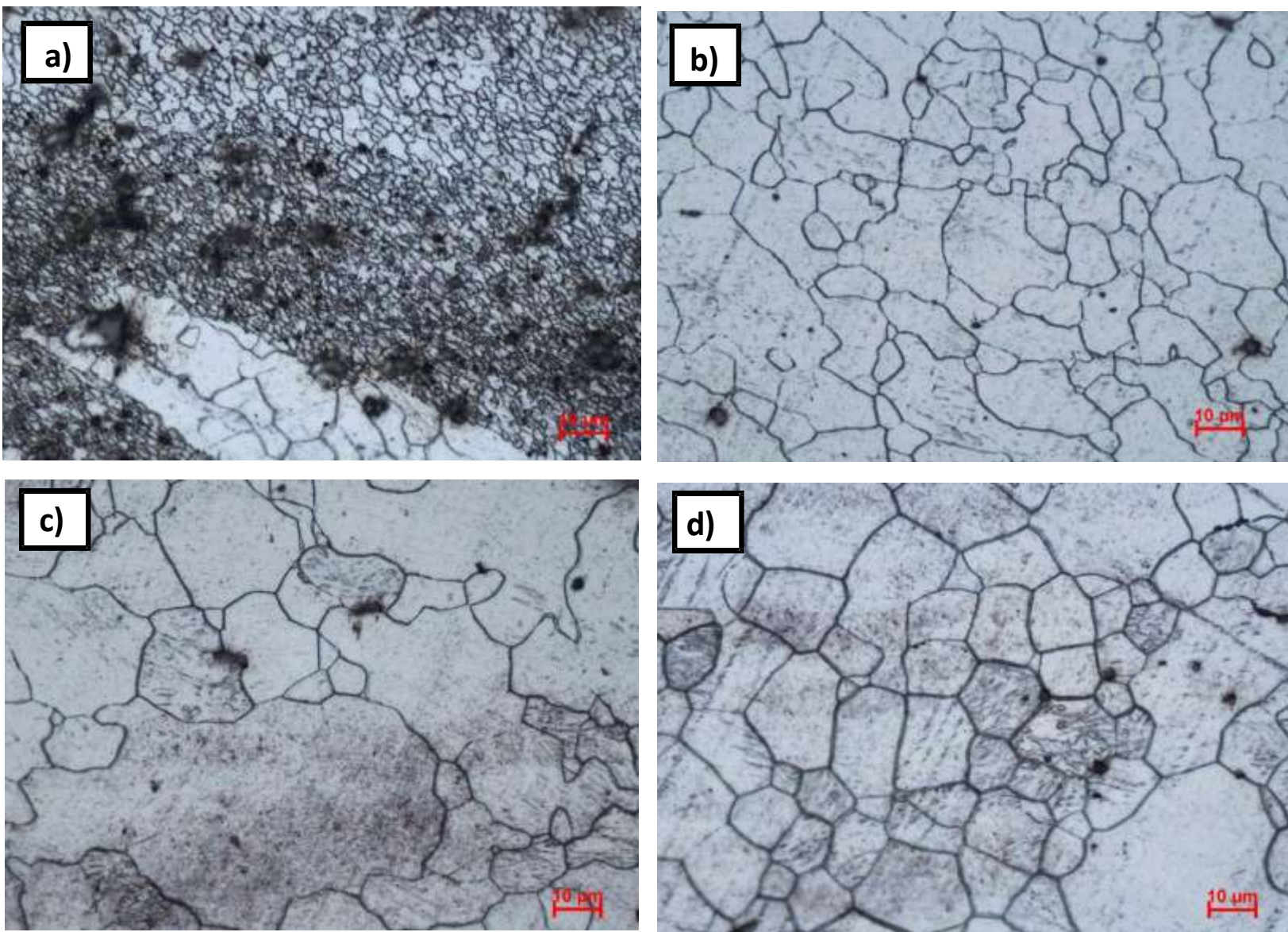


Figure V.3 : Microstructures des différentes zones du composite AZ31B/Fe₂AlB₂,
a) ZM, b) ZATM, c) ZAT et d)

