

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Saad Dahleb de Blida



Faculté de technologie

Département de Génie Mécanique

Mémoire de fin d'étude

Présenté pour l'obtention du diplôme de Master en Génie Mécanique Option : Ingénierie Des Matériaux et des Surfaces

Thème

CFF et du nombre de passes sur la microstructure et le comportement tribologique des composite 5083/Ti3Sic3 fabriquée par FSP

• *Réaliser par :*

-Chaban Abdellah

-Ben othmane Med Ryad

• *Promoteur :*

-Dr. A. Benamor

Année universitaire 2020/2021

Remerciements

Nous remercions avant tout le Dieu de nous avoir gardés en bonne santé afin de mener à bien ce projet de fin d'étude. Nous remercions également nos familles pour les sacrifices qu'elles ont faits pour que nous terminions nos études.

*Au terme de notre travail, nous tenons à remercier très sincèrement notre encadrant **Dr. A. Benamor** pour tous les conseils, supports et l'aide qui nous a apporté, afin de mener à bien ce travail dans les délais répartis.*

Enfin, nos remerciements à tous les enseignants du département (Génie Mécanique) nos amis, nos collègues qui nous ont soutenu et encouragé pour la réalisation de cet humble mémoire.

dédicace

Je tiens à dédier cet humble travail à :

Mes très chers parents qui veillent sans cesse sur moi avec leurs prières et leurs

Recommandations. Que dieu les protège.

Toute ma famille.

A mon binôme Ben Othmane Riad avec lequel j'ai partagé les haines et joies tout au long

De mon cursus.

Mes collègues et mes meilleurs amis.

Et à tous ceux qui sont proches de mon cœur

Abdellah Chaban

dédicace

Je tiens à dédier cet humble travail à :

A mes chers parents. Que dieu les protège

A mes sœurs et mon frère

A toute ma famille

A mes amis «en particulier mon binôme Abdellah»

Pour tous les bons moments passés ensemble durant mon cursus

Et à tous ceux qui m'ont soutenu.

Ryad ben Othmane

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE _____	10
Chapitre I	
I.1. Introduction : _____	12
I.2. Les caractéristiques d'aluminium: _____	13
I.2.1. Légèreté _____	13
I.2.2. La conductivité électrique et thermique _____	13
I.2.3. La tenue à la corrosion _____	13
I.2.4. Aptitudes aux traitements de surfaces : _____	14
I.2.5. Le recyclage _____	14
I.2.6. Propriétés mécaniques _____	14
I.2.7 propriétés physico-chimiques de l'aluminium : _____	15
I.3. Classification des alliages d'aluminium _____	16
I.3.1. Les alliages sans durcissement structural (alliages non trempant) : _____	16
I.3. 2. les alliages a durcissement structural ; _____	16
I.3.3. les alliages corroyes : _____	16
I.3.4 les alliages de fonderie : _____	17
I.3.5. alliages obtenus par metallurgie des poudres : _____	17
I.3.6- designation des etats des alliages d'aluminium : _____	17
I.4.influence des éléments d'alliages sur les propriétés de l'aluminium : _____	19
I.4.1. L'addition du magnésium (Mg) _____	19
I.4.2.addition de mG+mN : _____	20
I.4.3 addition de zN+mG : _____	20
I.4.4 addition de cU+sl : _____	20
I.4.5 addition de cO+tl+zN: _____	20
I.4.6 addition de sl+cU+zN : _____	20
I.4.7 addition de mG+zN+cU : _____	20
I.5-les alliages de la serie 5000 (alliages al-mg) _____	20
I.5.1 Principaux alliages Al-Mg, leurs caractéristiques et leurs domaines d'applications : [I-11] ____	22
I-6 LES PHASE MAX : _____	23
I.6.1.Composition chimique : _____	24
I.6. 2. Structure cristallographique : _____	25

I.6. 3. Structure électrique :	27
--------------------------------	----

Chapitre II

II.A. Le Traitement Par Friction Malaxage FSP (Friction Stir Processing) :	29
--	----

II.A. 1. Introduction : [II-1]	29
--------------------------------	----

II.A. 2. Principe de procédé FSP : [II-1]	31
---	----

II.A. 3. Paramètres du procédé FSP :	34
--------------------------------------	----

II.A. 3. 1. Géométrie de l'outil :	34
------------------------------------	----

II.A. 3.2. L'angle entre l'outil et la pièce :	35
--	----

II.A. 3. 3. Vitesse de rotation :	36
-----------------------------------	----

II.A. 3. 4. Vitesse d'avance :	38
--------------------------------	----

II.A. 4. Caractéristiques de la microstructure :	39
--	----

II.A. 4. 1. Les différentes zones d'une pièce traitée par le procédé FSP :	39
--	----

II.A.4.2 Les défauts du procédé FSP :	40
---------------------------------------	----

II.B. Composites métal-céramique :	42
------------------------------------	----

II.B. 1. Les différents types de composites :	42
---	----

II.B. 2. Les Composites à matrice métallique :	44
--	----

II.B. 2. 1. Les composites à matrice métallique à renfort particulaire CMMp :	45
---	----

II.B. 2. 2. Eléments constituant d'un matériau composite :	45
--	----

II.B. 2. 2. 1. La Matrice :	45
-----------------------------	----

II.B. 2. 2. 2. Renfort :	46
--------------------------	----

II.B. 2. 2. 2. 1. Renfort discontinu :	46
--	----

II.B. 2.2.2. 2. Renfort à particules :	47
--	----

II.B. 2. 2. 2. 3. Renfort de trichites :	47
--	----

II.B. 2. 2. 2. 4. Renforts de fibres courtes :	47
--	----

II.B. 2. 2. 2. 5. Renforts continus :	48
---------------------------------------	----

II.B. 3. Les différentes méthodes d'élaboration d'un matériau composite :	49
---	----

II.B. 3. 1. Élaboration du matériau composite par métallurgie des poudres :	51
---	----

II.B. 4. Composites de phase MAX :	51
------------------------------------	----

II.B. 4.1. Ti-Al-C renforcé :	51
-------------------------------	----

II.B. 4. 2. Ti-Si-C Renforcé :	51
--------------------------------	----

II.B. 4. 3. MAX-Métaux :	52
--------------------------	----

II.B. 5. Elaboration de surface composite par le procédé FSP :	53
--	----

Chapitre III

I. Matériels utilisé dans ce travail	56
I.1. Métal de base (matériaux à traiter) :	56
I.1.1 composition chimique d'alliage d'aluminium 50 83.	57
I.2. Métal d'ajout (Phase MAX Ti ₃ SiC ₂) :	57
II. Machine utilisé dans le procédé :	57
II.1. Fraiseuse horizontale automatique:	57
II.2. La fraiseuse verticale automatique :	58
II.3. Découpage de la tôle:	58
II.4. L'usinage des rainures sur la surface de la tôle :	58
II.4.1. Préparation de la surface de la tôle pour le traitement :	59
II.4.2. Remplissage de la poudre :	59
III. Le procédé FSP :	60
III.1. Les paramètres et les configurations appliqués dans le procédé FSP:	61
III.2. Les étapes d'élaboration du procédé :	64
III.3. Préparation des échantillons:	66
III.3.1. Le découpage des zones traitées :	66
III.3.2. Le polissage mécanique des échantillons:	67
III.4. La caractérisation des échantillons:	69
III.4.1. La caractérisation optique :	69
III.4.2 Caractérisations tribologiques:	70
III.4.3 caractérisations mécaniques :	74
III.4. 3. 1. Essais de dureté	74
III.3.2 Essais Dureté Vickers Hv:	74
III.3.3 Essais Micro-dureté Vickers :	76
Chapitre IV	
IV.1. <i>Microstructure</i> :	77
IV.1.1. 710 Tr/min avec renfort (Ti ₃ SiC ₂) :	77
IV.1.2. 900 Tr/min avec renfort (Ti ₃ SiC ₂) :	78
IV.1.3. 1120tr/min avec renfort (Ti ₃ SiC ₂) :	79
IV.2. Evaluation des propriétés mécanique :	81
IV.2. 1. Evaluation de la Dureté :	81
IV.3. Evaluation Tribologique:	87
IV.4 .1 Evaluation du taux d'usure :	88

IV.4.2. Evaluation du coefficient de friction : _____	91
Conclusion generale _____	93
Références bibliographie _____	94

Liste des tableau

<i>Tableau 1:propriétés physico-chimiques de l'aluminium.....</i>	15
<i>Tableau 2:les désignations des alliages d'aluminium et leurs applications [I-11].....</i>	18
<i>Tableau 3:Désignation des alliages d'aluminium et leurs utilisations[I-13].....</i>	19
<i>Tableau 4: Caractéristiques des renforts discontinus utilisés dans les CMM [II24].</i>	47
Tableau 5: caractéristiques des renforts continus utilisés les CMM.....	49
Tableau 6:composition chimique d'alliage d'aluminium 5083.....	57
Tableau 7:paramètres de procédé FSP.....	64
Tableau 8:conditions et paramètres de travail	74
<i>Tableau 9: Système Tribo-teste</i>	74
<i>Tableau 10: Les valeurs de la dureté</i>	82
Tableau 11:Valeurs moyennes du coefficient d'usure pour une charge applique de 5N.....	89

Liste des figures

<i>Figure 1:: Diagramme d'équilibre Aluminium-Magnésium.</i>	21
<i>Figure 2:Eléments constitutants des phases MAX</i>	24
<i>Figure 3:Structure cristalline des phases MAX.....</i>	25
<i>Figure 4:Comparaison entre 122 et 213. [I-17].....</i>	26
<i>Figure 5:Structure de la phase Ti₃SiC₂ observée au METHR [I-15].....</i>	27
<i>Figure 6:les valeurs théoriques et expérimentales de module de Young de phases MAX</i>	28
<i>Figure 7:1 Illustration du procédé de soudage par friction malaxage bout à bout [1]</i>	30
<i>Figure 8:schéma de procédé FSP</i>	31
<i>Figure 9:[2-1]. Schéma de principe du soudage par friction-malaxage.....</i>	32
<i>Figure 10:Variations de la force axiale et du couple durant les phases de soudage [3]</i>	32
<i>Figure 11: Schémas du mouvement de l'outil.....</i>	33
<i>Figure 12: Schéma simplifié de l'outil (tige et épaulement) dans le soudage par friction malaxage. [II-3].....</i>	35
<i>Figure 13:l'angle d'inclinaison de l'outil. [II-4].....</i>	35
<i>Figure 14:Effet de la vitesse de rotation sur la microstructure. [II-5]</i>	36
<i>Figure 15:Effet de la vitesse de rotation sur la macrostructure des alliages d'aluminium (Vitesse de Soudage =75mm/min, force axiale=8kN). [II-7]</i>	37
<i>Figure 16: : Présence des macro-pores dans les cordons FSW d'un alliage de magnésiumAZ31 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-8]</i>	38
<i>Figure 17:Schémas des zones affectées par le soudage FSW (Sattari, Bisadi, & Sajed, 2012)</i>	39
<i>Figure 18: Microstructure d'une soudure FSW dans un AA7075-T651 30 jours après le soudage (Pengfei et al., 2015)</i>	40
<i>Figure 19: Microstructure des différentes zones dans un joint pendant le FSW (Mishra and Ma 2005).....</i>	40

Figure 20:Vue en coupe de la microstructure d'un joint soudé	41
Figure 21:Schéma montrant la position des défauts en soudage FSW en soudure bout à bout. [1]	41
Figure 22: (a) Vue schématique des différents CMM (b) Morphologie des particules.....	43
Figure 23:Morphologie des renforts discontinus.	48
Figure 24: Morphologie des renforts continus.....	49
Figure 25:Micrographie optique montrant la surface composite AA5083-SiC produit à une vitesse de rotation de l'outil de 300 tr / min et une vitesse de déplacement de: (a) 25,4 mm / min et (b) 101,6 mm / min [II-48].	53
Figure 26: a) et (b) microphotographie au MEB de AA1050 / TiC SMMC.....	54
Figure 27:Micrographies optiques de coupe transversale des échantillons de la zone FSP (a) matériau de base, (b) passage sans particules, zone d'agitation, (c) particule) particule	55
Figure 28:Tôle d'alliage d'aluminium 5083	56
Figure 29:La poudre de la phase MAX Ti ₃ SiC ₂	57
Figure 30:a)Fraiseuse automatique vertica:b) Fraiseuse automatique horizontal.....	58
Figure 31: l'outil FSP	58
Figure 32: a)Fraiseuse horizontal automatique d'usinage (l'usinage de la tôle) .b) la tôle après l'usinage des rainures.....	59
Figure 33 :a) remplissage de la poudre dans les rainures.b) outil sans pion	60
Figure 34:Montage expérimental.....	61
Figure 35:A)Soudage par friction malaxage fsp0 B) soudage par friction malaxage fsp+max.....	62
Figure 36:pénétration de l'outil.....	65
Figure 37:le déplacement de l'outil selon la transversal de la tôle.....	65
Figure 38:dégagement de l'outil.	66
Figure 39: a) les coupes des zones traitées .b) les coupes des échantillons.....	66
Figure 40:Polisseuse double plateau	67
Figure 41:polisseuse automatique.....	68
Figure 42:Échantillons après polissage.....	68
Figure 43:Schéma du principe d'un microscope optique Nikon Éclipse.	69
Figure 44:Microscope Optique Nikon	70
Figure 45:Trobometre Rotatif.....	72
Figure 46: Duromètre.	75
Figure 47:Micro-duromètre automatique	76
Figure 48: micrographie optique. Configuration 710/max -A) AA5083/ Ti ₃ SiC ₂ /Une seul passage-B) AA5093/ Ti ₃ SiC ₂ / 3 passage -C)AA5083 / Ti ₃ SiC ₂ / 9 passage	77
Figure 49: micrographie optique. Configuration 900/max.....	78
Figure 50: micrographie optique. Configuration 1120/max -A) AA5083/ Ti ₃ SiC ₂ /Une seul passage -B)AA5083 / Ti ₃ SiC ₂ / 9 passage	79
Figure 51:la meilleur distrubition de la phase max 9 passage pour les 3 configuration	80
Figure 52 :Micrographie au MEB d'une empreinte après l'essai d'indentation	81
Figure 53.Evaluation de la dureté pour la configuration 710 / Ti ₃ SiC ₂	82
Figure 54:Evaluation de la dureté pour la configuration 900 / (Ti ₃ SiC ₂)	83
Figure 55:Evaluation de la dureté pour la configuration 1120/(ti ₃ SiC ₂)	83
Figure 56: Evaluation de la micro-dureté pour la configuration 700/(ti ₃ SiC ₂)	84
Figure 57:Evaluation de la micro-dureté pour la configuration 1120/(ti ₃ SiC ₂)	85
Figure 58:Evaluation de la micro-dureté pour la configuration 900/(ti ₃ SiC ₂)	86
Figure 59: Schéma de principe des analyses tribologiques.....	87
Figure 60:Histogramme de taux d'esure en fonction de configurations	90
Figure 61:l'évolution du coefficient de friction en fonction de la distance parcourue des différents échantillons pour la charge applique F = 5 N.....	91

INTRODUCTION GENERALE

Ce travail s'inscrit dans le cadre d'une caractérisation mécanique et métallurgique d'un procédé de traitement surfacique par déformation plastique communément appelé FSP (Friction Stir Processing) d'un alliage d'aluminium 5083, Ces alliages, qui contiennent Al, Mg comme principaux éléments d'addition, possèdent de bonnes caractéristiques mécaniques et bénéficient d'un bon durcissement structural, via une décomposition complexe faisant intervenir aussi bien des phases stables que métastables. Leurs utilisations dans le domaine de l'industrie maritime sont de plus en plus fréquentes, car actuellement, les constructeurs apprécient ces alliages pour leur légèreté, leurs qualités mécaniques et leur caractère écologique.

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

Lors de la fabrication des composites à matrice d'aluminium par fusion, l'apparition de plusieurs défauts citons : porosités et réaction interraciales s'avère inévitable. Les réactions à l'interface métal/renfort peuvent donner naissance à de nouvelles phases fragiles qui par la suite détériorent certaines propriétés mécaniques désirées. Le renfort utilisé dans ce mémoire est la phase MAX la plus populaire qui a la formule chimique Ti_3SiC_2 , ces phases sont des céramiques ternaires et nano lamellaires qui combinent certaines propriétés mécaniques des métaux et des céramiques, ils ont une bonne conductivité électrique et thermique, résistent aux chocs thermiques, et prouvent être bénéfiques comme des renforts composites. Non seulement ils ont une grande dureté, mais aussi un pouvoir autolubrifiant dans certaines conditions tribologiques.

Les plus récentes études ont montré que les phases MAX comme le Ti_3SiC_2 présente une grande difficulté de les intégrer comme des renforts durcissant à cause de leurs mécanismes de décomposition à une certaine température.

Ce mémoire présente la première tentative à ce jour, de fabriquer des composites métalliques renforcés par les phases MAX par le procédé FSP. Un alliage d'aluminium 5083 a été choisi à cause de sa grande difficulté de se malaxer, ainsi que la dissolution des précipités et la chute des micro duretés observée lors d'un procédé similaire qui est le FSW « Friction Stir Welding ».

Cet alliage est le plus utilisé des alliages d'aluminium dans l'industrie maritime et ferroviaire, l'amélioration de ces propriétés mécaniques représente un bon challenge scientifique

I.1. Introduction :

L'aluminium représente le troisième élément de l'écorce terrestre en quantité, après l'oxygène et le silicium. Ce métal est connu depuis le début du 19^{ème} siècle, et fut longtemps considéré comme un métal précieux en raison de la difficulté de réduction de l'oxyde d'aluminium, une forme sous laquelle il est présent dans la nature. C'est en 1886 que Héroult en France et Hall aux Etats-Unis découvrirent simultanément le procédé d'électrolyse de l'oxyde d'aluminium dissous dans un bain de cryolithe en fusion. Cette découverte a permis le développement de l'aluminium, qui est devenu aujourd'hui le principal métal non ferreux industriel. En tonnage, la production d'aluminium ne représente que 2% environ de celle des aciers. Cependant, ce métal et ses alliages occupent la seconde position dans l'utilisation des matériaux métalliques. L'aluminium doit cette place à un ensemble de propriétés qui en font un matériau remarquable.

L'aluminium est un élément métallique, parmi les métaux les plus abondants dans la croûte terrestre, c'est un élément du troisième groupe de la classification de Mendeleïev juste après le silicium et l'oxygène, dont le numéro atomique 13, la masse atomique 2698.7 kg/m³ (environ 27) et la structure cristalline de type cubique à faces centrées, avec un paramètre de maille de 0.404 nm. et de température de fusion à 660°C. [I-1]

A la température ambiante, l'aluminium forme très vite une couche d'oxyde Al₂O₃ (alumine), épaisse et adhérente, qui protège le métal. Par contre, ce film d'alumine n'a qu'une résistance chimique limitée. Elle résiste cependant bien dans les solutions d'acide chlorhydrique, sulfurique et nitrique. Par contre, les bases attaquent violemment le métal. Cette protection peut être améliorée par anodisation : il s'agit d'un traitement qui permet d'obtenir une couche épaisse d'Al₂O₃ mais poreuse, et qui est ensuite colmatée par un traitement à l'eau chaude. Cette anodisation a également un but décoratif, car une coloration est possible par des colorants spéciaux avant le colmatage. [I-2]

L'aluminium industriel contient généralement 0.5% d'impuretés (principalement Fe+Si), mais il peut être obtenu presque pur par raffinage électrolytique (Al > 99.99%) [1]. Ces impuretés ont différents effets sur les propriétés électriques mécaniques. Les propriétés d'aluminium peuvent être améliorées en ajoutant des éléments d'addition (Mg, Si, Mn, Cu...). Il existe deux grandes familles d'alliages d'aluminium, soit les alliages susceptibles ou non susceptibles au durcissement structural. Dans le cas des alliages d'aluminium propices au durcissement structural tels les 2xxx, 6xxx et 7xxx, les propriétés mécaniques augmentent par la précipitation de seconde-phases

distribuées dans la matrice. Lorsqu'il y a présence de précipités, le glissement devient plus difficile pour une contrainte donnée ce qui permet l'augmentation de la résistance mécanique du matériau [I-3] [I-4] [I-5].

I.2. Les caractéristiques d'aluminium:

I.2.1. Légèreté

L'aluminium est plus léger, et présente des caractéristiques mécaniques très élevées, il est largement utilisé dans les transports terrestres rapides et la fabrication des carrosseries des véhicules. La production d'aluminium n'est seulement un peu plus 2 % de celle de l'acier ce métal et ses alliages qui en dérivent arrivent en second position en ce qui concerne la production et l'utilisation des matériaux métalliques. L'expérience montre que l'allégement obtenu avec une structure en alliage d'aluminium peut atteindre 50% par rapport à une structure équivalente en acier inoxydable [I-6].

I.2.2. La conductivité électrique et thermique

L'aluminium fournit une excellente prise électrique, et est utilisé de plus en plus pour les lignes à haute tension parce qu'un poids inférieur à celui du cuivre, et aussi il offre un fort pouvoir caloporteur comme l'utilisation dans des dispositifs de refroidissement [I-7]

I.2.3. La tenue à la corrosion

L'aluminium et ses alliages ont généralement une bonne tenue à la corrosion (atmosphérique, en milieu marin). L'aluminium est couramment utilisé par les architectes, ainsi que dans les bâtiments publics (La pyramide du Louvre « constituée de verre et de métal »). Toute offre de nombreuses possibilités de formes et de traitements de surface, des structures de construction, transformation de l'aluminium nécessite beaucoup d'entretien et de la résistance au fil du temps. Cette bonne tenue à la corrosion alliée à sa faible densité a permis un développement des applications de l'aluminium dans le bâtiment. Les utilisateurs disposent ainsi :

- D'une durée de vie des équipements accrue. Il n'est pas rare de trouver intacts des toitures, des bardages, des équipements de portes, des bateaux..., vieux de plusieurs décennies [I-6], [I-8].
- D'une esthétique pérenne. Les produits de corrosion de l'aluminium sont blancs et propices à traitements de coloration. [I-8]

I.2.4. Aptitudes aux traitements de surfaces :

Les traitements de surfaces sur l'aluminium ont plusieurs objectifs parmi lesquels : [I-9]

- La protection de certains alliages, quand leur résistance à la corrosion « naturelle » est jugée insuffisante.
- La pérennité de l'aspect en évitant la corrosion par piqûre ou le noircissement.
- La modification des propriétés de surface comme la dureté superficielle.
- La décoration du métal par anodisation puis colmatage pigmentaire.

I.2.5. Le recyclage

Le recyclage de l'aluminium plus efficace par rapport à d'autres métaux, et ne représente que 5% de l'énergie nécessaire à l'élaboration du métal à partir d'un minerai (plan économique), et l'expérience montre que les déchets d'aluminium ont une valeur marchande supérieure à celle des ferrailles car une tonne d'aluminium recyclé permet d'économiser quatre tonnes de bauxite, en évitant l'étape de l'électrolyse, ce qui nécessite beaucoup d'énergie et d'éviter les polluants associés émissions. L'aluminium est quasiment recyclable à l'infini sans perdre ses qualités [I-6], [I-8].

I.2.6. Propriétés mécaniques

L'aluminium commercialement pur dans l'état recuit a une faible propriété mécanique mais peut grandement améliorer ces propriétés par écrouissage, par addition d'éléments d'alliage ou par traitements thermiques, selon les cas. Ainsi, il apparaît à l'état recuit une excellente ductilité par rapport aux aciers. L'aluminium est un matériau relativement élastique mais peu malléable. [I-7], [I-9]. La résistance mécanique et la résistance à la fatigue de l'aluminium sont tout aussi différentes de celles de l'acier. C'est pourquoi il est important de bien connaître les limites du matériau avant de l'utiliser. Contrairement à l'acier, la soudure de l'aluminium peut présenter certaines difficultés, il faut retenir ce paradoxe : « Plus on soude l'aluminium, plus on l'affaiblit ». Cette situation se produit en raison d'un changement des propriétés métallurgiques de l'aluminium de base dans la zone thermiquement affectée (ZAT). [I-7], [I-9]

I.2.7 propriétés physico-chimiques de l'aluminium :

Les caractéristiques physico-chimiques sont présentées dans le tableau suivant :[I-10]

Propriétés	Unité	Valeur	Remarque
Numéro atomique		13	
Masse volumique	Kg.m ⁻³	2698	
Point de fusion	°C	660.45	sous 1013 10 ⁻³
Point d'ébullition	°C	2056	sous 1013 10 ⁻³
Pression de vapeur	Pa	3.7 10 ⁻³	à 927°C
Energie interne massique μ	J.kg ⁻¹	3.98 10 ³	
Capacité thermique massique C_p	J.kg ⁻¹ .K ⁻¹	897	à 25°C
Conductivité thermique λ	W. m ⁻¹ .K ⁻¹	237	à 27°C
Coefficient de dilatation linéique	10 ⁻⁶ K ⁻¹	23.1	à 25°C
Résistivité électrique ρ	10 Ω . m	26.548	à 25°C
Susceptibilité magnétique K		0.6 10 ⁻³	à 25°C
Module d'élasticité longitudinal E	MPa	69000	
Coefficient de poisson ν		0.33	

Tableau 1:propriétés physico-chimiques de l'aluminium

I.3. Classification des alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium sont classés de plusieurs manières : [I-11].

- Alliage corroyés et alliage de fonderie ;
- Alliage à durcissement structural et alliage sans durcissement ;
- Classification suivant la nature de l'addition principale ;
- Classification suivant les domaines d'utilisation, ...etc.

I.3.1. Les alliages sans durcissement structural (alliages non trempant) :

Dans ces alliages le durcissement est obtenu par l'effet combiné des éléments d'addition (durcissement par solution solide) et de l'écrouissage. Si on combinant l'effet de durcissement par écrouissage et l'effet d'adoucissement par traitement de restauration ou de recuit on obtient pour chaque alliage une plage étendue de dureté allant de l'état recuit O à plasticité maximale et résistance mécanique minimale jusqu'à l'état extra dur H19 à résistance maximale mais plasticité minimale. Ils regroupent les familles suivantes : [I-11]

- Série 1000 : Aluminium pur
- Série 3000 : Alliages aluminium –manganèse
- Série 5000 : Alliage aluminium- magnésium

I.3. 2. les alliages a durcissement structural :

Ce sont les alliages trempant qui sont des familles suivantes :

- Série 2000 : Alliage aluminium –cuivre ;
- Série 4000 : Alliage aluminium –silicium ;
- Série 6000 : Alliage aluminium –magnésium-silicium ;
- Série 7000 : Alliage : aluminium –zinc –magnésium (soit avec cuivre ou sans cuivre).

I.3.3. les alliages corroyes :

Le corroyage est une déformation à chaud : après la coulée de ces alliages en plaques ou billettes, ils subissent une transformation à chaud par laminage, filage, forgeage, matriçage...etc.

Les principales propriétés de ces alliages sont une bonne résistance mécanique, une bonne ductilité, une résistance à la propagation des fissures, appréciable résistance à la fatigue (efforts alternés), résistance aux multiples formes de corrosion, conductibilité électrique.

Le corroyage est défini par le rapport S/s avec :

- S : section avant déformation
- s : section après déformation.

Le corroyage diffère de l'écrouissage en ce sens que ce dernier est la modification de l'état structural d'un métal ou d'un alliage résultant d'un corroyage ou d'une déformation plastique localisée [I-11].

I.3.4 les alliages de fonderie :

Les alliages de fonderie sont obtenus en fondant les lingots et en le coulant dans des moules ayant les formes désirées du produit final. Les qualités qu'on recherche pour un alliage de fonderie sont très différentes de celles d'un alliage corroyé. Ces alliages ne subissent pas les déformations plastiques, leurs propriétés découlent donc des opérations de fonderie. Les alliages d'aluminium de fonderie ont des teneurs plus élevées en éléments d'alliages. Ce qui permet, dans la mesure du possible, d'obtenir une proportion non négligeable d'eutectique, d'abaisser leur point de fusion et diminuer leur intervalle de solidification [11-12].

I.3.5. alliages obtenus par métallurgie des poudres :

La technique du frittage est très prometteuse pour l'obtention d'alliages d'aluminium à performances élevées et à faible coût. Elle comprend comme étapes la préparation de mélanges, dégazage et compression à basse ou haute température suivi d'un frittage (consolidation) et mise en forme [I-13].

I.3.6- designation des états des alliages d'aluminium :

Les alliages subissent des traitements métallurgiques qui permettent d'obtenir de meilleures caractéristiques. Un système de notation approprié est utilisé pour toutes les formes d'alliage de corroyage et de fonderie, sauf pour les lingots prévus pour le moulage. Chaque série d'alliage est suivie des lettres F, O, H, W et T qui désignent l'état de l'alliage. Le tableau I.3 regroupe les désignations des alliages d'aluminium et leurs applications. Les états O et F n'ont pas de subdivision contrairement aux états H et T Les subdivisions de l'état H sont décrites au moins par

deux chiffres : le premier indique le traitement par écrouissage et le second l'état de dureté de l'alliage (par convention le chiffre (8) est attribué état le plus dur)[I-11]

Symbole	Etat de base	Applications
F	Brut de fabrication	Produits transformés sur lesquels aucun traitement chimique ou écrouissage n'est effectué.
O	Recuit	Alliages de corroyage recuits pour obtenir l'état le plus doux Alliages de fonderie pour améliorer leurs ductilités, leurs stabilités dimensionnelles
W	Mise en solution (trempé et non stabilisé)	Seulement aux alliages qui vieillissent à la T° de la pièce. Une des rares applications de cet état concerne les rivets utilisés dans l'industrie de l'aviation.
T	Traité thermiquement pour produire des états stables autres que F, O et W	Alliages traités thermiquement avec ou sans écrouissage supplémentaire pour produire des états stables.
H	Ecroui (alliage de corroyage seulement)	Produits à propriétés mécaniques augmentées par écrouissage avec ou sans traitement thermique visant à réduire leurs résistances mécaniques

Tableau 2:les désignations des alliages d'aluminium et leurs applications [I-11]

I.4.influence des éléments d'alliages sur les propriétés de l'aluminium :

I.4.1. L'addition du magnésium (Mg)

Les alliages ainsi formés sont caractérisés par une résistance mécanique moyenne. Ils sont utilisés partout où le placage avec l'aluminium s'avère difficile. Ils sont faciles à polir et conservent longtemps leurs polissages. Le tableau I. donne quelques caractéristiques des alliages Al-Mg et leurs domaines d'application.

Al-1,5Mg	Résistance mécanique moyenne, haute résistance à la corrosion, bonne malléabilité.	Constructions soudées panneauage, chaudronnerie...
Al-3Mg	Soudage, pliage facile, haute résistance à la corrosion, bonne résistance mécanique à l'état recuit.	Constructions navales et aéronautiques, industries chimiques et alimentaires, matériels roulant, chaudronnerie et appareillage, constructions soudées fortement sollicitées.
Al-5Mg	Haute résistance mécanique et à la corrosion, déformation à froid et soudures plus difficiles.	

Tableau 3:Désignation des alliages d'aluminium et leurs utilisations[I-13]

I.4.2.addition de mG+mN :

Ces additions augmentent la résistance mécanique sans modifier la déformabilité. Les alliages Al-Mg-Mn sont livrés en feuilles et se prêtent bien à l'emboutissage et au polissage.[I-13]

I.4.3 addition de zN+mG :

Ce sont des alliages à durcissement naturel après 30 jours. Ils présentent une bonne résistance mécanique, bel aspect après oxydation anodique.[I-13]

I.4.4 addition de cU+sI :

Ce sont des alliages de fonderie qui présentent une bonne coulabilité et qui conviennent pour des pièces compliquées.[I-13]

I.4.5 addition de cO+tI+zN:

Ces éléments accroissent la résistance mécanique sans altérer la coulabilité. L'addition de cuivre et de zinc facilite l'usinage.[I-13]

I.4.6 addition de sI+cU+zN :

Ces alliages sont aptes aux traitements thermiques et servent pour la fabrication des pistons matricés à chaud. [I-13]

I.4.7 addition de mG+zN+cU :

Ces alliages sont aptes aux traitements mécaniques et présentent une résistance mécanique maximum, la présence du cuivre les rends durcissables à chaud.[I-13]

I.5-les alliages de la serie 5000 (alliages al-mg)

Ces alliages sont des alliages à durcissement par écrouissage, ils ont des caractéristiques mécaniques moyennes qui augmentent avec le taux de magnésium et le taux d'écrouissage. Ils ont une bonne aptitude à la déformation, cette dernière diminuant si le taux de magnésium augmente.

Ils ont un excellent comportement à la soudure. Ils ont également un bon comportement aux basses températures d'où les applications en cryogénie, ils ont un bon comportement à la résistance à la corrosion qui justifie leur utilisation dans les applications marines. Cependant une exposition à une température supérieure 65 °C peut générer des problèmes de corrosion extrêmement importants, ce phénomène de corrosion augmente alors avec le taux de magnésium. Les alliages contiennent

les éléments suivants le Magnésium le Silicium, le fer, le cuivre, le manganèse, le chrome, le nickel, le zinc, le titane, le zirconium et quelques autres. [11-14]

Dans les alliages 5000 de chrome, cet élément est présent dans un précipité microscopique, de composition $Al_{12}Mg_2Cr$, et le manganèse sous la forme $Al_6(Mn, Fe)$. La Figure suivante représente les différentes phases existantes dans le système binaire Al-Mg.

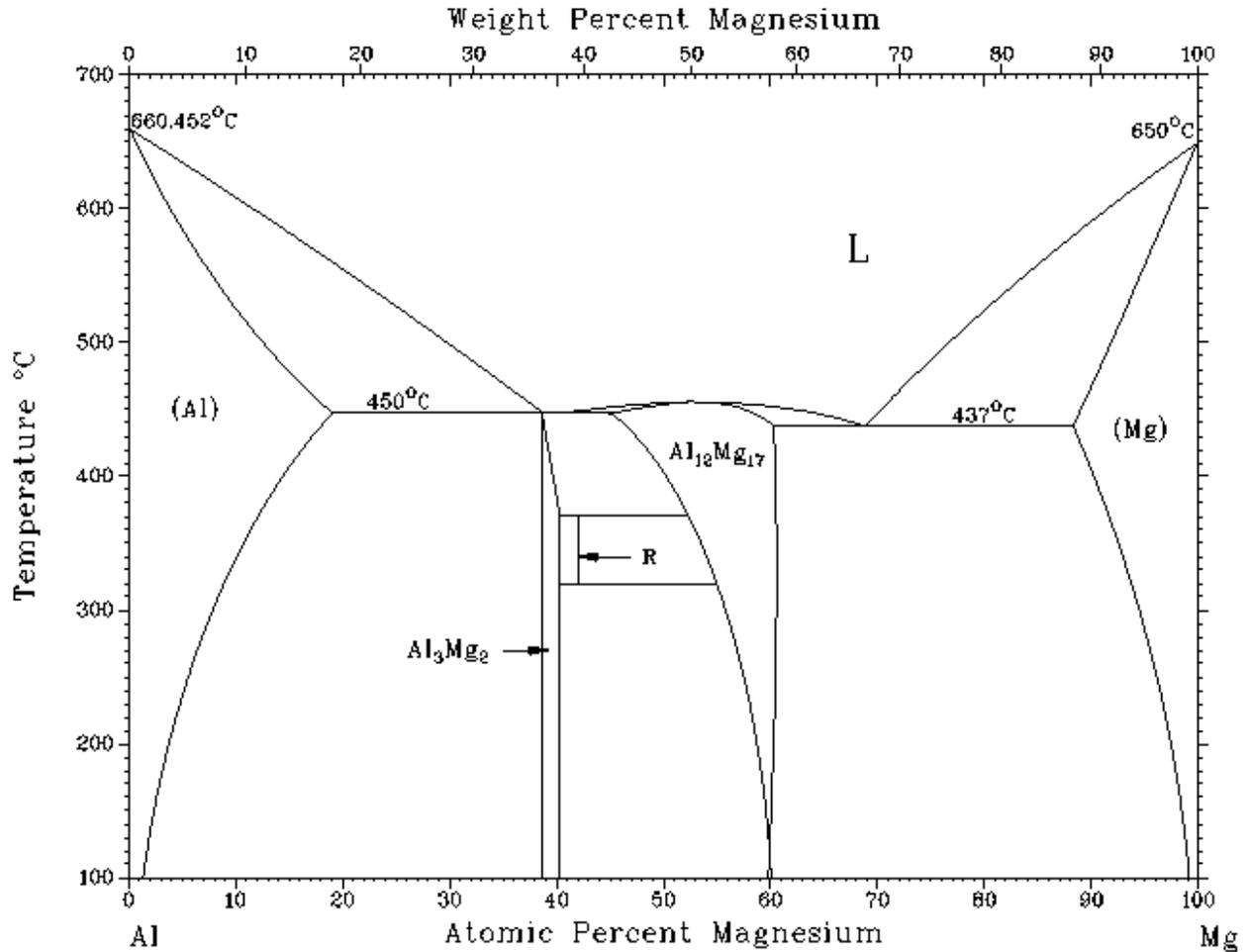


Figure 1:: Diagramme d'équilibre Aluminium-Magnésium.