Cr₂AlC

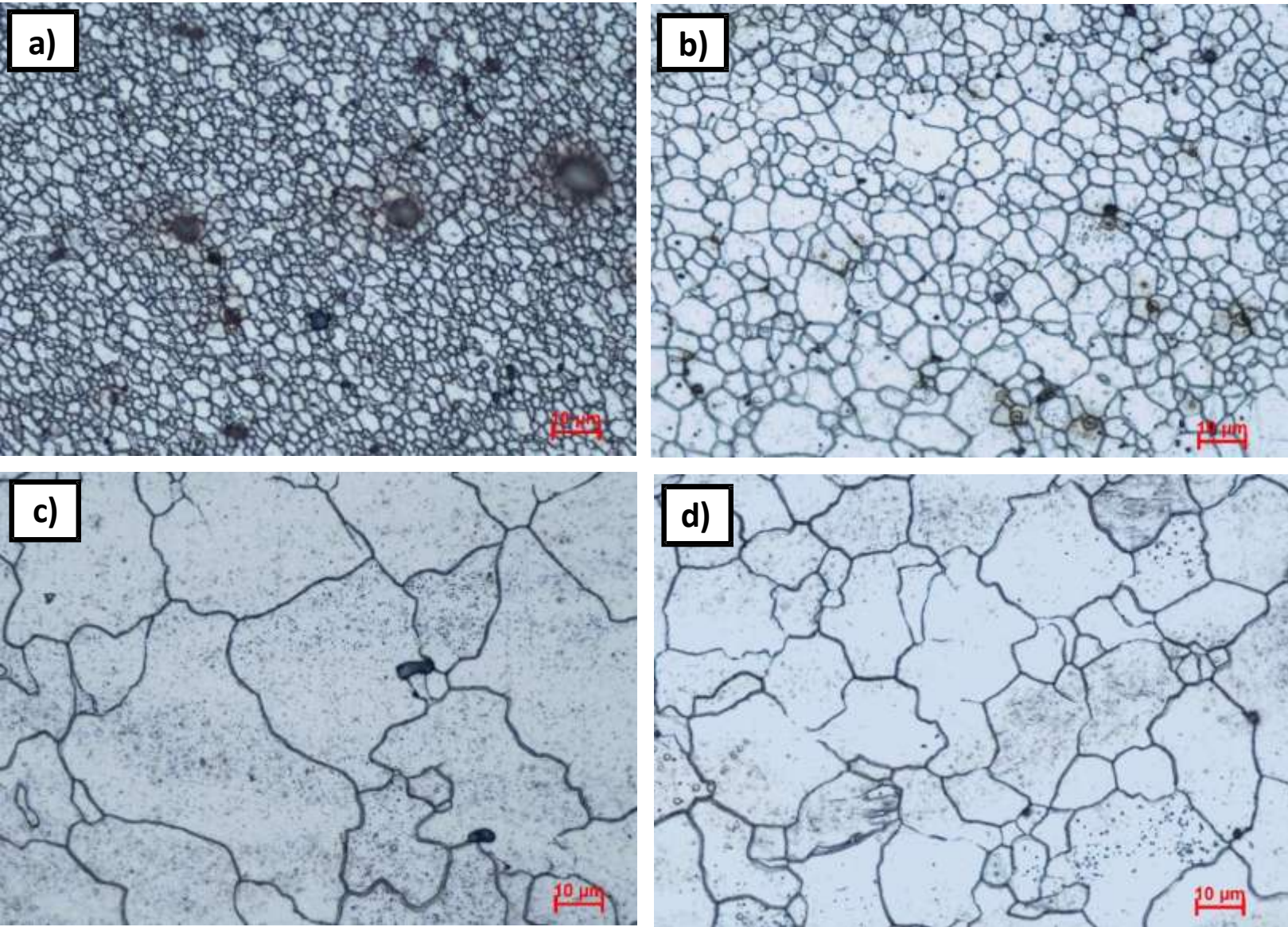


Figure V.4 : Microstructures des différentes zones du composite AZ31B/Cr₂AlC,
a) ZM, b) ZATM, c) ZAT et d) MB

Cr₂AlB₂

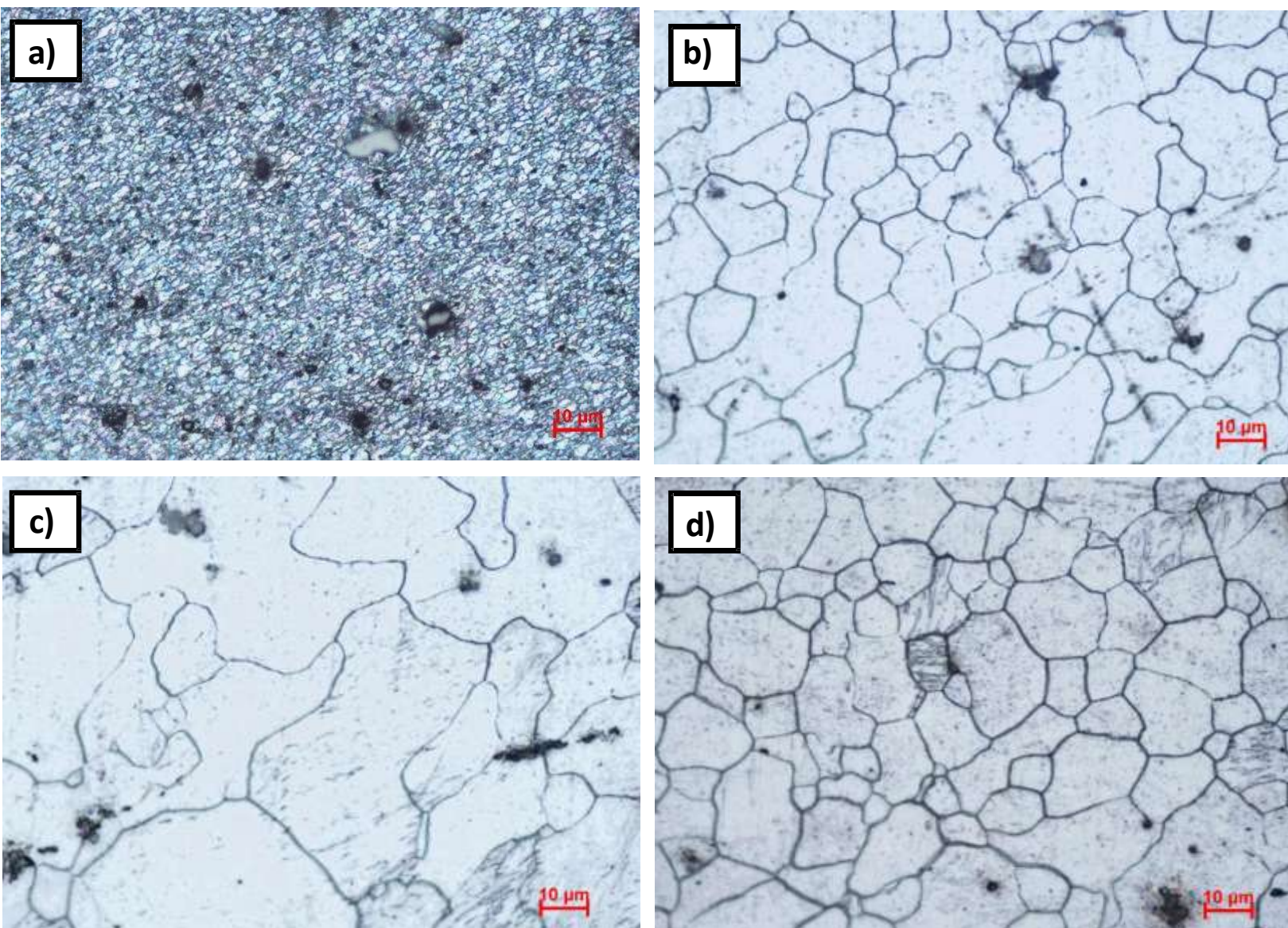


Figure V.5 : Microstructures des différentes zones du composite AZ31B/Cr₂AlB₂,
a) ZM, b) ZATM, c) ZAT et d) MB