I.5.1 Principaux alliages Al-Mg, leurs caractéristiques et leurs domaines

d'applications : [I-11]

- L'alliage **5005**, le moins chargé en magnésium (0,8 %), remplace l'aluminium non allié lorsqu'une légère augmentation des caractéristiques est nécessaire : domaine de l'emboutissage, du chaud rognage, de l'architecture (bardages), du mobilier métallique...etc.
- L'alliage **5050** (Mg = 1,45 %), utilisé dans les domaines les plus variés : bâtiment(chéneaux, tuyaux...), ménager (machines à laver...), Transports (remorques automobiles, bateaux...).
- L'alliage **5251** (Mg : 2,05 % ; Mn : 0,3 %) est plus spécialement utilisé sous forme(barres, fils, tubes) ou de tubes soudés pour l'irrigation.
- L'alliage **5052** (Mg : 2,5 % ; Cr : 0,25 %) est situé, du point de vue résistance mécanique, sensiblement au milieu de la gamme des alliages Al-Mg. Il a l'avantage de combiner une bonne aptitude à la mise en forme, une bonne résistance à la fatigue et une très bonne résistance à la corrosion. Ses domaines d'application sont les plus divers, en particulier en chaudronnerie, tuyauteries pour l'industrie chimique, pétrolière, les transports maritimes et aéronautiques.
- Les alliages **5454** (Mg : 2,7 % ; Mn : 0,75 % ; Cr : 0,12 %), **5754** (Mg : 3,1 % ; Mn +Cr : 0,35 %), **5154** (Mg : 3,5 % ; Cr : 0,25 %) relativement voisins, à caractéristiques légèrement supérieures à celles des précédents, restent des alliages très sûrs, en particulier du point de vue résistance à la corrosion.
- Les alliages **5086** (Mg : 4 % ; Mn : 0,45 % ; Cr : 0,15 %) et **5083** (Mg : 4,45 % ; Mn 0,7 % ; Cr : 0,15 %), donc plus chargés en magnésium que les précédents, sont utilisés toutes les fois que l'on recherche, en plus des caractéristiques générales des alliages Al-Mg, une résistance mécanique élevée.
- Les alliages **5056** (Mg : 5,05 % ; Cr : 0,12 % ; Mn : 0,12 %), **5056 A** (Mg : 5,05 % ; Mn : 0,35 %) et **5456** (Mg : 5,1 % ; Cr : 0,12 % ; Mn : 0,75 %), plus chargés en magnésium, sont les plus performants. Leurs applications sont toutefois limitées en raison des risques de corrosion intergranulaire et de corrosion sous tension.

- Ce sont généralement les alliages **5083** et **5086** qui sont les plus utilisés parce qu'il souffrent non seulement une excellente résistance à la corrosion et une très bonne résistance mécanique après soudage.

I-6 LES PHASE MAX :

Les phases MAX ont été synthétisées pour la première fois par Nowotny et son équipe dans les années 1960-70 dans le cadre de leurs travaux sur les carbures et nitrures mixtes. L'attention de ces chercheurs s'est portée sur deux phases, le Ti_3SiC_2 et le Ti_3GeC_2 , de type H (différentes des phases dites de Hägg). Les phases H étudiées par Nowotny et al étant, en majorité, de composition chimique M_2AX où M est un métal de transition, A un élément des groupes IIIA et/ou IVA et X représente le carbone ou l'azote, une nouvelle nomenclature apparait par la découverte d'autres ternaire à savoir le Ti_3SiC_2 et Ti_3AlC_2 . La formule chimique devient alors $M_{n+1}AX_n$ d'où le nom les phases MAX.

Entre les années 60 et années 90, peu de travaux ont été réalisés sur les phases MAX. Toutefois, en 1972, Nick et al étudièrent le comportement de la phase Ti_3SiC_2 et montrèrent que cette phase est atypique et se caractérise par une très importante anisotropie : la dureté dans la direction perpendiculaire aux plans de base est 3 fois supérieure à celle parallèle aux plans de base. Comme la structure de cette phase n'était pas monophasée, la présence des phases secondaires a rendu la connaissance des propriétés intrinsèques de la phase Ti_3SiC_2 difficile, ce qui a plongé à nouveau ces matériaux dans l'obscurité. En 1993, Pampuch et al parvinrent à synthétiser Ti_3SiC_2 avec une pureté de l'ordre de 80 à 90% en volume. L'étude des propriétés mécaniques de cette phase montra qu'elle présente une bonne rigidité, ayant des modules de Young et de cisaillement de 326 Gpa et 135 GPA respectivement [I-15] et que ce matériau est usinable. De plus, ce matériau présente une faible dureté relativement à celle des céramiques, ce que faisait de lui un matériau assimilable à un métal plutôt qu'à une céramique. Ainsi, Ti_3SiC_2 a été qualifié de céramique ductile, bien que ces 4 deux mots puissent paraître contradictoires. Malgré cette découverte les phases MAX ne furent pas des sujets de recherches attirant l'attention de la communauté scientifique.

Ce n'est qu'en 1996 que la phase MAX Ti_3SiC_2 sous forme massive de haute pureté a été synthétisée et étudiée dans le cadre d'un programme de recherches mené par le professeur M. W. Barsoum [I-16]. La technique de synthèse par compression isostatique à haute température (HIP) a été mise à profit et a permis l'obtention de massifs purs de Ti_3SiC_2 . Des progrès considérables

ont été réalisés dans la compréhension des propriétés intrinsèques de ce type de matériaux. Ces propriétés sont en effet voisines de celles des céramiques (dureté élevée, très haute température de décomposition, rigidité à température élevée) tout en ayant des caractéristiques des métaux (bonne conductivité électrique et thermique, usinabilité, ductilité et tolérance à l'endommagement) [I-16]. La parution de cet article précurseur du professeur Barsoum [I-16] fait entrer ces matériaux dans une nouvelle ère. Depuis plus d'une cinquantaine de phase MAX ont été synthétisées. Certaines n'ayant été synthétisées que sous forme massive et d'autres sous forme de couches minces[15].

I.6.1.Composition chimique :

Les phases MAX tirent leur nom de leur composition chimique. Elles ont pour formule générale $M_{n+1}AX_n$ (ou $n=1, 2$ et 3) [I-18] ou :

M : est un métal de transition.

A : est un élément du groupe du tableau périodique.

X : est le carbone C et/ou l'azote N.

Suivant la valeur de n , les phases MAX sont dénommées phase 211 ($n=1$), 312 ($n=2$) et 413 ($n=3$).

La figure I.2 rappelle les différents éléments pouvant être présents dans les phases MAX

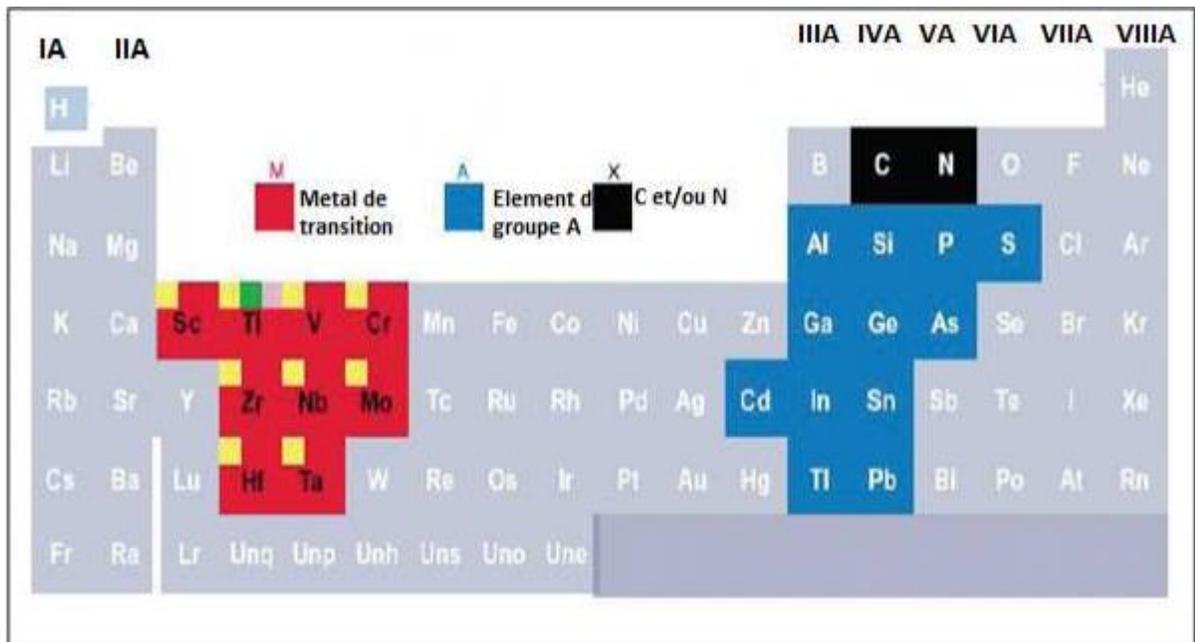


Figure 2:Eléments constituant des phases MAX

I.6. 2. Structure cristallographique :

Les phases MAX présentent une structure lamellaire à maille hexagonale dont le groupe d'espace est P63/mmc. Leur maille élémentaire est schématisée sur la figure I.2 pour les phases de type 211, 312 et 413.

La structure cristalline des phases MAX peut être décrite simplement par des empilements d'octaédres M6X séparés par des plans d'atomes A. Dans les octaédres de M6X, l'élément X occupe les sites octaédriques. La figure I.2 montre que les trois structures sont différentes par le nombre de couches d'octaédres (formés chacun de 2 plans d'atomes rouges M) séparant les couches A (atomes bleus, A). Dans la structure 211, entre deux plans successifs de A, on compte un octaèdre (c'est-à-dire 2 plans de M contenant 1 plan de X) tandis que pour la structure 312, le nombre d'octaédres est de 2 (c'est-à-dire 3 plans de M contenant 2 plans de X) entre deux plans A.

Pour la structure 413, le nombre d'octaédres est de 3 (c'est-à-dire 4 plans de M contenant 3 plans de X) entre deux plans A.

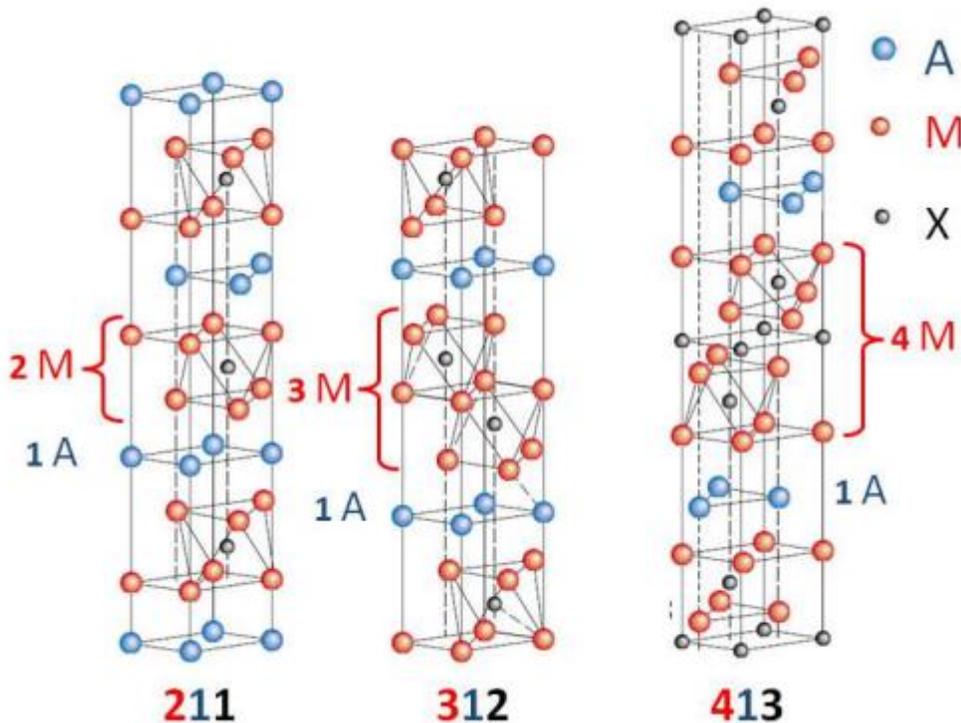


Figure 3: Structure cristalline des phases MAX

La figure I.4 montre un exemple de la structure cristalline hexagonale de la phase Ti_3AlC_2 (de type 312) comparée à celle de Ti_2AlC (de type 211). Les longueurs des paramètres a et c dans Ti_3AlC_2 (c'est-à-dire les paramètres de maille) sont respectivement de 3,08 et 18,58 Å alors que ces paramètres valent 3,04 Å et 13,59 Å pour la phase Ti_2AlC [I-17]

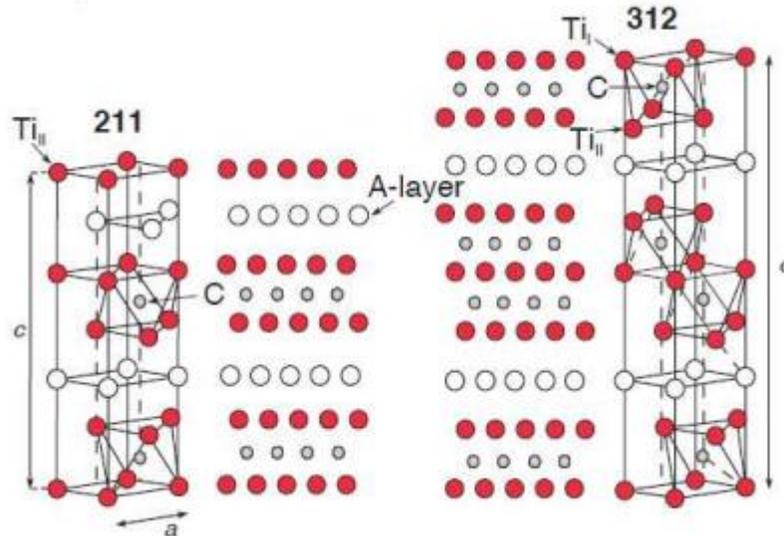


Figure 4: Comparaison entre 122 et 213. [I-17]

Cette structure particulière fait que les phases MAX peuvent être qualifiées comme étant des matériaux nano lamellaires. La figure I.5 montre la structure nanolamellaire de la phase MAX Ti_3SiC_2 observée au microscope électronique à transmission haute résolution (METHR). On observe une alternance des unités Ti_3C_2 (octaèdres) et des plans de silicium [I-15].

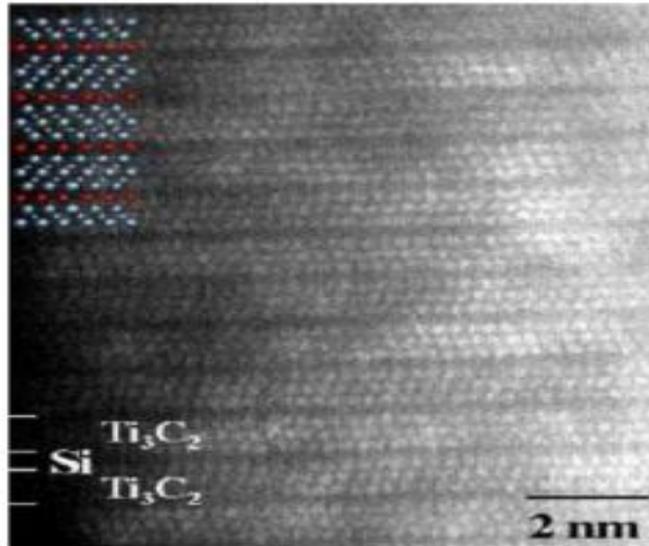


Figure 5: Structure de la phase Ti_3SiC_2 observée au METHR [I-15]

Les phases permettent de former un grand nombre de solutions solides de substitutions sur les sites M, A et X ou par combinaisons. Par exemple il est possible de former $Ti_2AlC_{0,8}XNX$, avec x compris entre 0 et 0,8 par traitement thermique à $1490^\circ C$. Citons aussi les solutions solides $(Ti-Cr)_2AlC$, $(Ti-V)_2SC$, $(Nb-Zr)_2AlC$, $(Ti-Nb)_2AlC$ [I-17]. Ceci offre la possibilité de moduler les propriétés physiques en fonction de la composition et cela pour des matériaux de structures cristallines identiques et géométriquement semblables [I-15]

I.6. 3. Structure électrique :

Il est maintenant établi que trois types de liaison, métallique, covalente et ionique coexistent dans les composés binaires TiC et TiN []. Les phases MAX présentant des points communs avec ces composés stœchiométriques, on peut tout naturellement supposer que ces 3 types de liaisons existent aussi dans les phases MAX. De manière générale, on retiendra que les principales liaisons interatomiques dans les phases MAX sont les suivantes :

les atomes M et X forment une liaison covalente forte dans les couches M-X ce qui contribue à la grande rigidité des phases MAX.

b- la liaison M-A est généralement moins forte que la liaison M-X.

c- la liaison métallique Md-Md domine la densité d'états au niveau de fermi.

Cette dernière liaison est généralement la responsable de la bonne conductivité électrique, de type métallique, affichée par les phases MAX

. De point de vue des propriétés élastique, les phases MAX sont très rigides, avec des valeurs de module de Young et de cisaillement se situant respectivement dans les gammes de 178 à 362 et de 80 à 142 GPa à la température ambiante [I-19] [I-20]. Comme les densités de certaines des phases MAX sont inférieures à $4\text{-}5\text{g/cm}^3$, leurs valeurs de rigidité spécifiques peuvent être élevées. Par exemple, la rigidité spécifique de Ti_3SiC_2 est comparable à Si_3N_4 et environ trois fois celle du titane. Malgré les similitudes de plusieurs propriétés physiques entre les phases MX et les phases MAX, les différences entre leurs propriétés mécaniques sont frappantes. Les phases MX ne sont pas usinable, intolérantes à l'endommagement, et sont sensibles aux chocs thermiques. Au contraire, les phases MAX sont extrêmement tolérantes à l'endommagement, résistantes aux chocs thermiques et facilement usinables à température ambiante. Cette dernière caractéristique particulière les rend très attractive pour de nombreux domaines d'applications. Cette différence marquée de comportement entre les phases MAX e les phases MX s'explique simplement : les dislocations sont mobiles dans ces composés nano lamellaires [I-19] [I-20]

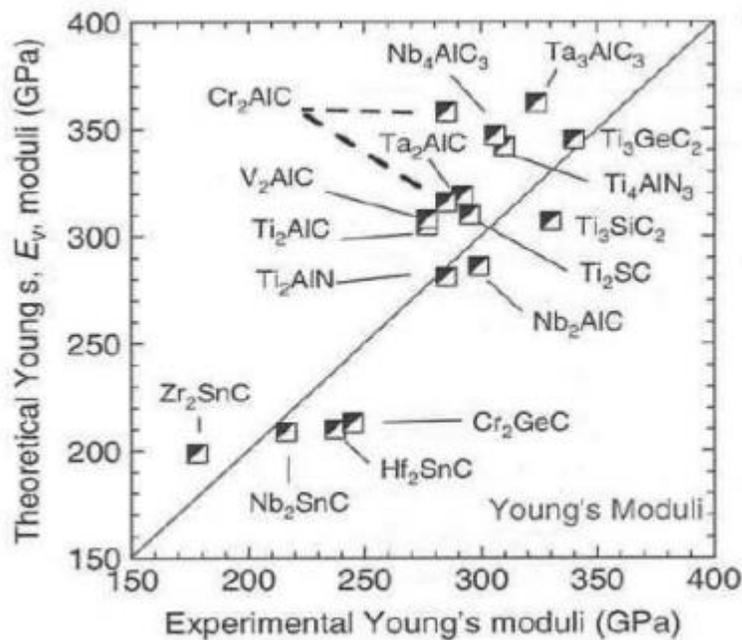


Figure 6: les valeurs théoriques et expérimentales de module de Young de phases MAX

II.A. Le Traitement Par Friction Malaxage FSP (Friction Stir Processing) :

II.A. 1. Introduction : [II-1]

Le FSP élargit l'innovation de soudage par friction malaxage (Friction Stir Welding ou FSW en anglais) est un procédé de soudage relativement nouveau inventé et breveté en 1991 par TWI (The Welding Institute, Royaume Unis) (M. Thomas, 1992). Le procédé a initialement été développé pour le soudage d'alliages d'aluminium aéronautiques (séries 2000 et 7000), considérés non soudables par les méthodes de soudage par fusion conventionnelles. Depuis son invention, les chercheurs et entreprises manufacturières à travers le monde ont déployé un grand effort de recherche pour tenter de comprendre le procédé de soudage FSW et d'étendre son utilisation dans différentes applications et pour différents matériaux. Le procédé utilise l'énergie de friction générée par un outil en rotation mis en contact forcé avec les pièces à souder pour chauffer et « malaxer » leurs interfaces. La nature thermomécanique du soudage FSW produit des phénomènes métallurgiques complexes qui ne sont toujours pas totalement compris. La complexité du procédé réside principalement dans l'écoulement de matière combiné à l'injection de chaleur par friction de l'outil qui est relativement inhomogène à travers la soudure (Threadgill et al., 2009). Dans une même soudure, cette interaction de températures et déformations produit un éventail de microstructures distinctes. Par exemple, le noyau de la soudure est une zone affectée simultanément par la chaleur et les déformations sévères induites par l'outil. Dans cette zone, une recristallisation extrême de la microstructure prend place. En bordure du noyau, on retrouve une zone affectée thermo-mécaniquement, non recristallisée ou partiellement recristallisée, avec une distorsion souvent visible de la microstructure. Au-delà de la zone affectée thermo-mécaniquement, il y a une zone affectée thermiquement, où différents phénomènes d'adoucissement prennent place selon l'alliage et les conditions de soudage utilisées.

L'une des sphères de recherche actuelle se concentre sur l'évaluation de l'effet des paramètres de soudage sur la microstructure et propriétés mécaniques propres à chacune de ces zones. La géométrie irrégulière et la petite taille de ces zones limitent cependant le type d'essais mécaniques pouvant être utilisés pour isoler et tester individuellement chacune des zones, ce qui explique la faible quantité d'information disponible à ce sujet. De plus, le développement de nouveaux matériaux et de nouveaux alliages multiplie constamment les avenues de recherche potentielles en FSW. Par exemple, les alliages d'aluminium de la série 5000 ont récemment vu un regain d'intérêt par l'arrivée de nouveaux alliages contenant de plus en plus de magnésium, leur principal élément

d'alliage, qui augmente significativement la résistance mécanique sans trop affecter leur ductilité, et ce, en conservant une excellente résistance à la corrosion. Ces caractéristiques rendent ces alliages particulièrement attrayants pour des applications structurelles dans le milieu nautique et automobile. Une collaboration entre l'ÉTS et l'institut coréen de technologie industrielle (KITECH) a été mise sur place pour étudier l'utilisation du soudage FSW dans leurs nouvelles gammes d'alliages d'aluminium ECO Al-Mg, issus d'une nouvelle méthode de production plus écologique.

L'outil utilisé pour le FSW est constitué d'un poinçon avec épaulement et d'un pion comme représenté dans la Figure II. 1.

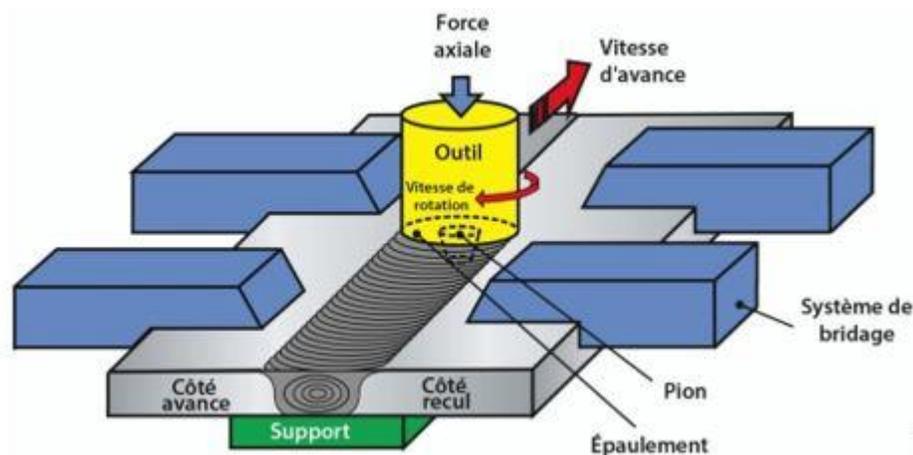


Figure 7:1 Illustration du procédé de soudage par friction malaxage bout à bout [1]

taux de déformation élevée à des températures plus basses même dans des tôles d'alliage d'aluminium d'une épaisseur atteignant 75 mm .

Le FSP offre de nombreux avantages par rapport aux techniques conventionnelles, le traitement des matériaux qui comprennent un processus en une seule étape, l'utilisation de simples et peu coûteux outils, aucune exigence d'un processus de finition coûteuse en temps, utilisation de technologie de machine-outil existante et facilement disponible, aptitude à l'automatisation, adaptabilité à l'utilisation du robot, étant efficace sur le plan énergétique moins de temps de traitement et respectueux à l'environnement. Bien que les limites du FSP sont étant réduit par la recherche et le développement intensifs, il a encore quelques limitations qui comprennent Serrage rigide des pièces à usiner, exigence de plaque de support, et le trou de la serrure à la fin de chaque passe. Ces caractéristiques de FSP mentionnées ci-dessus en font une technique de traitement

potentielle non seulement d'alliages d'aluminium mais aussi pour diverses applications industrielles notamment pour le SPF mais aussi dans les domaines d'ingénierie de surface, comme la production de « composites à matrice métallique ».

II.A. 2. Principe de procédé FSP : [II-1]

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 8).

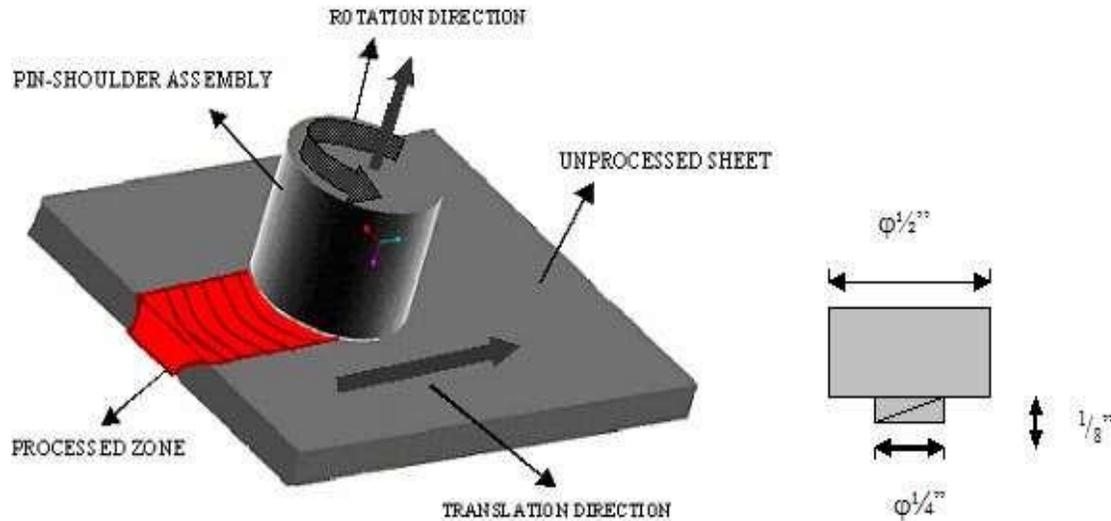


Figure 8:schéma de procédé FSP

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 [2-1].

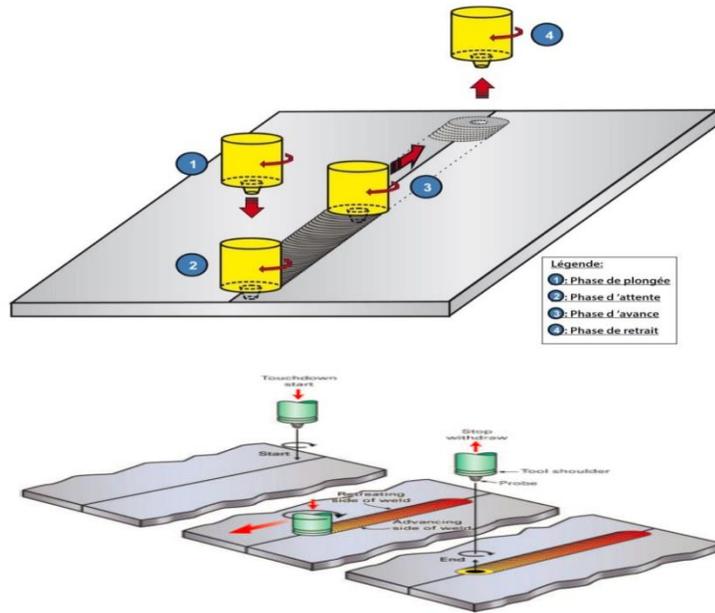


Figure 9:[2-1]. Schéma de principe du soudage par friction-malaxage

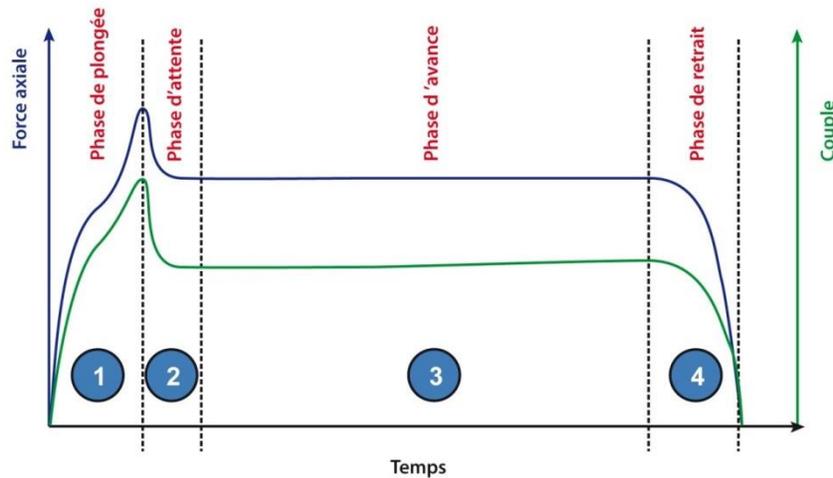


Figure 10: Variations de la force axiale et du couple durant les phases de soudage [3]

La figure 3 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.

- A. La phase de plongée (Plunge phase) ;
- B. La phase de stabilisation (Dwell phase) ;
- C. La phase d'avance (Welding phase);
- D. 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'entoure. 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'extérieur des composants soudés pour éliminer la présence du trou de sortie à un endroit critique .

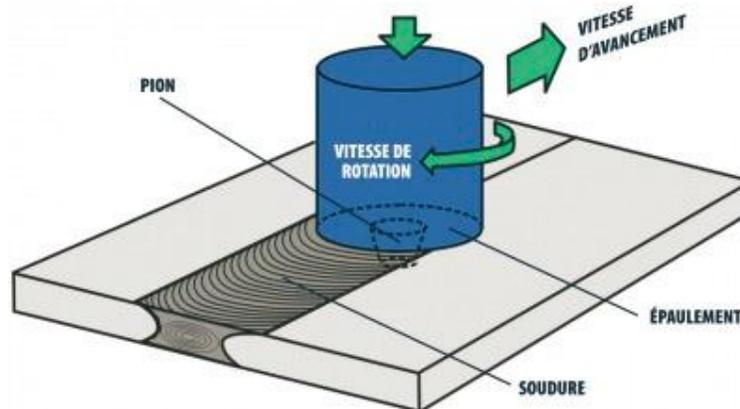


Figure 11: Schémas du mouvement de l'outil

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.

Lors du soudage, la matière est donc d'abord poussée devant l'outil par le côté avançant, puis tiré 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.A. 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) [II-2]. 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.A. 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. [II-3]

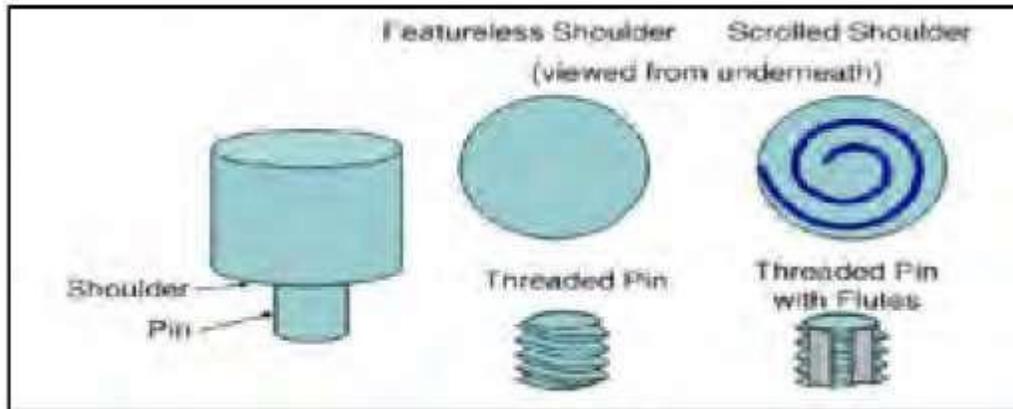


Figure 12: Schéma simplifié de l'outil (tige et épaulement) dans le soudage par friction malaxage.

[II-3]

Le pion plonge dans le matériau jusqu'à ce que l'épaulement touche la pièce. La longueur du pion détermine la profondeur de plongée. Le frottement de l'épaulement 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. [II-3]

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

La rotation de l'outil pousse le métal vers la surface de la zone traitée. 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. [II-4]

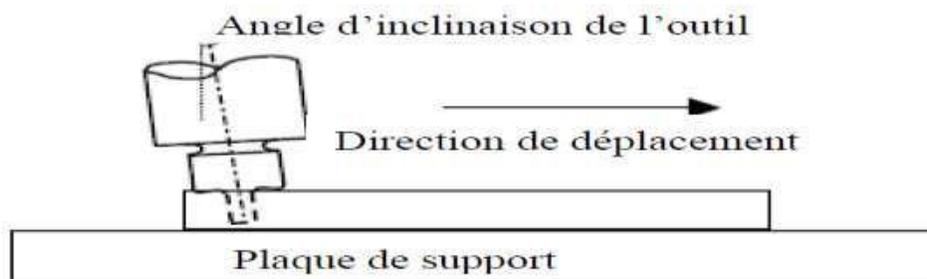


Figure 13: l'angle d'inclinaison de l'outil. [II-4]

II.A. 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.[II-5] 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.

Pour une même géométrie de l'outil, une vitesse d'avance constante égale à 0.76 mm/s et une force axiale de 12KN, trois vitesses de rotation d'outils différents ont été utilisées pour observer l'influence de cette vitesse. Les joints obtenus avec une vitesse de rotation égale à 1600 tr/mn ont présente une meilleure résistance a la traction. Avec cette vitesse on obtient une granulométrie plus fine et une meilleure dureté.[II-5]

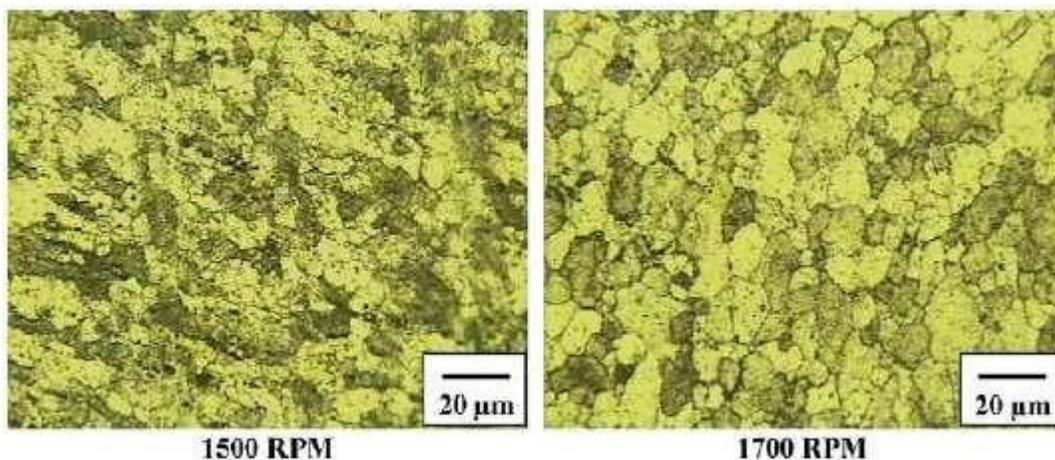


Figure 14: Effet de la vitesse de rotation sur la microstructure. [II-5]

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[II-6] 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 illustrés 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.

Pour cela V. Balasubramanian [II-7] a étudié l'effet de la vitesse de rotation sur cinq alliages d'aluminium. La force axiale et la vitesse de soudage ont été maintenues constante srespectivement 8KN et 75mm/min.

L'analyse microscopique de la section des soudures montre bien qu'il existe une vitesse optimale qui donne des joints sans défauts (exemple 1100 tr/min pour l'alliage AA6061). (Figure II. 6).

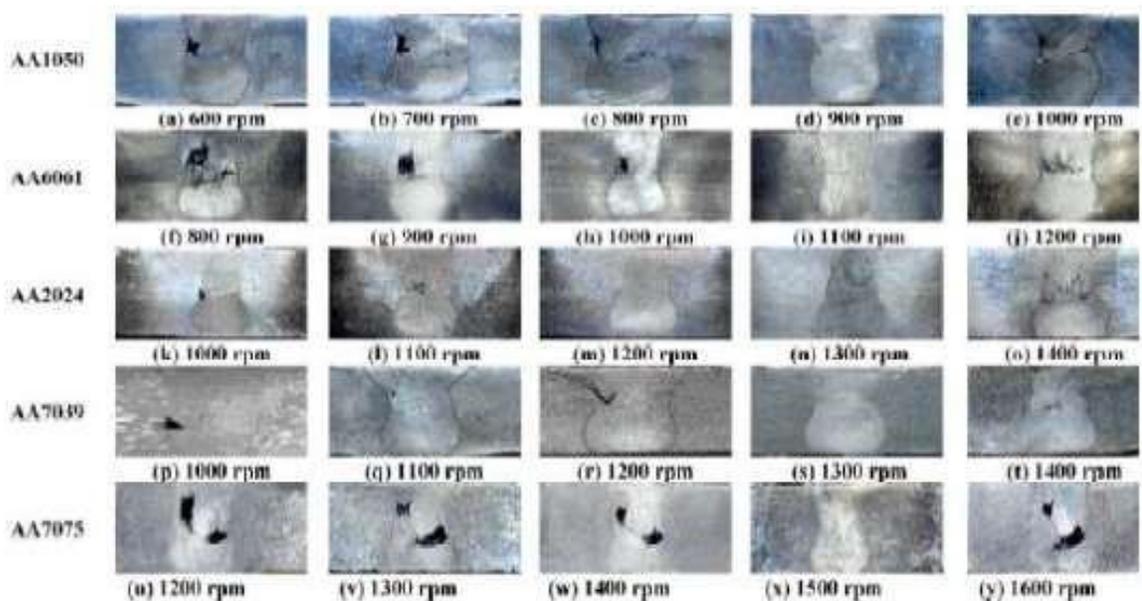


Figure 15: Effet de la vitesse de rotation sur la macrostructure des alliages d'aluminium (Vitesse de Soudage =75mm/min, force axiale=8kN). [II-7]

II.A. 3. 4. Vitesse d'avance :

Dans la littérature plusieurs recherches ont été l'objet de l'influence de la vitesse de soudage sur les caractéristiques mécaniques des joints obtenus par soudage par friction malaxage.