Ti_3SiC_2

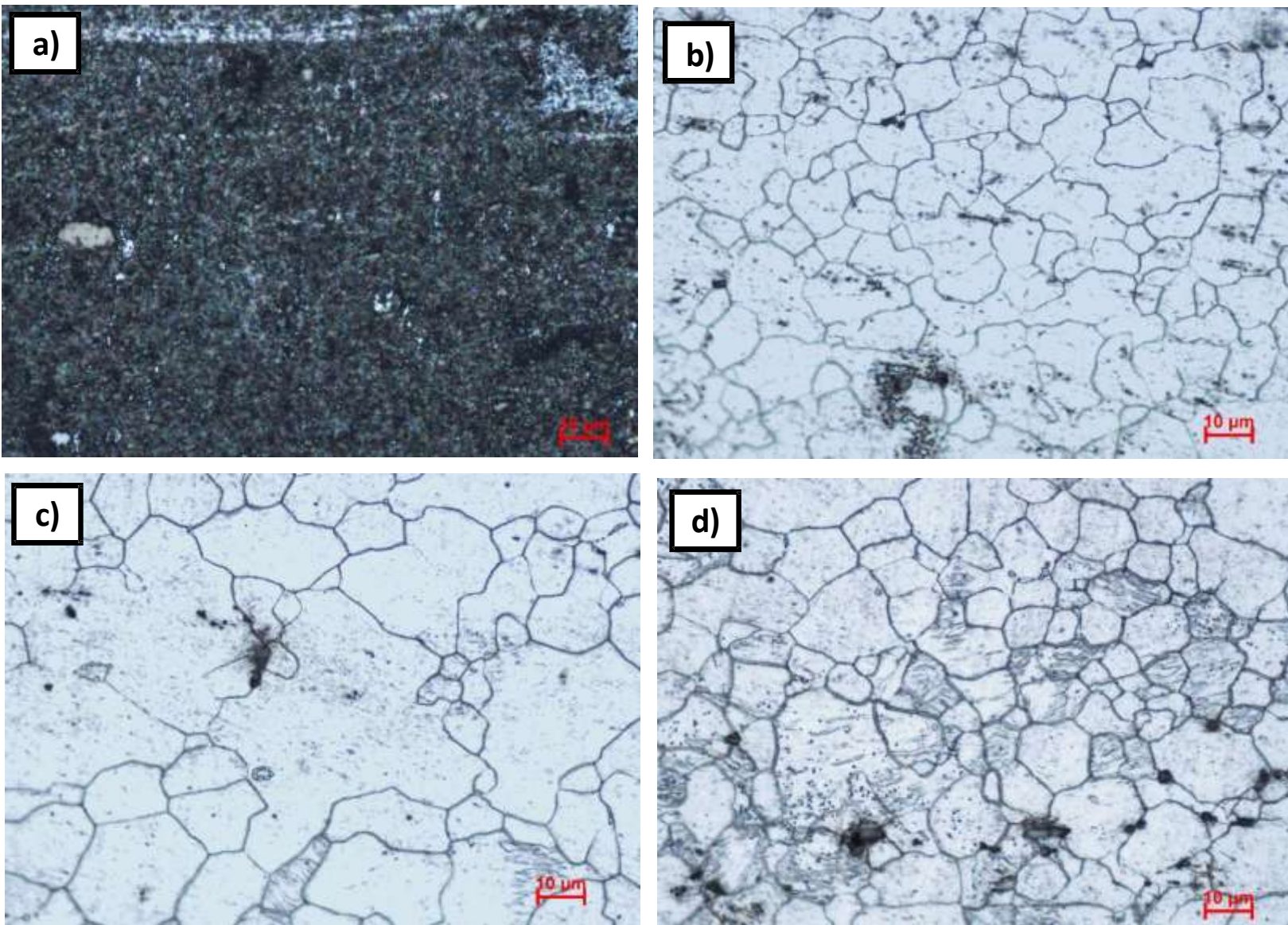


Figure V. 6 : Microstructures des différentes zones du composite AZ31B/Ti₃SiC₂,
a) ZM, b) ZATM, c) ZAT et d) MB

Chapitre V : Discussion et Résultats

Tableau V.1 : les valeurs de la taille des grains

Echantillon\Zone	MB	ZATM	ZAT	ZM
FSP 0	226,81155 μm	99,64613 μm	565,63205 μm	13,44439 μm
Ti3SiC2	150,71038 μm	106,26547 μm	355,92706 μm	2276 μm
Fe2AlB2	130,422 μm	335,61394 μm	59,26927 μm	8,51828 μm
Cr2AlC	169,61191 μm	51,48693 μm	929,05886 μm	6,58011 μm
Cr2AlB2	367,62234 μm	254,49597 μm	349,35024 μm	2,54762 μm

Des observations microscopiques ont été réalisées sur la section transversale de l'échantillon du composite de surface AZ31B renforcé avec des phases MAX et MAB. Les images obtenues par microscopie optique à un grossissement de 500X révèlent les différentes zones affectées par le procédé de friction stir processing (FSP) (Figures V.2.3.4.5 et 6). Dans la zone de malaxage (ZM), une microstructure caractérisée par le raffinement des grains et une forte densité de joints de grains a été observée (Figure V.2.3.4.5.6, a), en comparaison avec les grains plus grossiers du matériau de base (MB) (Figures V.2.3.4.5.6, d). Cette observation est corroborée par l'analyse de la taille des grains présentée dans **le tableau (V .1)**. La zone affectée thermomécaniquement (ZATM), visible dans les Figures V.2.3.4.5.6, b) ainsi que la zone affectée thermiquement (ZAT) (Figures V.2.3.4.5.6, c), entourent entièrement la SZ recristallisée. Dans la (ZATM), une densité de joints de grains plus élevée que celle observée dans la région du (MB) est mise en évidence, bien que la taille moyenne des grains y soit plus grande que dans la (ZM) mais plus petite que dans le (MB). Des caractéristiques similaires sont également observées dans la(ZAT). Dans ces zones, les effets de la recristallisation dynamique et de la déformation plastique sont moindres, en raison d'une dissipation thermique significative vers le matériau de base.