La vitesse de soudage 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 les pièces à souder. 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. 7).

En effet, une vitesse de soudage élevée risque de produire des macro-pores et des défauts sous forme de tunnel. [II-8] [II-9]

Afin d'étudier le rapport entre la vitesse de soudure et les défauts dans un joint obtenu par FSW, H. Zhang et al [II-8] 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. [II-8] [II-9]

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.

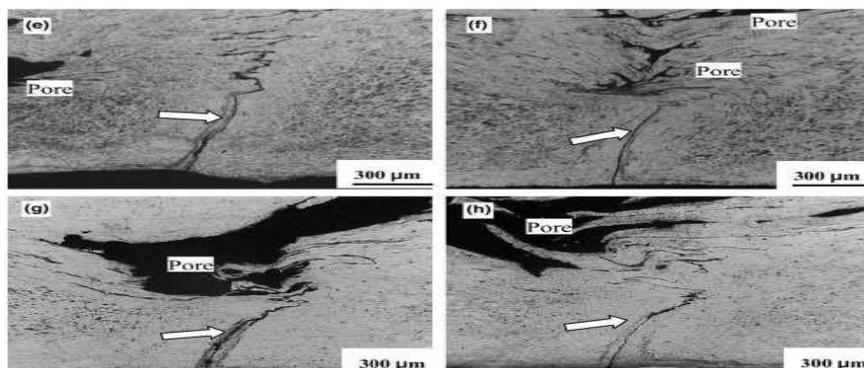


Figure 16: : Présence des macro-pores dans les cordons FSW d'un alliage de magnésium AZ31 obtenus par une vitesse de soudage de 250mm /min (e), 300 (f), 400 (g), et 600 mm/min(h), avec la même vitesse de rotation et le même effort de forgeage. [II-8]

II.A. 4. Caractéristiques de la microstructure :

II.A. 4. 1. Les différentes zones d'une pièce traitée par le procédé FSP :

La microstructure d'une soudure FSW se divise en 4 zones. Le noyau (Nugget Zone (NZ) ou Stirred Zone en anglais), la zone affectée thermo-mécaniquement (Thermo-mechanically Affected Zone ou TMAZ en anglais), la zone affectée thermiquement (Heat Affected Zone ou HAZ en anglais) et le métal de base non affecté (Un affected zone ou Base Metal (BM) en anglais). La Figure 1-3 illustre ces différentes zones. La Figure 1-4 montre aussi un exemple réel de microstructure d'un joint soudé dans un AA7075 .

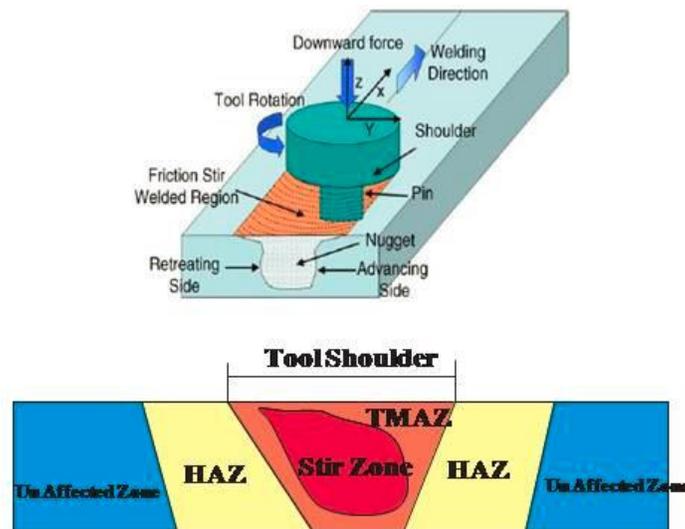


Figure 17:Schémas des zones affectées par le soudage FSW (Sattari, Bisadi, & Sajed, 2012)

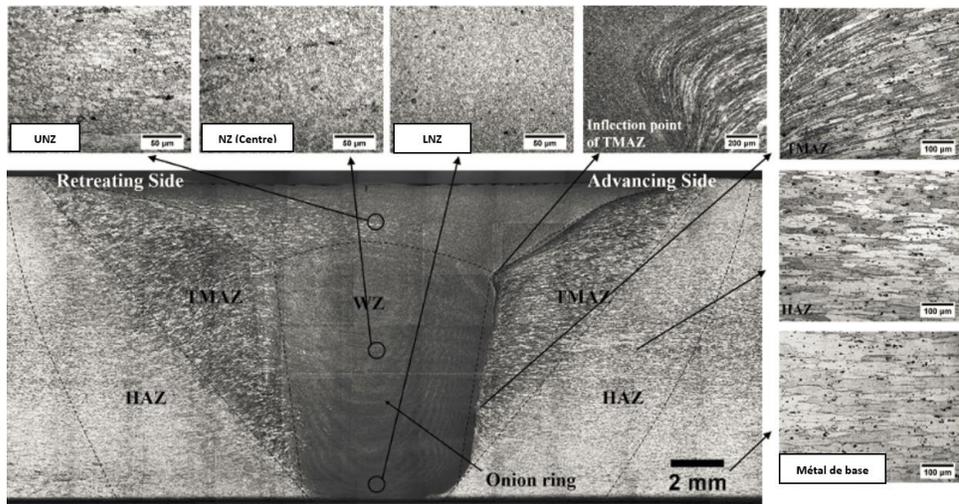


Figure 18: Microstructure d'une soudure FSW dans un AA7075-T651 30 jours après le soudage (Pengfei et al., 2015)



Figure 19: Microstructure des différentes zones dans un joint pendant le FSW (Mishra and Ma 2005)

II.A.4.2 Les défauts du procédé FSP :

On observe plusieurs types de défauts propres au soudage par friction malaxage. Ces défauts sont dimensionnels ou parfois internes dû à une mauvaise répartition du métal et des oxydes présents à la surface du joint. Le FSW engendre aussi des distorsions et des contraintes résiduelles, mais à un niveau nettement moindre que le soudage par fusion.

Les défauts rencontrés ont des causes multiples essentiellement reliées à de mauvais paramètres de soudage tel que : Mauvaises vitesses d'avance et de rotation; Mauvais choix d'outil; Force axiale mal ajustée ou contrôlée; Pièces mal retenues. On peut voir à la figure 10a la microstructure

d'un joint soudé où on distingue les différentes zones : Malaxée (ZM); Affectée thermo-mécaniquement (ZATM); Affectée thermiquement (ZAT); Métal de base (MB). C'est dans la ZM qu'on peut retrouver des alignements d'oxydes préjudiciables aux propriétés mécaniques. La figure 10b montre la position des différents types de défauts en friction malaxage. Cependant lorsque les paramètres de soudage préalablement qualifiés sont bien contrôlés le procédé est très fiable et répétitif, ces défauts ne vont donc pas apparaître .

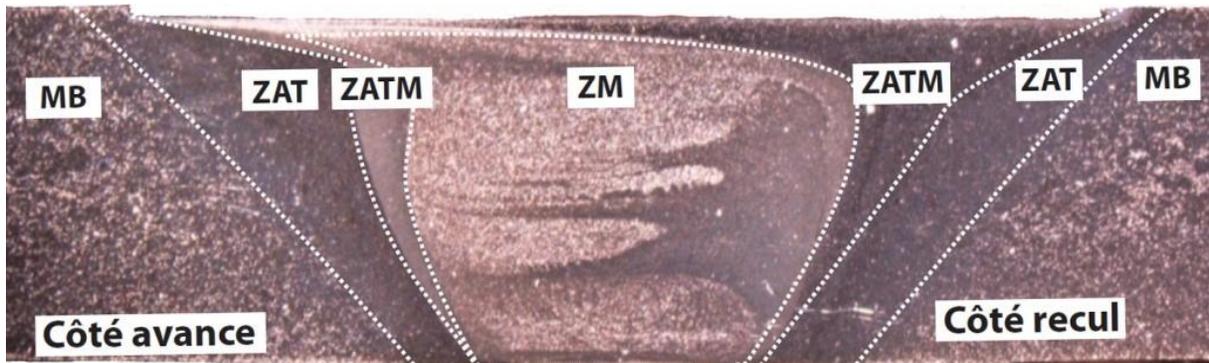


Figure 20: Vue en coupe de la microstructure d'un joint soudé

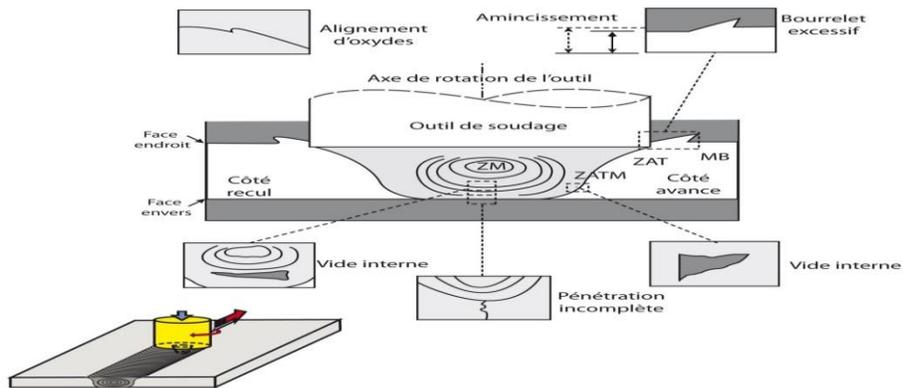


Figure 21: Schéma montrant la position des défauts en soudage FSW en soudure bout à bout. [1]

Les normes ISO 25 239 et AWS D17.3/D17.3M (2010) définissent les directives et exigences en soudage par friction malaxage pour les alliages d'aluminium. La dernière concerne les applications aérospatiales. Les éléments clés à contrôler pour assurer la qualité d'un assemblage sont les dispositifs qui concernent la fixation de l'assemblage, la propreté du joint (pas de contaminant à

part l'oxyde naturel), les outils de soudage et les paramètres de soudage (vitesse de rotation, force axiale, vitesse d'avance).

Les méthodes d'inspection (visuelle, liquide pénétrant, ultrasons, rayons X, courant de Foucault) développées pour l'inspection des joints en soudage par fusion, sont adaptables pour le soudage en friction malaxage.

II.B. Composites métal-céramique :

II.B. 1. Les différents types de composites :

Un matériau composite est constitué dans le cas le plus général d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue dont l'association confère au matériau final des propriétés différentes de chacune de ces phases. La matrice est le milieu continu dans lequel est dispersée la deuxième phase. Cette phase constitue le renfort du matériau composite. Le renfort peut être ajouté dans la matrice à différente fraction massique et sous différentes formes (Figure II-8). Les familles de matériaux composites sont classées en fonction de la matrice et du type de renfort :

- **Les composites à matrice polymère :** ils sont renforcés entre autres par des fibres de verres, de carbone, d'acier ou des particules argileuses.
- **Les composites à matrices céramique (CMC) :** les renforts sont alors une phase céramique identique ou différente de la matrice.
- **Les composites à matrice métallique (CMM) :** dont fait partie le composite étudié dans ce travail.

La matrice des CMM peut être une matrice aluminium, magnésium, fer, cuivre et les renforts sont soit céramiques (oxydes, carbures) soit métalliques (tungstène, molybdène). Les renforts peuvent avoir une géométrie différente selon les types d'application et les propriétés mécaniques attendues. Ils existent trois types de CMM : les CMM à fibres longues, les CMM à fibres courtes ou whiskers, et enfin les CMM particulières (Figure 22).

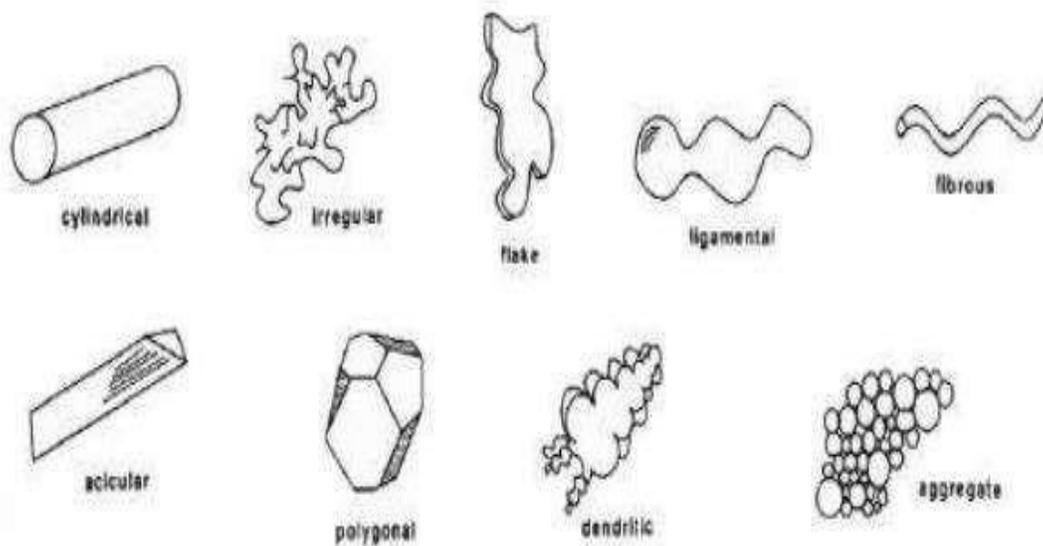
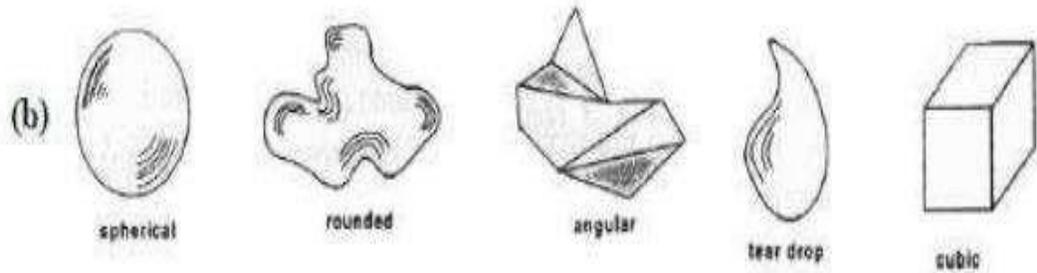
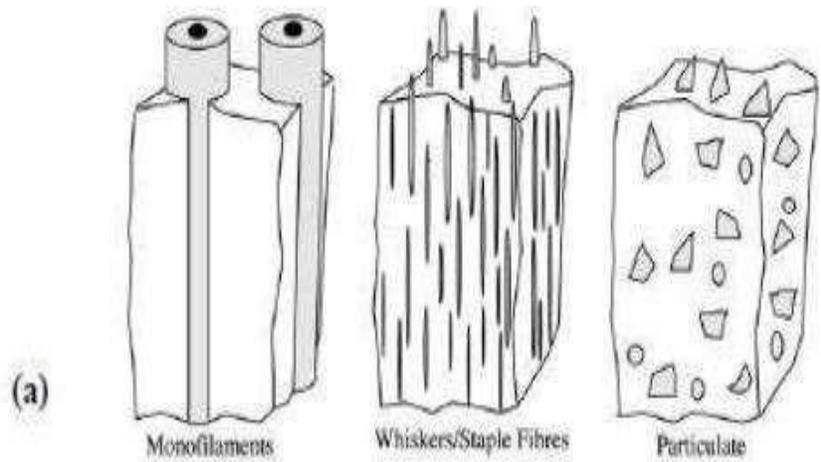


Figure 22: (a) Vue schématique des différents CMM (b) Morphologie des particules.

En raison de leurs propriétés spécifiques élevées, par rapports aux alliages métalliques traditionnels, les composites à matrice métallique (CMM) représentent des matériaux d'intérêt pour des applications de haute technologie dans les domaines aéronautique et aérospatiale et de l'armement avec des productions en faible volume. Les CMM les plus couramment utilisés sont à renfort particuliers. Les CMM particuliers sont plus faciles et moins chers à produire que les CMM fibreux : le coût de la matière première est moins élevé et les techniques de production se rapprochent plus de techniques de mise en forme. Les matériaux métalliques renforcés par des particules céramiques peuvent constituer une alternative aux alliages métalliques, ils se caractérisent notamment par une meilleure résistance à l'usure pour des pièces de frottement (pistons, pièces de freinage...), par de meilleures caractéristiques mécaniques associées à une faible densité (bielles, axes de piston), par une meilleure résistance en fatigue thermique, une rigidité élevée ainsi que de meilleures propriétés mécaniques à chaud. Ces propriétés sont pour partie liées à la qualité de l'interface entre le renfort et la matrice. Pour une description plus détaillée des différents composites à matrice métallique. [II-18] [II-19]

II.B. 2. Les Composites à matrice métallique :

Comme leur nom l'indique, ces composites sont constitués d'une matrice en métal (fer, aluminium, magnésium, titane, molybdène ou cuivre) et de renforts en matériau à caractéristiques différentes (céramique, métallique ou intermétallique).

Les matériaux composites à matrice métallique (CMM) ont sensiblement évolué depuis leur apparition dans les années 1960. Les applications envisagées étaient orientées exclusivement vers l'industrie aéronautique et spatiale. C'est seulement à partir des années

1980 avec l'apparition de renforts commercialement intéressants et de meilleure qualité que d'autres domaines d'application ont été envisagés. De nos jours, les composites à matrice métallique (CMM) intéressent les concepteurs des industries automobiles, transport terrestre, électroniques et de loisir pour leur capacité à répondre à des exigences mécaniques spécifiques.

Les composites à matrice métallique représentent une nouvelle classe de matériaux qui tend à se développer de plus en plus. Les CMM renforcés par des particules ou des fibres permettent d'augmenter notablement les propriétés mécaniques. Ils sont classés suivant le type du renfort en deux familles de CMM. [II-20]

- **CMMp** : composites à matrice métallique renforcés par des particules
- **CMMf** : composites à matrice métalliques renforcés par des fibres

II.B. 2. 1. Les composites à matrice métallique à renfort particulaire CMMp :

Les composites à matrice métallique sont des matériaux hautement technologiques avec des applications très spécifiques. Les développements industriels se sont orientés très tôt vers les matériaux composites à matrice métallique à renfort particulaire (CMMp), ils sont surtout utilisés pour des applications à très haute résistance. Un matériau composite est dit à particules lorsque le renfort se trouve sous forme de particules.

Les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux ou des matrices, comme la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, la diminution du retrait. Selon la morphologie des particules et leur répartition, il est possible de faire varier les propriétés dans des proportions intéressantes. C'est le cas, par exemple, de la majorité des propriétés physiques telles que le coefficient de dilatation thermique, la diffusivité thermique, la résistance électrique...etc. [II-21]

Le choix de l'association matrice-particules dépend des propriétés souhaitées. Par exemple, des inclusions de plomb dans des alliages de cuivre augmenteront leur facilité d'usinage. Des particules de métaux fragiles tel le tungstène, le chrome et le molybdène, incorporées dans des métaux ductiles augmenteront leurs propriétés à températures élevées, tout en conservant le caractère ductile à température ambiante.

II.B. 2. 2. Eléments constitutants d'un matériau composite :

II.B. 2. 2. 1. La Matrice :

Appelée aussi liante. La matrice a pour fonction d'assurer la cohésion des renforts, de répartir les efforts et même d'assurer la protection chimique. Dans le cas des CMM la matrice est métallique ; les métaux les plus souvent utilisés sont : l'aluminium, le magnésium et le titane, pour les hautes températures c'est le cobalt (parfois allié avec du nickel). La matrice métallique donne au matériau composite de nouvelles propriétés. Les plus communes sont :

- Des meilleures propriétés mécaniques.
- Une meilleure résistance au feu et à la température.
- Une meilleure conductivité électrique et thermique.
- Une résistance aux radiations, une imperméabilité au gaz et à l'humidité.

Ils sont utilisés dans des domaines très variés : du foret de perceuse (tungstène) à l'aérospatial en passant par l'automobile. Cependant le facteur qui limite leur exploitation est le coût, bien supérieur à celui des matériaux plus conventionnels. Les recherches sur ces matériaux sont assez récentes (environ une vingtaine d'années) mais ils ont très vite remplacé les matériaux conventionnels dans certaines applications précises : automobile (moteur, frein...) et aéronautique (empennage, train d'atterrissage, turbine...). [II-22]

II.B. 2. 2. 2. Renfort :

le matériau implanté dans la matrice sous forme de particules ou de fibres pour but d'accroître les propriétés mécaniques (rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc.) et d'améliorer des propriétés physiques, tels les comportements au feu et à l'abrasion, la tenue en température ou les propriétés électriques [II-23]. Plusieurs renforts ont été classé suivant leur forme leur dimension et leur nature chimique :

II.B. 2. 2. 2. 1. Renfort discontinu :

Les renforts dont toutes les dimensions sont très inférieures aux dimensions du composite. Trois types de renfort discontinu utilisés dans les composites à matrice métallique, renfort de particules, de trichites, de fibres courtes (Figure II. 9). Les caractéristiques de ces renforts sont rassemblées dans le (tableau 4).

Type	Nature chimique	Densité à 20°C	Diamètre (µm)	Module d'Young (GPa)	Résistance à la rupture (GPa)
Particules	SiC	3,2	5 à 50	480	
	TiC B ₄ C	4,7	5 à 10 5	310 à	
	Al ₂ O ₃	2,5	3 à 30	380	
		3,9		390 390	

Trichites	SiC	3,2	0,1 à	400 à	3 à 14 17
	K ₂ O _n (TiO ₂)	3,3	0,5 0,2 à 0,5	700 280	
Fibres courtes	Al ₂ O ₃	3,3	3	300	2
	Al ₂ O ₃ + SiO ₂	2,7	3	158	2.5

Tableau 4: Caractéristiques des renforts discontinus utilisés dans les CMM [II24].

II.B. 2.2.2. 2. Renfort à particules :

Les particules sont toutes les morphologies de renfort quasi isotropes (facteur l/d (longueur/diamètre) compris entre 0,2 et 1). Ces morphologies peuvent être de type sphérique ou aciculaire de taille moyenne des particules variant entre 5 et 50 µm. Pour les renforts à particules, les fractions volumiques varient généralement entre 10 et 50%. Les particules peuvent être directement associées au métal sous forme dispersée par mélange, ou préparées en préformes et imprégnées ultérieurement par le métal.

II.B. 2. 2. 2. 3. Renfort de trichites :

Les trichites sont des fibres discontinues monocristallines, elles ont des propriétés mécaniques très élevées. Pour les CMM, généralement les trichites utilisées sont (carbure de silicium, nitrure de silicium et le titanate de potassium) de diamètre moyen varie entre 0,1 et 0,5 µm, leur longueur entre 20 et 100 µm. Les fractions volumiques de trichites dans les CMM sont comprises entre 15 et 25 %.

II.B. 2. 2. 2. 4. Renforts de fibres courtes :

Les fibres courtes sont des fibres polycristallines ou amorphes d'alumine ou de mélanges d'alumine et de silice. Les caractéristiques de ces fibres sont inférieures à celles des trichites, leurs fractions volumiques comprises entre 5 à 25 %. Le diamètre moyen des fibres courtes varie entre 3 et 5 µm, leur longueur entre 100 et 600 µm.

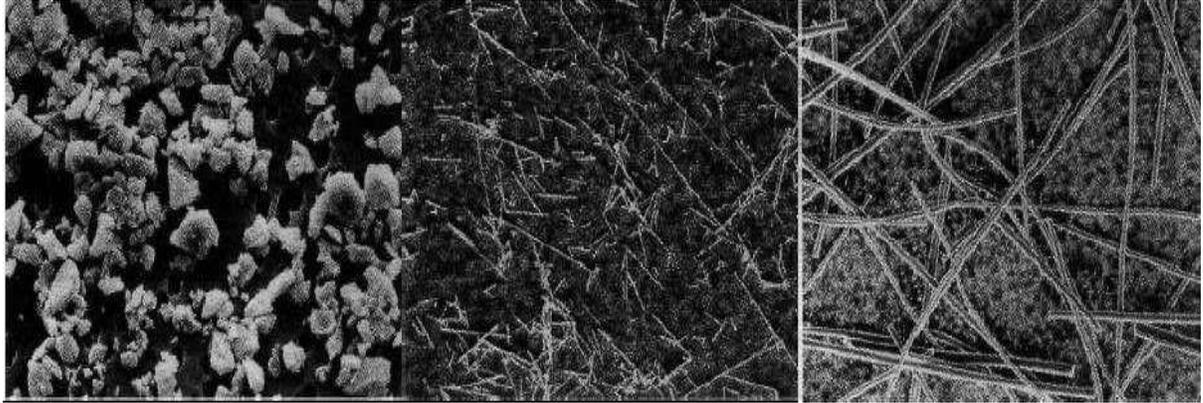


Figure 23: Morphologie des renforts discontinus.

II.B. 2. 2. 2. 5. Renforts continus :

Les renforts dont au moins une dimension est supérieure ou égale aux dimensions du composite.

On distingue deux types de renforts continus :

Les Mèches multi-filamentaires, les Mono-filaments (figure II.13), leurs caractéristiques sont données dans le (tableau II. 2).

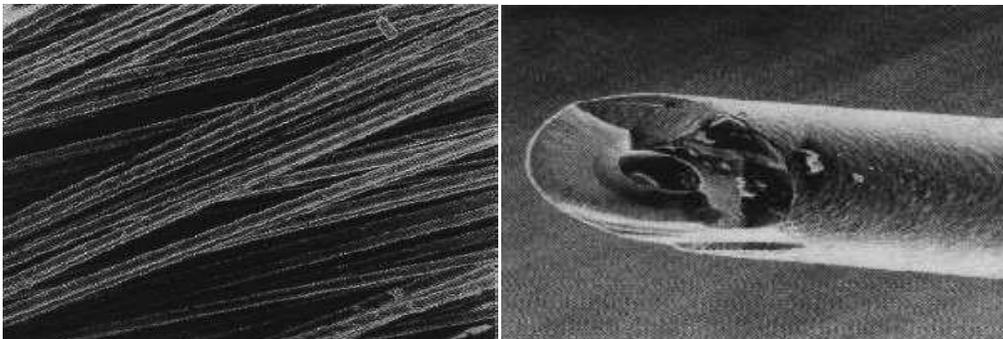
Tpe	Nature chimique	Densité	Diamètre (μm)	Module d'Young (GPa)	Résistance à la rupture (GPa)
Mèche Mul ti- filamentaire	PCS-SiC	2,55	15	196	2,75
	PTCS-SiC	2,4	8 à 12	200	2,8
	Al ₂ O _{3α} -	3,9	20	379	1,4
	SiCO ₂	3,2	17	200	1,5
	Al ₂ O ₃ -	1,76	7	230	3,53
	SiO ₂	1,81	6	392	2,74
	Carbone- HR	7,74	13	196	4,12
	Carbone- HM Acier				
Mèche Mono- filament	Bor	2,49	140	392	3,5
	SiC	3	140	427	3,5
	Acier	7,8	150	200	2,2

HR : Haute Résistance.
HM : Haut Module.

Tableau 5: caractéristiques des renforts continus utilisés les CMM.

Il existe aussi le Renfort hybride toute combinaison de renforts continus et discontinus.

- **Mèches multi-filamentaires :** Ces renforts sont présentés sous forme de mèches de 300 à 10 000 filaments unitaires, de diamètres varient entre 5 et 20 μm . Les plus utilisées sont en SiC, alumine, carbone et en acier.
- **Mono-filaments :** Il s'agit de produits à rigidité élevée, Les renforts présentent des diamètres de 100 à 300 μm . Les fibres de bore et de SiC sont élaborées par dépôt chimique en phase vapeur sur un mono-filament de tungstène ou de carbone elles sont les plus utilisées.



a) Multi-filamentaire.

b) mono-filamentaire.

Figure 24: Morphologie des renforts continus

II.B. 3. Les différentes méthodes d'élaboration d'un matériau composite :

Les techniques de fabrication des composites céramique à particules métalliques sous forme de couches mettent en œuvre les procédés sol-gel, les dépôts chimiques en phase vapeur (CVD) ou

les dépôts par voie électrochimique (electroplating). Le procédé sol-gel est le plus utilisé. Il consiste en un mélange de précurseurs liquides qui constitue le sol et qui se transforme par la suite en un réseau solide tridimensionnel stable (l'état gel) par des réactions chimiques telles que l'agrégation ou la polymérisation des précurseurs à température ambiante ou au voisinage de cette température [II-25].

Pour la réalisation des composites massifs, la réduction in situ (incorporation du métal sous forme d'oxyde suivie d'une étape de réduction [II-26]) associée à différentes méthodes de mise en forme et de densification (métallurgie des poudres [II-27] [II-28], pressage isostatique seul ou activé thermiquement ou frittage naturel) sont utilisées.

Le pressage isostatique à haute température HIP (Hot isostatic pressing) [II-29] permet d'obtenir des matériaux denses. Cette méthode consiste à appliquer une température et une pression maximales simultanée sur le mélange de poudres.

Dans le cas des composites difficilement densifiables, la technique de frittage par SPS (Spark Plasma Sintering) dit « flash » [II-30] [II-31] est généralement utilisée car elle permet un gain de temps important. Après un mélange et un pressage de la poudre, le frittage SPS se fait par l'application de pulses de courant de très forte intensité, qui chauffent fortement l'échantillon, et d'une pression uniaxiale. Ceci permet d'atteindre les températures maximales désirées en quelques minutes, ainsi qu'un bon niveau de densification du matériau avec le maintien de la température durant quelques secondes.

Cependant, ces traitements thermiques à haute température (frittage SPS, pressage HIP) ont des contraintes en termes de coûts de procédés, ainsi que des conséquences sur la composition et les propriétés des matériaux obtenus. Nous avons donc choisi d'élaborer le cermet par métallurgie des poudres.

II.B. 3. 1. Élaboration du matériau composite par métallurgie des poudres :

La métallurgie des poudres est un procédé qui regroupe plusieurs opérations permettant la réalisation de composants de formes prédéterminées à partir de poudres (métalliques, céramiques ou composites) dont la granulométrie et la constitution sont maîtrisées. Dans un premier temps, le mélange de poudres est déposé dans une matrice de presse qui donne la forme au produit fini. Ce dernier est ensuite densifié par frittage. Il présente ainsi la forme, les tolérances dimensionnelles et les propriétés mécaniques désirées. [II-32] [II-33]

Le choix de la métallurgie des poudres pour réaliser des matériaux composites s'appuie sur trois critères : la précision désirée, la microstructure et les propriétés mécaniques requises.

De plus, la métallurgie des poudres permet de traiter tout type de poudre et de fabriquer des alliages dont certains sont impossibles à produire par d'autres procédés. Elle présente aussi des avantages économiques (95 % de la matière première est utilisée et une faible consommation d'énergie) et écologiques (peu de déchets, pas de résidus liquides à éliminer).

Par rapport à d'autres technologies de mise en forme, la métallurgie des poudres est également utilisée pour sa simplicité (nombre réduit d'étapes de fabrication). Un savoir-faire et de l'expérience sont néanmoins nécessaires pour maîtriser correctement le procédé.

II.B. 4. Composites de phase MAX :

II.B. 4.1. Ti-Al-C renforcé :

Le renforcement de Ti_3AlC_2 avec 10% en volume d' Al_2O_3 a été montré par Chen et al. L'addition de $\alpha-Al_2O_3$ a significativement augmenté la résistance du Ti_3AlC_2 dans le régime de rupture fragile, mais en raison du ramollissement de la matrice, la résistance dans le mode de rupture ductile a eu peu d'amélioration. Il a été démontré que les résistances des composites Ti_3AlC_2 et $Ti_3AlC_2 / 10 \text{ vol.} \% Al_2O_3$ diminuent avec l'augmentation de la température. [II-38]

II.B. 4. 2. Ti-Si-C Renforcé :

Benko et al. Augmenté le module de Young et la dureté Vickers de Ti_3SiC_2 en pressant à chaud le nitrure de bore cubique (cBN) avec Ti_3SiC_2 . L'extrême dureté de cBN, qui est le deuxième seulement au diamant, a radicalement amélioré celle du Ti_3SiC_2 à partir d'une valeur de dureté Vickers de 4 GPa à 19,9 GPa (dureté Vickers pour TiC = 16,0-28,0 GPa [II39]). L'ajout du cBN a également augmenté le module de 320 GPa à 525 GPa. [II-40]

Plusieurs composites utilisant du Ti_3SiC_2 et un carbure binaire ont été explorés ces dernières années. Wang et al. [II-41] ont utilisé des poudres de Ti et de SiC pour fabriquer de la $Ti_5Si_3-TiC-Ti_3SiC_2$ nanostructure. Konoplyuk et al. [II-42] [II-43] ont utilisé un frittage par décharge pulsée.

II.B. 4. 3. MAX-Métaux :

Des études récentes de plusieurs groupes ont montré les possibilités de renforcement de telles phases MAX comme Ti_2AlC et Ti_3SiC_2 avec des métaux, tels que : Ag, Cu et Mg. Ngai et al. et Zhang et al. ont renforcé les matrices Cu avec des particules de Ti_3SiC_2 . Pour améliorer les performances tribologiques de plusieurs phases MAX, Gupta et al. Ta_2AlC et Cr_2AlC renforcés avec 20% d'Ag. Il est proposé que ces composites soient utilisés comme lubrifiant solide à haute température qui aurait pu être utilisé contre les superalliages à base de Ni et l'alumine. [II-45] Travail présenté par Amini et al. [II-46] a récemment montré le renforcement réussi de Ti_2AlC avec des nanoparticules de Mg, un pour synthétiser des composites Ti_3SiC_2/TiC . En utilisant des poudres initiales de $TiH_2/SiC/TiC$, les échantillons ont été frittés avec une texture (001) et présentaient des valeurs de dureté de 4-6 GPa et une résistance à la flexion de 400-550 MPa. Ho-Duc et autres [II-44] étude de la fabrication de Ti_3SiC_2/TiC et Ti_3SiC_2/SiC , 30% vol.% de renforcement, composites par pressage isostatique à chaud de poudres de Ti, SiC et C pendant 8 h à des températures aussi élevées que 1600 °C. La résistance à la flexion des deux composites a diminué, mais la tolérance aux dommages et la résistance aux chocs thermiques ont augmenté jusqu'à une trempe à partir de 1400 °C. Mélange 50/50. Le composite résultant était facilement usinable, rigide (70 70 GPa), fort, léger (2,9 g / cm³) et présente des capacités d'amortissement exceptionnelles. [II-46]

Si les phases MAX doivent être utilisées dans des applications mécaniques à haute température, elles devront être renforcées avec des fibres céramiques. À notre connaissance, aucun Ti_2AlC , ni Ti_3SiC_2 , ou aucune phase MAX d'ailleurs, n'a jamais été renforcé avec des fibres céramiques. Cependant, d'après le travail de Chen et al. Sur $Ti_3AlC_2/10\%$ en vol. Al_2O_3 et Radovic et al. En ce qui concerne le fluage des phases MAX, nous pensons que si les phases MAX pouvaient être renforcées avec des fibres rigides, les contraintes internes dues aux charges appliquées à des températures élevées auraient pu être absorbées par les fibres.

Nous étions d'avis que les fibres Al_2O_3 ou SiC seraient bien adaptées à ces phases.

II.B. 5. Elaboration de surface composite par le procédé FSP :

Des études récentes de plusieurs groupes ont montré les possibilités de renforcement superficielle des alliages d'aluminium par l'intégration des particules composites (métal céramique) au moyen de FSP pour avoir la formation d'une surface composite Al/ (métal céramique). Des études ont été menées par Mishra et al. [II-47] ont utilisé le procédé FSP pour élaboré une surface composite sur l'alliage AA5083 avec des particules de $0,7\mu\text{m}$ SiC Une profondeur de cible de 2,03 mm a entraîné l'incorporation de particules de SiC dans une matrice d'aluminium (figure II. 16. a). Cependant, la liaison de la couche composite de surface et de la plaque de substrat a été influencée par la vitesse de déplacement. À une vitesse de déplacement plus élevée (101,6 mm / min), le composite de surface couche était généralement séparée du substrat en alliage d'aluminium et la liaison était pauvre comme indiqué dans (figure.25.b).

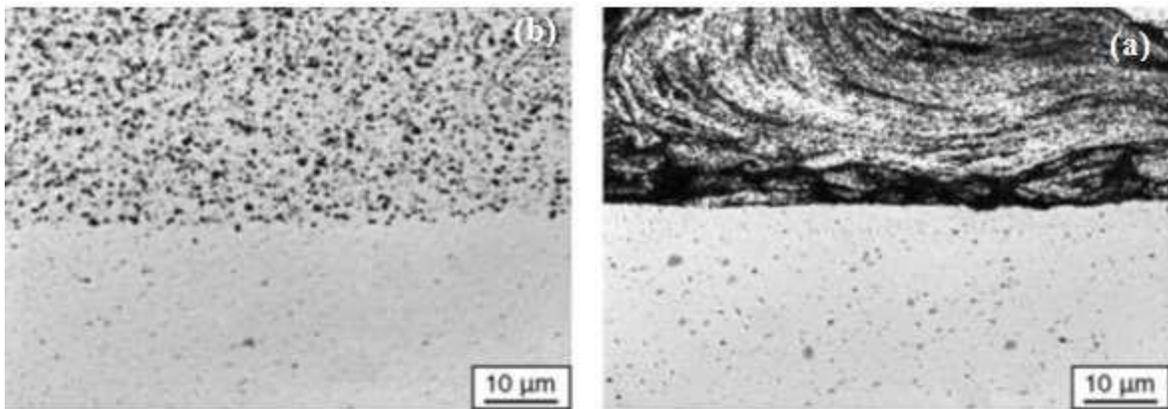


Figure 25:Micrographie optique montrant la surface composite AA5083-SiC produit à une vitesse de rotation de l'outil de 300 tr / min et une vitesse de déplacement de: (a) 25,4 mm / min et (b) 101,6 mm / min [II-48].