Dans le cas du composite renforcé avec la phase MAX, L'image (Figure V .1.a) montre une microstructure très fine, homogène, avec des grains difficilement discernables à l'œil nu, ce qui suggère un fort raffinement de la structure, typique d'un traitement par FSP (Friction Stir Processing) bien optimisé. L'aspect très dense et la faible taille apparente des grains indiquent une possible structure submicronique, voire nanométrique. L'optimisation des conditions de friction

stir processing (FSP) pour l'alliage AZ31B permet d'obtenir un raffinement microstructural significatif, avec une taille de grains pouvant atteindre l'échelle submicronique voire nanométrique. Pour cela, il est essentiel de combiner une vitesse de rotation modérée avec une vitesse d'avance élevée selon l'article[25], afin de générer une déformation plastique intense tout en limitant la montée excessive en température qui favoriserait la croissance des grains. L'emploi de plusieurs passes renforce le raffinage par recristallisation dynamique répétée. Ces conditions, associées à une géométrie d'outil optimisée, permettent d'atteindre des tailles de grains comprises entre 100 et 500 nm, avec des résultats encore plus fins (environ 1,9 μm). Ce raffinement microstructural s'accompagne d'une amélioration notable des propriétés mécaniques, notamment une dureté accrue, rendant le FSP sous conditions contrôlées particulièrement adapté pour améliorer la performance de l'alliage AZ31B dans des applications exigeantes [26].

2. Evaluation des propriétés mécaniques :

➤ Evaluation de la Micro-Dureté Vickers :

Les variations de microdureté sur les sections transversales FSP sont présentées dans la figure ... Les résultats ont montré que l'AZ31B a connu une augmentation significative de sa dureté lorsqu'il a été renforcé avec les différentes céramiques utilisées dans ce travail (Ti_3SiC_2 , Fe_2AlB_2 , Cr_2AlC , Cr_2AlB_2) ; Tandis que le composite AZ31B/ Ti_3SiC_2 possède la valeur de dureté la plus élevée, atteignant un maximum de 180 HV, soit près du double de celle des matériaux initiaux. La matrice AZ31B non renforcée avait une valeur de dureté environ 54 Hv. Après l'intégration de la phase MAB (Fe_2AlB_2), la dureté a augmenté jusqu'à une valeur moyenne de 84 Hv. Pour le composite AZ31B \ Cr_2AlB_2 , la dureté de la matrice AZ31B non renforcée était d'environ 40 Hv, Après l'incorporation de la phase MAB, la dureté moyenne a augmenté jusqu'à une valeur moyenne de 75 Hv. D'autre part, la matrice AZ31B non renforcée présentait une dureté d'environ 51 Hv. Après l'incorporation de la phase MAX (Cr_2AlC), la valeur de dureté moyenne a augmenté de manière significative, atteignant environ 81 Hv. Ces valeurs indiquent que l'incorporation des phases MAB et MAX dans la matrice de magnésium AZ31B conduit à une augmentation notable de Dureté. Cette amélioration significative suggère un effet de renforcement clair et direct des phases introduites sur les propriétés mécaniques du composite.

Il convient de noter que les composites à matrice métallique (MMC) utilisant des particules comme renfort présentent différents mécanismes de renforcement : renforcement des joints de grains et de

Chapitre V : Discussion et Résultats

sous-grains (relation de Hall-Petch), dislocations induites par la différence de coefficient de dilatation thermique (CTE) entre la matrice et le renfort, déformation élastique à l'interface matrice-renfort et blocage des dislocations dû aux particules de renfort (théorie d'Orowan). Dans les composites à matrice d'alliages de magnésium élaborés par la technique FSP, il a également été rapporté que la taille des grains a un impact direct sur la dureté. Étant donné que l'augmentation du nombre de passes d'outil entraîne un affinement des grains et des particules [27]. La figure 1 présente les micrographies optiques des différentes zones des échantillons FSP. On observe clairement que tous les échantillons ont présenté un affinement significatif des grains dans la zone agitée et présentent des interfaces nettes entre la matrice de magnésium et les particules de renforcement, ce qui explique la dureté plus élevée enregistrée dans ces régions. Parmi les mécanismes mentionnés ci-dessus, le renforcement des joints de grains a été identifié comme le principal facteur influençant la dureté de nos composites.

En conclusion, l'ajout de Ti_3SiC_2 a démontré une amélioration exceptionnelle de la dureté des composites AZ31B, trois fois supérieure à celle du métal de base AZ31B, offrant des améliorations significatives par rapport aux autres particules céramiques testées.

Ces résultats suggèrent que le Ti_3SiC_2 est un choix particulièrement pertinent pour améliorer les propriétés mécaniques des composites AZ31B, notamment en termes de dureté.

Selon l'article [28], la supériorité du Ti_3SiC_2 comme renfort dans les composites à base de magnésium est principalement attribuée à deux facteurs. Premièrement, la morphologie des particules de Ti_3SiC_2 , caractérisée par des microfissures et des délaminages, favorise un fort emboîtement mécanique avec la matrice de magnésium, assurant un transfert de charge efficace. Deuxièmement, l'affinité de l'aluminium, souvent présent dans les alliages de magnésium (tels que la série AZ), pour le Ti_3SiC_2 permet une meilleure liaison interfaciale, optimisant ainsi les propriétés mécaniques du composite. À l'inverse, les autres particules de renforcement, avec leurs particules plus lisses et leur interaction moins favorable avec l'aluminium dans la matrice (potentiellement exacerbée par la présence de zinc), ne parviennent pas à atteindre le même niveau de performance de renforcement.