Mahmoud et al [II-49] fabriqué AA1050 / SiC SMMC et analysé l'effet de la vitesse de rotation de l'outil, la vitesse de traitement et Nombre de passes. La distribution des particules de SiC est devenue plus homogène avec l'augmentation de Nombre de passes.

Certaines combinaisons de vitesse de rotation de l'outil et de vitesse de traitement ont résulté dans la formation de défauts tels que des vides et des tunnels dans la zone FSP. La figure II. 17 montres

les micrographies SEM de la zone FSP. Les particules de TiC sont réparties de manière homogène dans la zone FSP. La taille des grains de l'alliage d'aluminium a évidemment été affinée par FSP. Une la distribution homogène des particules céramiques est essentielle pour atteindre des propriétés mécaniques plus élevées dans SMMC. L'agitation provoque une contrainte plastique plus élevée qui entraîne le réarrangement des particules de TiC. La taille des particules de TiC n'est pas uniforme dans toute la zone FSP. La fragmentation des particules céramiques a été largement reconnue dans le FSW des composites à matrice d'aluminium. [II-49]

Ces chercheurs ont signalé l'émoussement des bords tranchants des particules de Al₂O₃ ou de SiC (> 20 µm) ce qui a entraîné la formation de débris fins dans la zone de soudure. La différence de taille des particules dans le SMMC, comme le montre la figure II.15, c'est le moins qui indique une fragmentation faible ou nulle pendant le FSP.

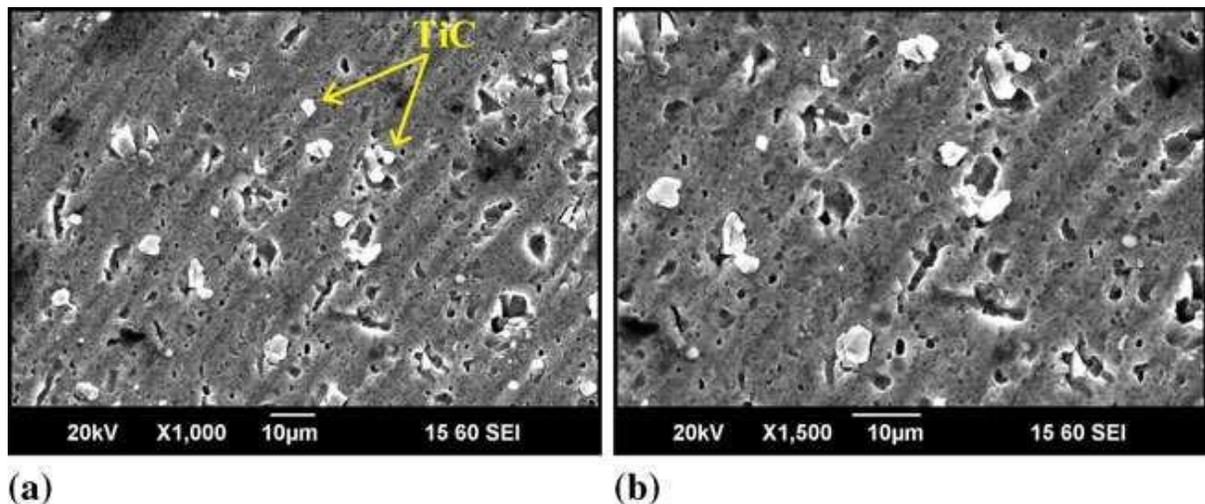


Figure 26: a) et (b) microphotographie au MEB de AA1050 / TiC SMMC.

Fabrication de l'alliage d'aluminium 5083 avec des couches renforcées de boroncarbide (B₄C) à travers FSP a été réalisée. Des particules B₄C de taille micro et nanométrique ont été utilisées comme renforcements. L'observation microscopique du SCL est montrée sur la figure II. 18. Les particules B₄C se sont avérées être groupées dans la zone d'agitation après chaque passage de FSP. Les particules de renforcement renforcent les précipités de l'alliage Al5083 dispersé dans la matrice Al. [II-50]

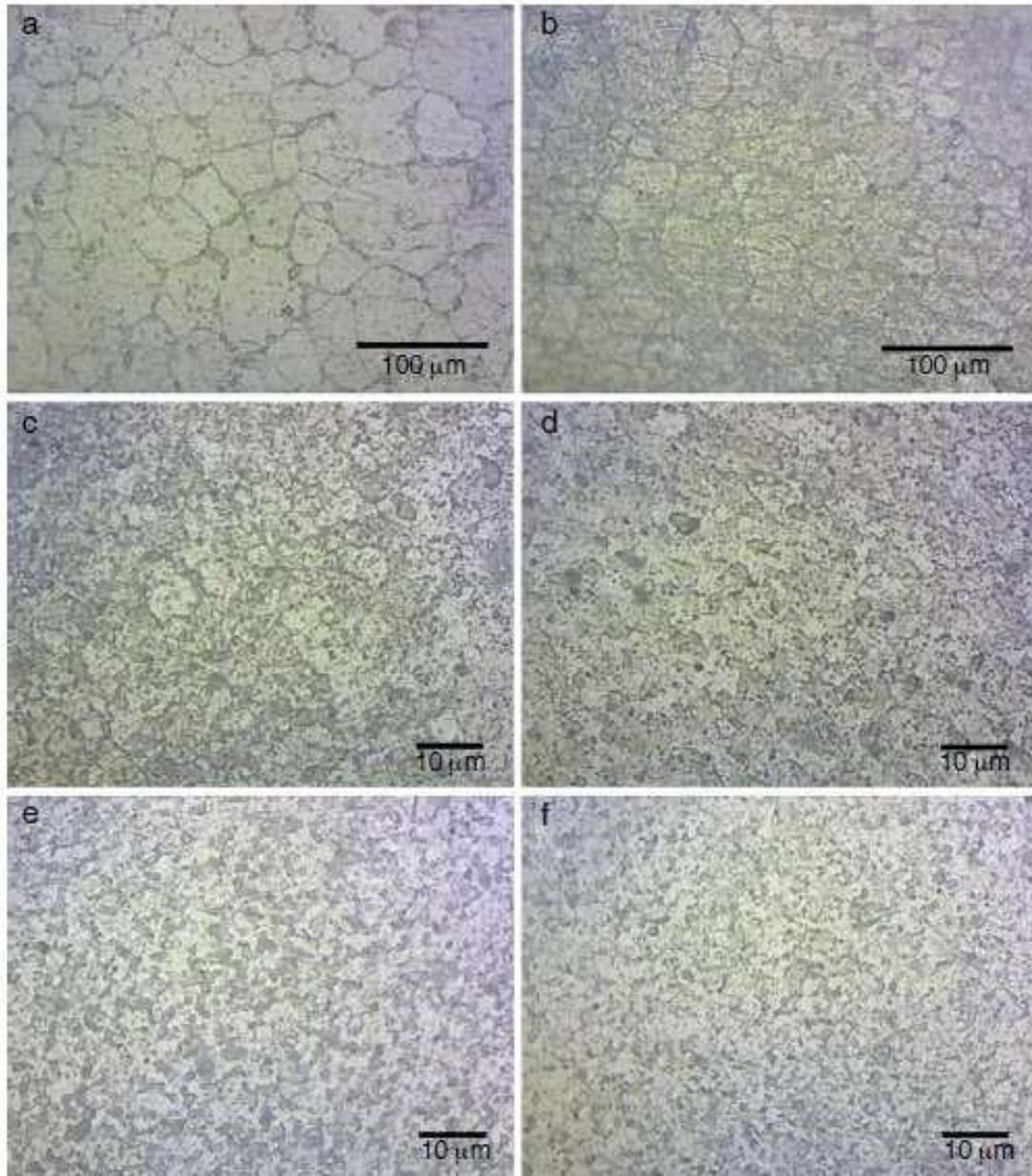


Figure 27: Micrographies optiques de coupe transversale des échantillons de la zone FSP (a) matériau de base, (b) passage sans particules, zone d'agitation, (c) particule) particule B4C de taille micro un passage, (d) particule B4C de taille micro trois passes, (e) particule B4C de taille nanométrique un passage , (f) particules B4C de taille nanométrique de trois passes.[II-50]

I. Matériels utilisé dans ce travail :

I.1. Métal de base (matériaux à traiter) :

Le matériau utilisé dans ce travail est l'alliage d'Aluminium 5083 sa composition chimique est indiquée dans le tableau, sous forme de tôle 250.250.10 mm³ pour un traitement par friction malaxage, la tôle est représentée dans la figure 28 :



Figure 28: Tôle d'alliage d'aluminium 5083

I.1.1 composition chimique d'alliage d'aluminium 50 83.

Eléments	Mg	Mn	Cr
% masse	4.4	0.7	0.15

Tableau 6: composition chimique d'alliage d'aluminium 5083

I.2. Métal d'ajout (Phase MAX Ti₃SiC₂) :

La phase renforçant est sous forme de poudre Ti₃SiC₂ (34 µm de granulométrie), qui a été remise par l'équipe de MAX MXene research group de Drexel university, par le Dr.M.W.Barsoum, élaboré par la société MAXTHAL, la poudre est représentée sur la figure

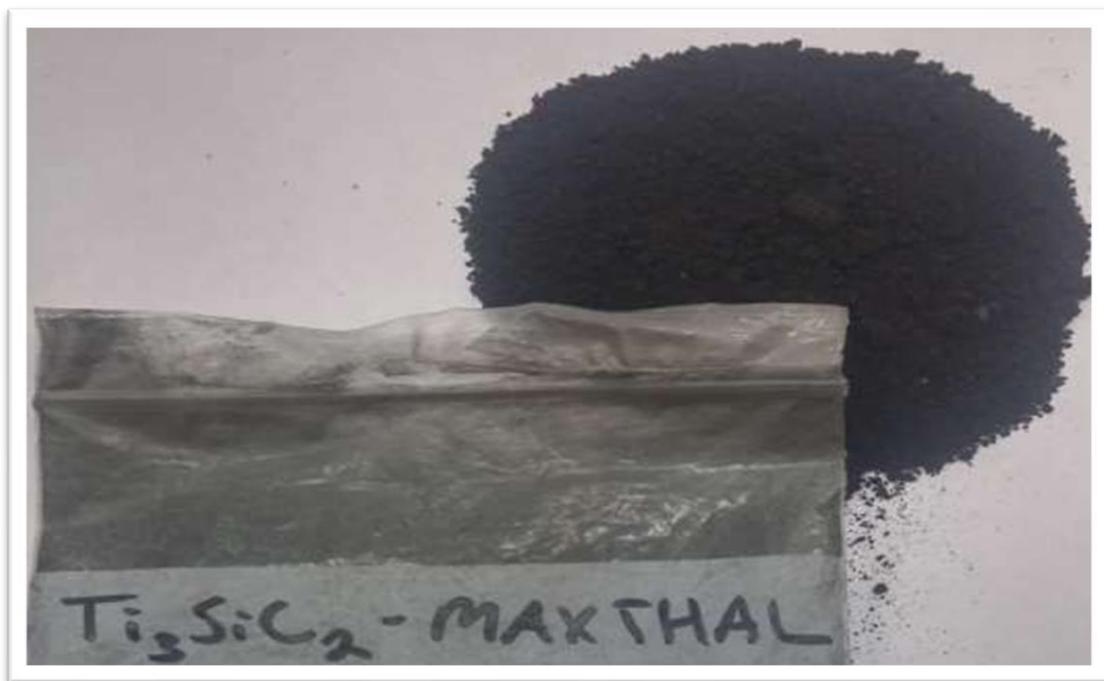


Figure 29:La poudre de la phase MAX Ti₃SiC₂.

II. Machine utilisé dans le procédé :

II.1. Fraiseuse horizontale automatique:

Une fraiseuse horizontale 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.

II.2. La fraiseuse verticale automatique :

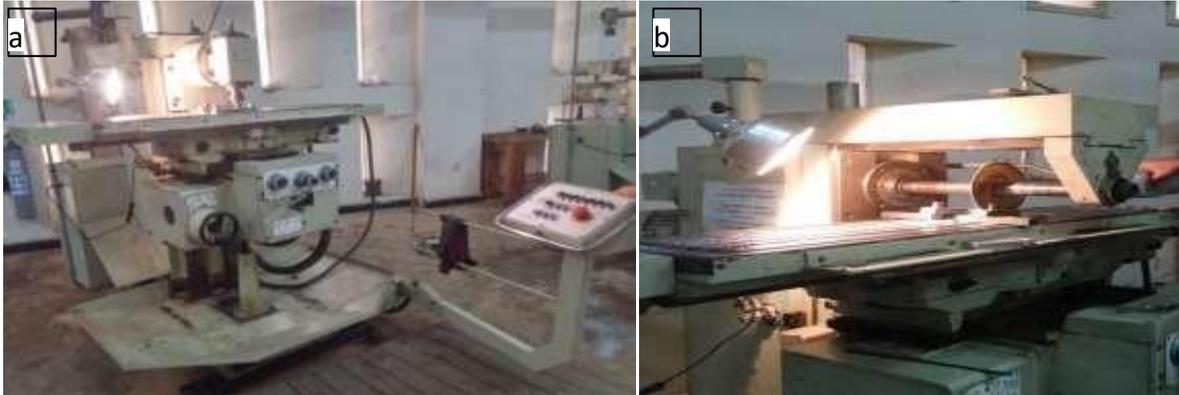


Figure 30:a)Fraiseuse automatique verticale:b) Fraiseuse automatique horizontal.

- **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 31: l'outil FSP

II.3. Découpage de la tôle:

Le découpe de la tôle est réaliser dans une fraiseuse horizontal automatique à l'aidé d'une lame circulaire de 2 mm d'épaisseur.

II.4. L'usinage des rainures sur la surface de la tôle :

Pour l'usinage des rainures sur la tôle on utilise la fraiseuse horizontale automatique a l'aidé d'un lame de coupe circulaire de 2 mm d'épaisseur etavec 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 1er et pour la 2eme configuration de 2 rainures entre chaque rainure on à une distance de 10mm.

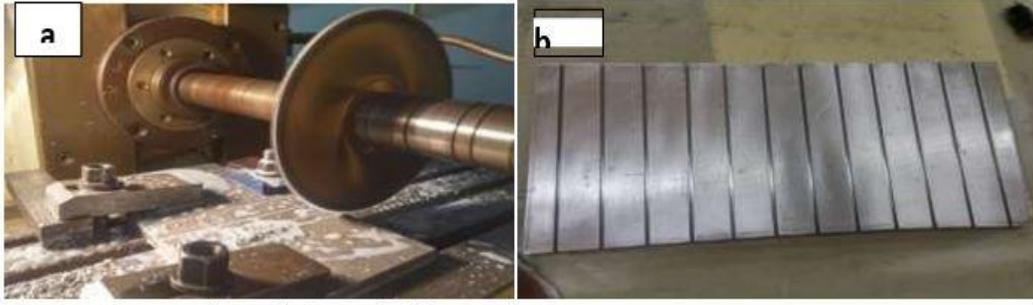


Figure 32: a) Fraiseuse horizontale automatique d'usinage (l'usinage de la tôle) .b) la tôle après l'usinage des rainures

II.4.1. Préparation de la surface de la tôle pour le traitement :

Le polissage : on réalise un polissage avec un papier abrasif 800 pour éliminer la couche de contamination.

II.4.2. Remplissage de la poudre :

Le remplissage des rainures se fait en deux méthodes différentes :

- Remplir les rainures en poudre de la phase MAX (Ti_3SiC_2) avec un bon compactage (figure 33).
- La méthode de fermeture des rainures, après avoir rempli les rainures en poudre de la phase MAX (Ti_3SiC_2) avec compactage. La rainure est fermée à l'aide d'un outil non consommable qui ne contient pas un pion à l'épaulement (figure 33) et à cause de la chaleur générée lors de la friction entre l'épaulement plat de l'outil et la surface de la tôle qui subit une déformation plastique et est fermée pour faciliter aux particules de ne pas s'envoler ou s'échapper de la rainure pendant l'FSP.

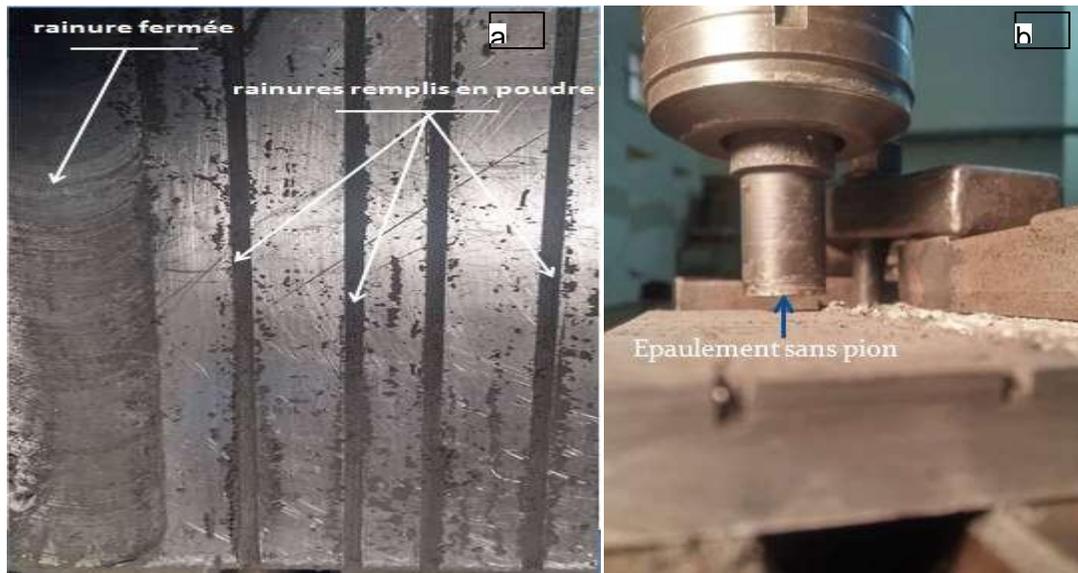


Figure 33 :a) remplissage de la poudre dans les rainures.b) outil sans pion

III. 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 figureIII.1. , et pour cela on fixe la tôle d'aluminium 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 34:Montage expérimental

III.1. Les paramètres et les configurations appliqués dans le procédé FSP:

Dans notre travail d'élaboration de procédé FSP on a travaillé sur 4 configurations différentes et pour chaque configuration on a effectué 3 essais (1 passe et 3 passes et 9 passes).