Chapitre V : Discussion et Résultats

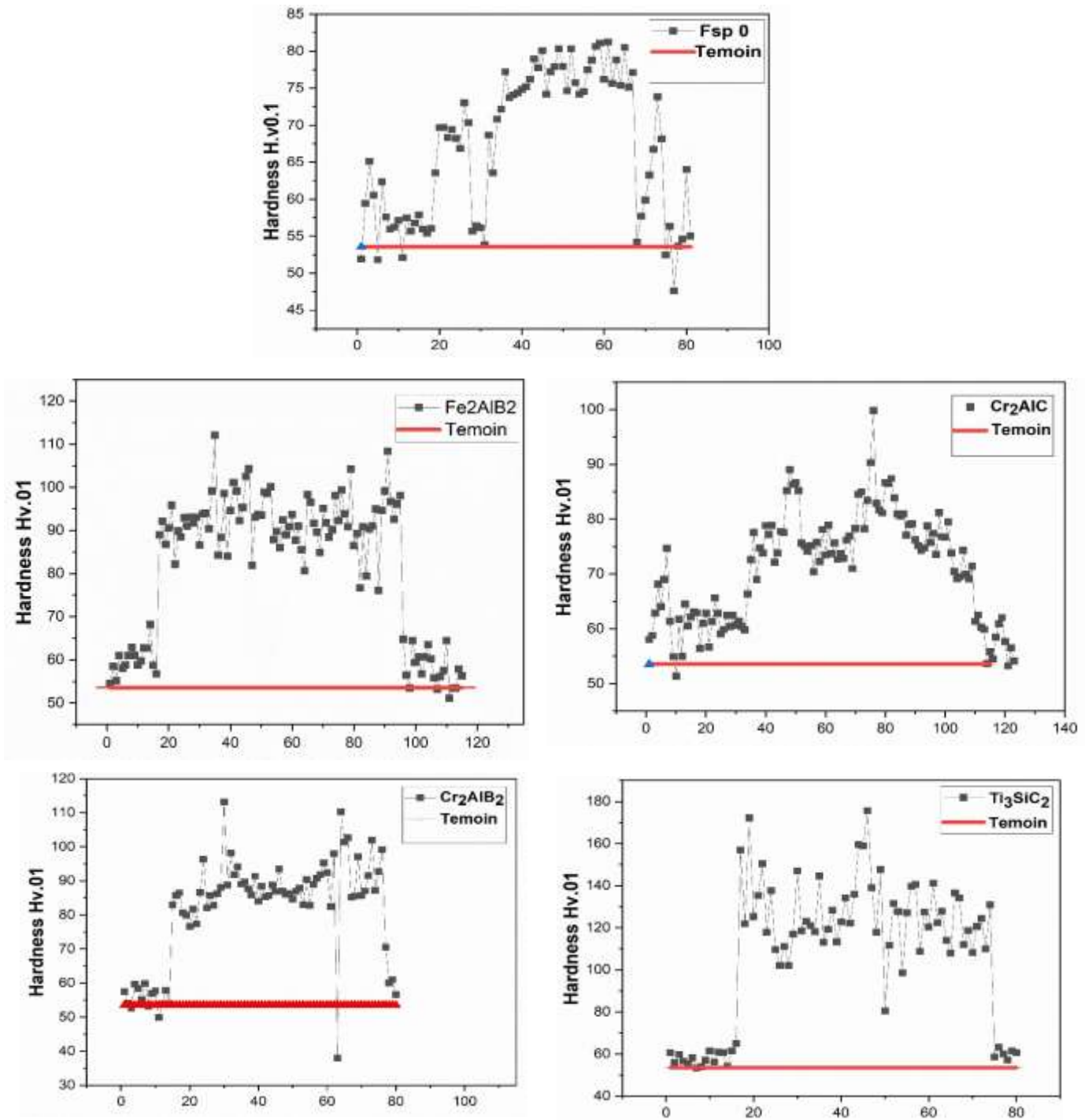


Figure V.7 : Variation de la Microdureté vickers à travers le joint de malaxage pour les différents échantillons élaborés.

Evaluation du coefficient de friction :

L'alliage de magnésium AZ31B, malgré sa faible densité et ses bonnes propriétés mécaniques, présente une résistance à l'usure limitée. L'incorporation de particules céramiques via friction stir processing (FSP) est une voie prometteuse pour améliorer ses performances tribologiques. Cette étude évalue l'évolution du coefficient de frottement de l'AZ31B et de ses composites FSP'ed renforcés par (Fe_2AlB_2 , Cr_2AlC , Cr_2AlB_2 , Ti_3SiC_2), afin de déterminer leur potentiel sous différentes conditions de frottement.

On observe que, pour toutes les charges, le matériau témoin (AZ31B) présente un FCOF plus élevé et nettement plus fluctuant, surtout à partir de 5 N, où les pics de frottement deviennent très marqués, indiquant une dégradation rapide de la surface et une usure prononcée. La fluctuation accrue du coefficient de frottement dans l'alliage AZ31B pur à haute charge est liée à la formation de débris d'usure et à des phénomènes d'adhérence intermittents, observés dans des études sur le comportement tribologique des alliages AZ31B non renforcés selon l'articles[29]. À l'inverse les composites FSP'ed montrent une nette amélioration du comportement tribologique. À 1 N et 2 N, tous les composites présentent un FCOF inférieur à celui du témoin, avec une stabilité remarquable. Parmi eux, Ti_3SiC_2 et Fe_2AlB_2 se distinguent par un coefficient de frottement particulièrement bas et très peu de fluctuations, ce qui traduit une excellente résistance à l'usure. Pour Cr_2AlC et Cr_2AlB_2 , le FCOF reste également inférieur au témoin, mais avec une stabilité un peu moindre, surtout pour Cr_2AlB_2 à charge plus élevée.

À 5 N, la différence s'accroît, le témoin AZ31B montre des pics importants de FCOF, alors que les composites, et en particulier Ti_3SiC_2 et Fe_2AlB_2 , maintiennent un frottement faible et stable. À 10 N, cette tendance se confirme ; Ti_3SiC_2 et Fe_2AlB_2 conservent un FCOF modéré avec peu de variations, l'efficacité des particules Ti_3SiC_2 et Fe_2AlB_2 dans la réduction du frottement est liée à leurs caractéristiques intrinsèques, notamment leur structure MAX phase pour Ti_3SiC_2 , qui confère des propriétés auto-lubrifiantes, comme expliqué dans les études sur les composites à base de phases MAX [30], tandis que Cr_2AlB_2 et Cr_2AlC affichent des valeurs intermédiaires, mais toujours meilleures que l'AZ31B pur.

Chapitre V : Discussion et Résultats

Le rôle du procédé FSP dans l'amélioration des propriétés tribologiques s'explique par l'affinage de la microstructure, la réduction des défauts et la dispersion uniforme des particules céramiques, ce qui a été démontré dans plusieurs publications sur les composites AZ31B traités par FSP [31]. Cela met en avant leur potentiel pour des applications nécessitant une excellente résistance à l'usure sous des conditions de charge variées.

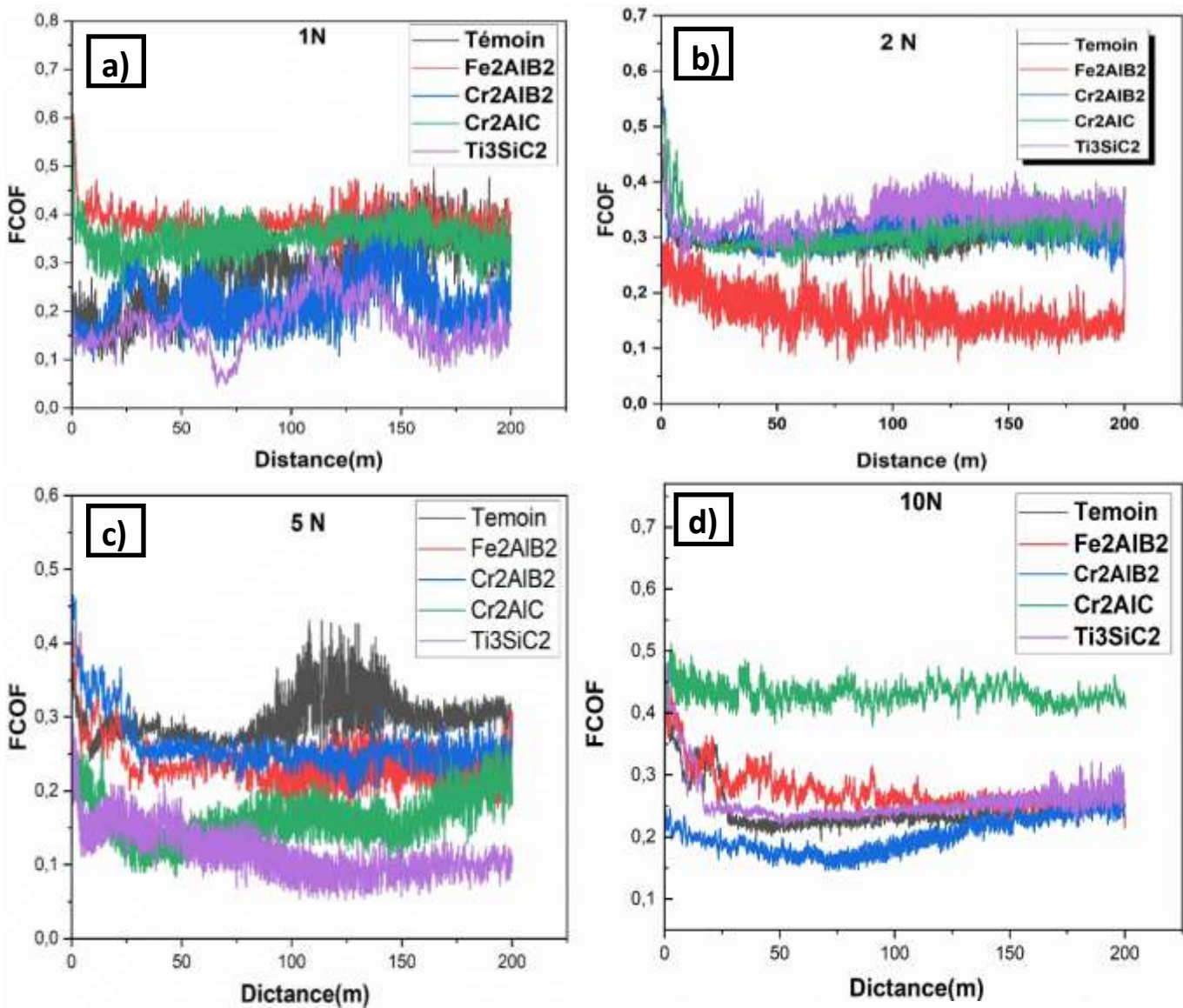


Figure V.8 : La variation du coefficient de friction durant les tests de tribologie avec différentes charges appliquées a) 1N, b) 2N, c) 5N et d) 10N.

➤ Evaluation du taux d'usure :

Les résultats des essais d'usure réalisés sous différentes charges (1 N, 2 N, 5 N et 10 N) montrent une réduction significative du taux d'usure pour la majorité des composites renforcés par rapport à l'alliage de base AZ31B, ce qui témoigne de l'efficacité des particules céramiques comme renfort. Le composite **AZ31B/Ti₃SiC₂** présente les meilleures performances tribologiques, avec des taux d'usure les plus faibles à toutes les charges appliquées, confirmant son efficacité comme agent de renforcement. Les composites **Fe₂AlB₂** et **Cr₂AlB₂** montrent également de bons résultats, bien qu'ils soient légèrement moins performants. En revanche, le **Cr₂AlC** entraîne une dégradation du comportement à l'usure, enregistrant des taux systématiquement plus élevés que l'alliage de base, ce qui limite son intérêt dans les applications nécessitant une résistance accrue à l'usure. **Sous une charge de 1 N**, le taux d'usure de l'alliage de base AZ31B atteint $2,2 \times 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$. En comparaison, le composite renforcé par **Ti₃SiC₂** présente une nette amélioration avec une valeur réduite à $1,0 \times 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$. Les composites **Fe₂AlB₂** et **Cr₂AlB₂** affichent également des baisses respectives à $1,6 \times 10^{-3}$ et $1,3 \times 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$. En revanche, le composite **Cr₂AlC** enregistre un taux d'usure plus élevé que l'alliage de base, atteignant $2,5 \times 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$. **À 2 N**, les tendances se confirment : AZ31B diminue à $1,9 \times 10^{-3}$, tandis que **Ti₃SiC₂** reste le meilleur avec $1,0 \times 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$, suivi de **Fe₂AlB₂** ($1,2 \times 10^{-3}$) et **Cr₂AlB₂** ($1,4 \times 10^{-3}$). **Cr₂AlC** affiche encore la plus mauvaise performance avec $2,1 \times 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$. **Sous une charge de 5 N**, l'alliage de base a un taux d'usure de $1,4 \times 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$, tandis que **Ti₃SiC₂** se distingue avec $0,9 \times 10^{-3}$. Les composites **Fe₂AlB₂** et **Cr₂AlB₂** suivent avec $1,1 \times 10^{-3}$ et $1,2 \times 10^{-3}$, respectivement. Le **Cr₂AlC** reste le moins performant avec $1,6 \times 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$. **À 10 N**, la tendance reste la même : le taux d'usure de l'AZ31B est de $1,2 \times 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$, tandis que **Ti₃SiC₂** atteint le taux le plus faible avec $0,8 \times 10^{-3}$. Les composites **Fe₂AlB₂** et **Cr₂AlB₂** présentent des valeurs de $1,0 \times 10^{-3}$ et $1,1 \times 10^{-3}$, alors que **Cr₂AlC** demeure le moins résistant à l'usure avec $1,5 \times 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$.

Selon les recherches précédents [32], ils ont constaté que diminution du taux d'usure observée dans les composites à matrice magnésium renforcés est principalement due à plusieurs mécanismes de renforcement. Tout d'abord, la formation de films d'oxydes protecteurs limite les réactions chimiques avec la surface de contact et réduit l'usure par oxydation. Ensuite, l'introduction de particules céramiques dures (telles que SiC, Ti₃SiC₂ ou AlB₂) améliore la dureté globale du matériau, ce qui freine la déformation plastique et réduit l'usure abrasive.

Chapitre V : Discussion et Résultats

De plus, ces particules peuvent former une couche de transfert stable qui agit comme un lubrifiant solide, diminuant ainsi l'usure adhésive. Certains composites permettent également une réduction de l'usure par délamination, en limitant la propagation des fissures en sous-surface grâce à une microstructure plus fine et plus stable thermiquement. Ainsi, les principaux types d'usure atténués sont : l'usure abrasive, adhésive, par oxydation, par délamination, et la déformation plastique sévère[33].

Dans notre travail, et Selon l'article [34] , la différence de perte d'usure entre les matériaux tend à diminuer à mesure que la charge appliquée augmente. Ce phénomène est principalement lié à l'écrouissage progressif qui se produit pendant les cycles d'usure, entraînant un durcissement de la surface du matériau. Lorsque la microstructure est affinée, avec une taille de grain plus petite, cela augmente la surface des joints de grains, ce qui favorise la génération d'un plus grand nombre de dislocations lors de la déformation. Cette densité accrue de dislocations contribue à améliorer la résistance à l'usure par renforcement structural localisé, réduisant ainsi la perte de matière, même sous des charges plus élevées.

Chapitre V : Discussion et Résultats

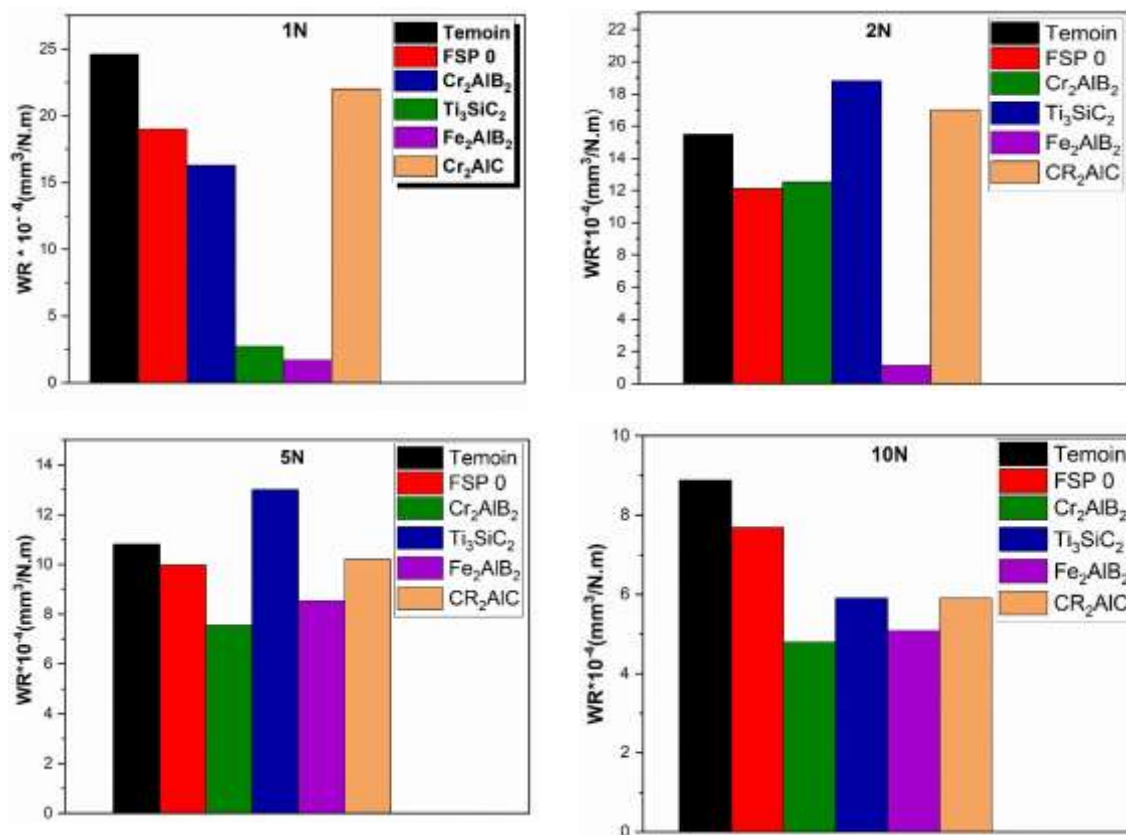


Figure V.9 : Taux d'usure de l'AZ31B et de la zone malaxé (FSP'ed) des différents échantillons.

Conclusion :

- Ce travail a permis d'élaborer des composites à matrice métallique, à base d'alliage de magnésium AZ31B renforcé par des phases MAX et MAB.
- L'incorporation des phases renforçantes améliore significativement la microstructure, la dureté et les propriétés tribologiques du composite.
- Une dispersion homogène des particules et une bonne adhésion à la matrice ont contribué à une meilleure résistance à l'usure et à une réduction du coefficient de frottement.
- L'intégration des phases MAX et MAB s'avère être une stratégie efficace pour renforcer les propriétés mécaniques et tribologiques du matériau.
- La qualité de la dispersion et la cohésion aux interfaces sont des facteurs clés pour obtenir un composite performant.
- Cette étude ouvre des perspectives prometteuses pour le développement de matériaux légers, durables et adaptés aux exigences industrielles modernes.
- Il est essentiel d'optimiser les procédés de fabrication afin d'améliorer la répartition des phases renforçantes et la qualité des interfaces.
- Des recherches complémentaires sur le comportement en fatigue et sous sollicitations thermomécaniques sont nécessaires pour mieux comprendre les mécanismes d'endommagement et améliorer la durabilité.
- Ce mémoire constitue une base solide pour le développement futur de matériaux composites innovants répondant aux besoins technologiques actuels.

Les Références :

- [1] : livre manoj Gupta Nai Mui ling sharon MAGNESIUM, MAGNESIUM ALLOYS, AND MAGNESIUM COMPOSITES
- [1] .Polmear, I.J. (2017). Light Alloys: Metallurgy of the Light Metals. 5th Edition, Butterworth-Heinemann.
- [2] .Mordike, B.L., & Ebert, T. (2001). Magnesium: Properties—applications—potential. Materials Science and Engineering: A, 302(1), 37-45.
- [3] Avedesian, M.M., & Baker, H. (1999). Magnesium and Magnesium Alloys. ASM Specialty Handbook, ASM International.
- [4] Gupta, M., & Sharon, N.M.L. (2011). Magnesium, Magnesium Alloys, and Magnesium Composites. John Wiley & Sons.
- [5] Kainer, K.U. (2003). Magnesium Alloys and Technology. Wiley-VCH.
- [6] Friedrich, H.E., & Mordike, B.L. (Eds.). (2006). Magnesium Technology: Metallurgy, Design Data, Applications. Springer.
- [7] ASM International. (1990). ASM Handbook, Volume 2: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials.
- [8] Gray, J.E., & Luan, B. (2002). Protective coatings on magnesium and its alloys—a critical review. Journal of Alloys and Compounds, 336(1-2), 88-113.
- [9] Song, G. (Ed.). (2013). Corrosion Prevention of Magnesium Alloys. Woodhead Publishing.
- [10] Luo, A.A. (2002). Magnesium casting technology for structural applications. Journal of Magnesium and Alloys, 1(1), 2-22.
- [11] Mishra, R.S., & Ma, Z.Y. (2005). Friction stir welding and processing. Materials Science and Engineering: R: Reports, 50(1-2), 1-78.
- [12] Threadgill, P.L. (2007). Friction stir welding: a review of the literature. Welding and Cutting, 6(5), 247-262.
- [13] Suhuddin, U.F.H.R., Mironov, S., Sato, Y.S., & Kokawa, H. (2009). Grain structure evolution during friction-stir welding of AZ31 magnesium alloy. Acta Materialia, 57(18),

- [14] 1AXN phases: A new class of solids: Thermodynamically stable nanolaminates. *Progress in Solid State Chemistry*, 28(1-4), 201-281.
- [15] Radovic, M., & Barsoum, M.W. (2013). MAX phases: Bridging the gap between metals and ceramics. *American Ceramic Society Bulletin*, 92(3), 20-27.
- [16] Kota, S., Lin, Y., & Barsoum, M.W. (2012). Synthesis and characterization of MAB phases: A new class of layered ternary borides. *Journal of the American Ceramic Society*, 95(8), 2481-2487.
- [17] Cullity, B.D., & Stock, S.R. (2014). *Elements of X-ray Diffraction*. 3rd Edition, Pearson.
- [18] Goldstein, J., et al. (2017). *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis*. 4th Edition, Springer.
- [19] ASTM E384-17. (2017). *Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials*. ASTM International.
- [20] Kayaba, N., & Kato, M. (1981). Tribological properties of magnesium alloys. *Wear*, 68(2), 269-279.
- [21] Suryanarayana, C. (2001). Mechanical alloying and milling. *Progress in Materials Science*, 46(1-2), 1-184.
- [22] Zhang, X., Sun, Z., & Wang, F. (2014). Tribological behavior of MAX phase reinforced composites. *Tribology International*, 79, 205-215.
- [23] Friedrich, H.E., & Schumann, S. (2001). Research for a “new age of magnesium” in the automotive industry. *Journal of Materials Processing Technology*, 117(3), 276-281.
- [24] Luo, A.A. (2013). Magnesium casting technology for structural applications. *Journal of Magnesium and Alloys*, 1(1), 2-22.
- [25] Zhang, H., Liu, L., Yu, L., & Yang, X. (2011). Microstructure and mechanical properties of AZ31B Mg alloy friction stir welded. *Materials & Design*, 32(3), 1295–1301
- [26] Zhang, H., Liu, L., Yu, L., & Yang, X. (2011). Microstructure and mechanical properties of AZ31B Mg alloy friction stir welded. *Materials & Design*, 32(3), 1295–130
- [27] Zhang, Z., & Chen, X. (2018). Microstructure and mechanical properties of AZ31 magnesium alloy composites reinforced with ceramic particles fabricated by friction stir processing. *Materials*

- [28] Wang, J., Li, X., & Zhang, Y. (2019). Influence of Ti_3SiC_2 particle morphology and interfacial bonding on the mechanical properties of magnesium matrix composites. *Materials Science and Engineering*
- [29] Liu, S., Paidar, M., Ojo, O.O., Poková, M.Š., Mehrez, S., Mohamad Reda A. Zain, A., Nasution, M.K.M., & Duqiang, X. (2023). Friction stir processing of hybridized AZ31B magnesium alloy-based composites by adding CeO_2 and ZrO_2 powders: mechanical, wear, and corrosion behaviors. *Journal of Magnesium and Alloys*, 11(2), 1234-1250.
- [30] Kumar, S., Singh, R., & Sharma, P. (2024). Study on microstructural, mechanical properties, and optimization of AZ31/TiC composites. *Materials Today: Proceedings*. Advance online publication.
- [31] Maurya, M., Maurya, A., & Kumar, S. (2023). Technological aspects of producing surface composites by friction stir processing. *Journal of Composites Science*.
- [32]Zhang, X., Sun, Z., & Wang, F. (2014). Tribological behavior and wear mechanisms of ceramic particle reinforced magnesium matrix composites: A review. *Tribology International*, 79, 205-215.
- [33]Zhang, X., Sun, Z., & Wang, F. (2014). Tribological behavior and wear mechanisms of ceramic particle reinforced magnesium matrix composites: A review. *Tribology International*,
- [34]Peng, T., & Wang, L. (2024). Effect of oxidized $\text{Mg}(\text{OH})_2$ layer on friction and wear properties of AZ91 magnesium alloy under different loads. *Surface and Coatings Technology*, 456, 129587.