- **1 passe :** c'est de faire passer l'outil FSP une seule fois.
- **3 passes :** c'est de faire passer l'outil FSP en 3 passes, on fait passer l'outil FSP pour le 1^{er} passe après pour le 2^{eme} passe et on termine par un 3^{eme} passe.
- **9 passes :** c'est de faire passer l'outil FSP en 9 passes

A

B



Figure 35:A) Soudage par friction malaxage fsp0 B) soudage par friction malaxage fsp+max

Parameter de procédé	Vitesse de rotation V_R (rpm)	Vitesse d'avance V_a (mm/s)	Angule de tilt (θ°)	Nombre de passage
FSP0	710	8	2	1
FSP0	900	8	2	1
FSP0	1120	8	2	1
FSP0	710	8	2	3
FSP0	900	8	2	3
FSP0	1120	8	2	3
FSP0	710	8	2	9
FSP0	900	8	2	9
FSP0	1120	8	2	9
FSPMAX	710	8	2	1
FSPMAX	900	8	2	1
FSPMAX	1120	8	2	1
FSPMAX	710	8	2	3
FSPMAX	900	8	2	3
FSPMAX	1120	8	2	3
FSPMAX	710	8	2	9
FSPMAX	900	8	2	9

FSPMAX	1120	8	2	9
TEMOIN	//	//	//	//

Tableau 7:paramètres de procédé FSP.

III.2. Les étapes d'élaboration du procédé :

1. **La pénétration de l'outil :** pendant que l'outil tourne à une vitesse de rotation de 710 et 900 et 1120rpm, le pion de l'outil est forcé dans la tôle (pénétrant dans la tôle pour une épaisseur de 2.5 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 ramolli le matériau (5083) sans atteindre la température de fusion du matériau (une déformation plastique du matériau).
2. **Le déplacement de l'outil :** l'outil FSP rotatif est transversal selon la direction souhaitée avec une vitesse d'avance de 65 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 ce qu'il rend le matériau subi une déformation plastique intense produisant une dynamique structure cristalline fine.
3. **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 les figure suivants :

- **1er étape :** pénétration de l'outil.



Figure 36: pénétration de l'outil

- **2eme étapes :** le déplacement de l'outil selon la transversal de la tôle :



Figure 37: le déplacement de l'outil selon la transversal de la tôle

- 3^{eme} étapes : dégagement de l'outil.



Figure 38:dégagement de l'outil.

III.3. Préparation des échantillons:

III.3.1. Le découpage des zones traitées :

pour le découpage des zones traitées on a utilisé une fraiseuse automatique horizontale avec un jet d'eau (lubrifiant) et à l'aide d'une lame circulaire de 2 mm d'épaisseur au niveau d'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 (figure III.3.1 a). Après avoir découpé chaque zone de traitement selon chaque configuration on découpe des échantillons de 20.20 mm². Le début et la fin de la zone traitée ont été évité car ils présentaient des irrégularités les échantillons sont représentés dans la figure 39



Figure 39: a) les coupes des zones traitées .b) les coupes des échantillons

III.3.2. Le polissage mécanique des échantillons:

Consiste à rendre la surface plane et brillante pour qu'elle ne présente aucune rayure susceptible de gêner l'examen microscopique. Cette opération se fait à l'aide de papiers abrasifs de granulométrie de plus en plus fine. Cette opération comporte plusieurs étapes :

- **Surfaçage** : le but du surfaçage est d'éliminer les défauts engendrés par le découpage et rendre l'échantillon parfaitement plan.
- **Pré-polissage** : il doit diminuer fortement la zone écrouie par le surfaçage et laisser sur la surface des rayures très fines et uniformes. Le pré-polissage a été réalisé à l'aide d'une polisseuse Metasinex à double plateau (figure III.3.2.1) au niveau du labo science des matériaux (SDM) département Génie Mécanique avec des papiers abrasifs de granulométrie de plus en plus fine (P80, P400, P600, P800, P1200). Et pour éliminer les rayures observées sur la surface de polissage on a effectué un autre polissage avec un papier abrasif (P2000, P4000) . polisseuse Struers LaboPol-25.



Figure 40:Polisseuse double plateau



Figure 41:polissageuse automatique

- **Le polissage de finition** : permet l'obtention du poli miroir à l'échelle microscopique. On a effectué cette étape sur un drap textile avec une patte diamanté de granulométrie $6\ \mu\text{m}$ et $3\ \mu\text{m}$. le polissage de finition a été réalisé à l'aide d'une polisseuse automatique Mecatech Z64 (figure 41)
- **Les échantillons en état miroir après la finition de polissage :**

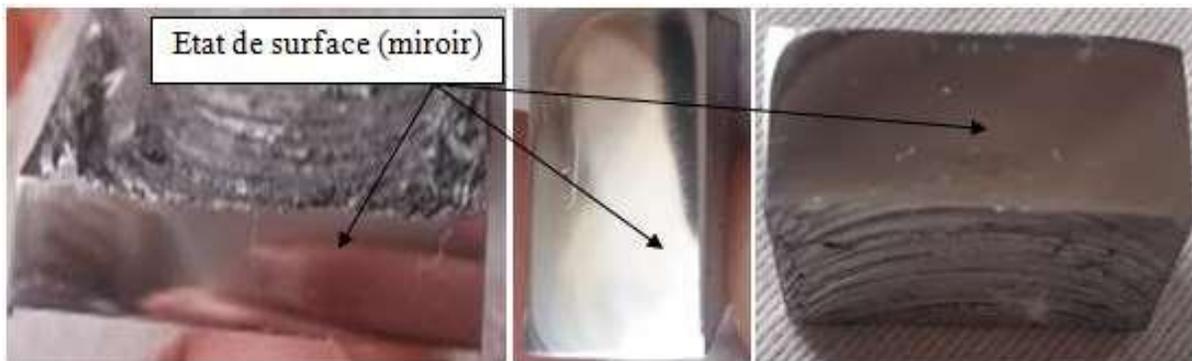


Figure 42:Échantillons après polissage

Les échantillons sont nettoyés par l'éthanol juste après la finition de polissage et sont séchés à l'aide d'un sèche-cheveux.

III.4. La caractérisation des échantillons:

III.4.1. 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 x5 et x100) puis la lentille l'oculaire apporte un deuxième grossissement (en général x10) et l'œil reçoit enfin l'image agrandie. L'agrandissement final correspond au produit des deux grossissements des deux lentilles de verre la figure 43 représente le principe d'un microscope optique.

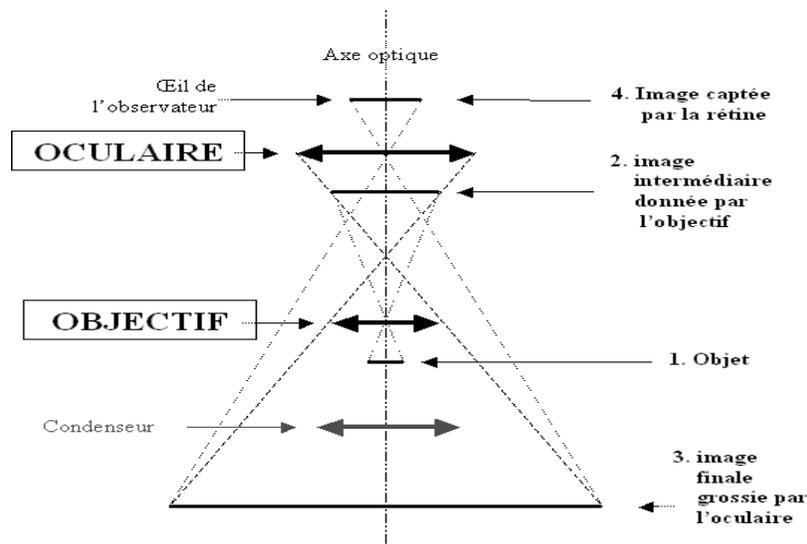


Figure 43:Schéma du principe d'un microscope optique
Nikon Éclipse.

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 ($0.4\mu\text{m} - 0.7\mu\text{m}$). 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.



Figure 44:Microscope Optique Nikon

III.4.2 Caractérisations tribologiques:

Le comportement tribologique n'est pas une propriété intrinsèque des matériaux mais dépend des caractéristiques mécaniques et structurales de deux matériaux en contact. Les essais d'usure ont été réalisés à l'aide d'un tribomètre rotatif (TRIBO technic Pin On Disc and oscillating TRIBO tester) au niveau du Centre de Recherche en Technologie Industriel (CRTI) (figure .45). Les résultats exploitables sont la courbe du coefficient de frottement correspondant aux matériaux du couple surface d'échantillon-bille, les pistes usées qui vont être le point de départ pour l'étude de l'usure. La courbe du coefficient de frottement donnée par le logiciel renseigne notamment sur les variations au cours de l'essai, ce qui doit permettre d'identifier différentes phases de l'essai, le

taux d'usure est calculé à l'aide du logiciel couplé avec le tribomètre Et d'autre part on calcule la valeur de la perte en masse après avoir pesé l'échantillon avant et après chaque test à l'aide d'une balance numérique.

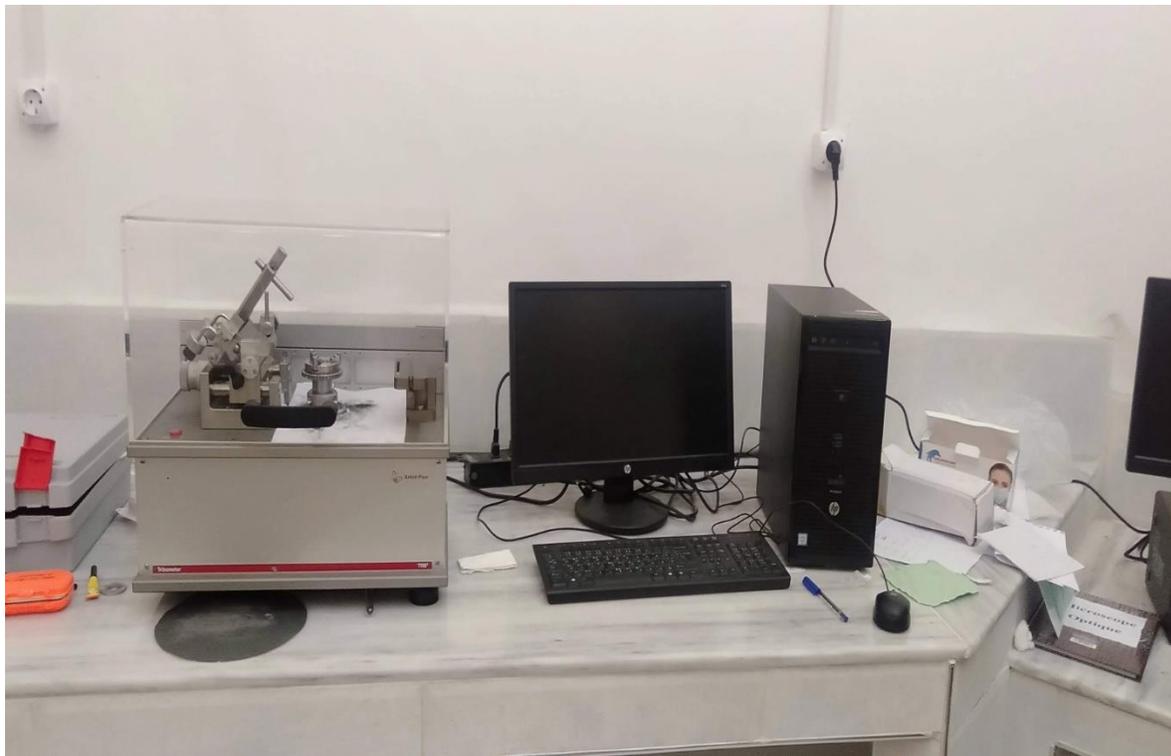
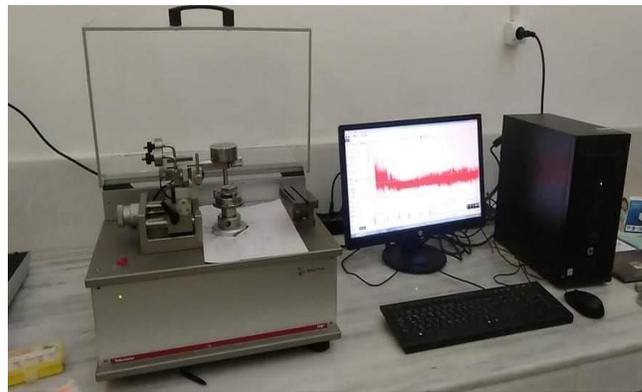


Figure 45:Trobometre Rotatif

Le tribomètre utilisé pour étudier la tenue à l'usure des échantillons est un dispositif de frottement « bille sur plan ». Ce dispositif possède deux mouvements possibles, le mouvement alternatif et un mouvement de rotation classique employé pour notre étude. Le bras supérieur peut être motorisé par un système de positionnement vertical avec un capteur de position et un système de positionnement latéral avec un capteur de position. Sur cemicro-tribomètre, la force de frottement dynamique et le coefficient de frottement instantanés ont été mesurés en fonction de nombre des cycles des tests.

Les propriétés tribologiques d'usure (mouvement rotation) pour les différents échantillons ont été évaluées à l'aide d'un tribomètre (bille sur plan) muni d'un logiciel tribotester software, avec une humidité relative de 35,6 %, à une température de 22,4°C et un état non lubrifié. La bille en acier 100Cr6 de 6 mm de diamètre, et de module d'Young 205 GPa a été choisie comme antagoniste afin d'éviter des réactions chimiques supplémentaires. Pour nos essais, les paramètres expérimentaux sont représentés (Tabl. Une photographie de l'appareillage utilisé est présentée dans la figure III.4.2.2

Les principaux composants du système tribotechnic sont les suivants :

- Table porte-échantillons en mouvement rotation.
- Capteur de température et d'humidité.
- Bille en Acier.
- Masses correspondantes à la charge appliquée.

Conditions de travail	Charge (5N)
Rayon (mm)	6
Vitesse de rotation(mm/s)	150
Distance procurer (m)	300
Temperature (°C)	22,4
humidité (%)	35,6
Echantillon	Composite 5083/Ti3SiC2
Bille	Acier 100Cr6 (Ø 6 mm).

Tableau 8:conditions et paramètres de travail



Tableau 9: Système Tribo-teste

III.4.3 caractérisations mécaniques :

III.4. 3. 1. Essais de dureté

La dureté d'un matériau caractérise sa résistance à la pénétration : un pénétrateur est appliqué sur la surface du matériau à tester avec une force pendant un temps donné. Plus l'empreinte laissée est petite, plus le matériau est dur. Bien que la dureté ne soit pas une propriété simple à définir, les essais de dureté sont très utilisés en raison de leur simplicité et de leur caractère tractif. Leur résultat donne un aperçu synthétique des propriétés mécaniques du matériau testé. Plusieurs types d'essais sont couramment utilisés, leur principe est le même ils ne diffèrent que par la forme de pénétrateur utilisé : essai **Brinell**, essai **Rockwell**, essai **Shore** et l'essai **Vickers**.

III.3.2Essais Dureté Vickers Hv:

Le pénétrateur est une pyramide en diamant, à base carré et d'angle au sommet entre faces opposées égal à 136° . L'empreinte est une pyramide en creux de diagonale moyenne d (en mm, moyenne des deux diagonales du carré de base, mesuré à l'aide d'un appareil optique approprié), (figure III.4.3.1). La charge d'essai F (N) est choisie dans une gamme normalisée. La dureté est donnée par le rapport de F (en kg force à l'origine) à la surface latérale de l'empreinte pyramidale, exprimés sans dimension. Dans notre essai on utilise un duromètre INNOVA-TEST, avec une charge applique et de 5 kg.



Figure 46: Duromètre.

III.3.3 Essais Micro-dureté Vickers :

Des mesures de micro-dureté ont été réalisées sur les 19 échantillons avec une machine de micro-dureté automatique Vickers (figure III.4.3.2). La force appliquée est de 100 g 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 composite (5083/ Ti_3SiC_2) afin de comparer la dureté.



Figure 47: Micro-duromètre automatique

IV.1. Microstructure :

La microstructure des échantillons observés par microscopie optique (figure 48)(figure 49)(figure 50) des différentes configurations élaborées est globalement la même avec la présence de la phase MAX (Ti_3SiC_2) et la présence du pore pour un seul passage et celle de 3 passage dans tous les configurations on voit aussi que la meilleur microstructure est celle de 9 passage

IV.1.1.710 Tr/min avec renfort (Ti_3SiC_2) :

la figure suivant présente la microstructure pour la configuration 710/max d'où la zone A représente le métal de base et la zone B représente la distribution de la phase max dans le métal saché que : (1) représente un microcavité

(2) représente la distribution de la phase max

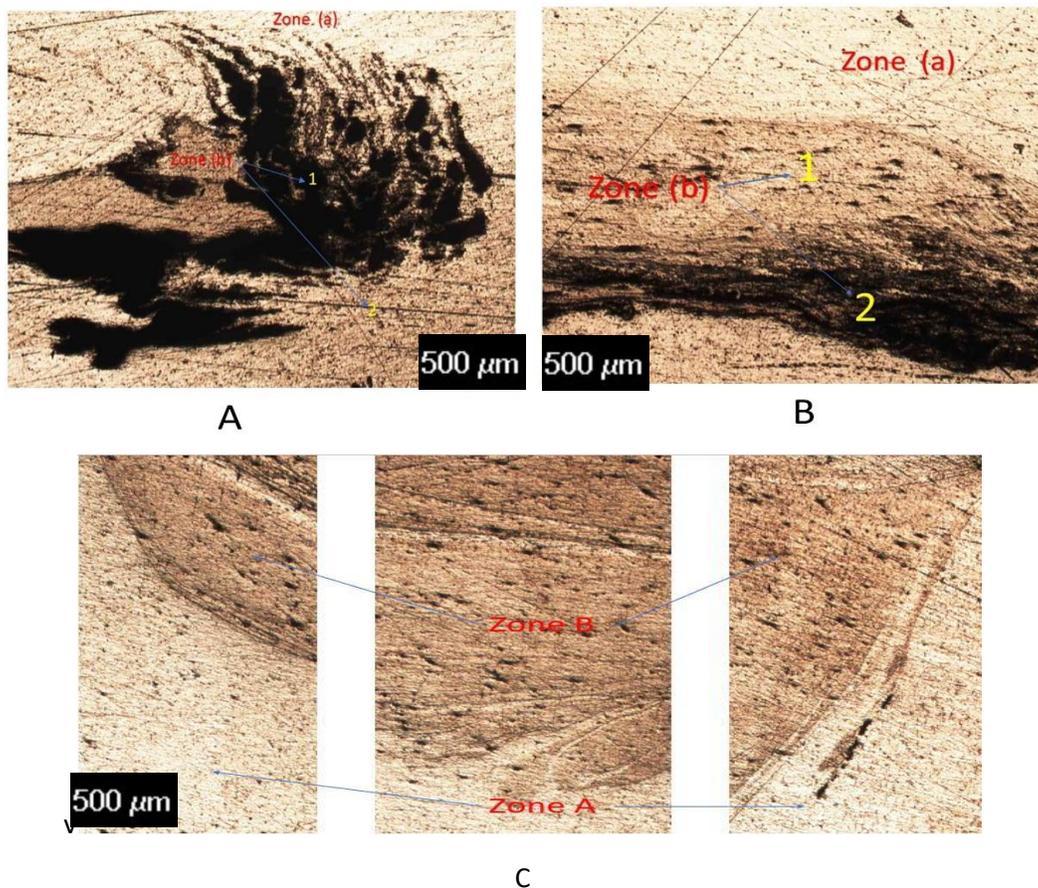
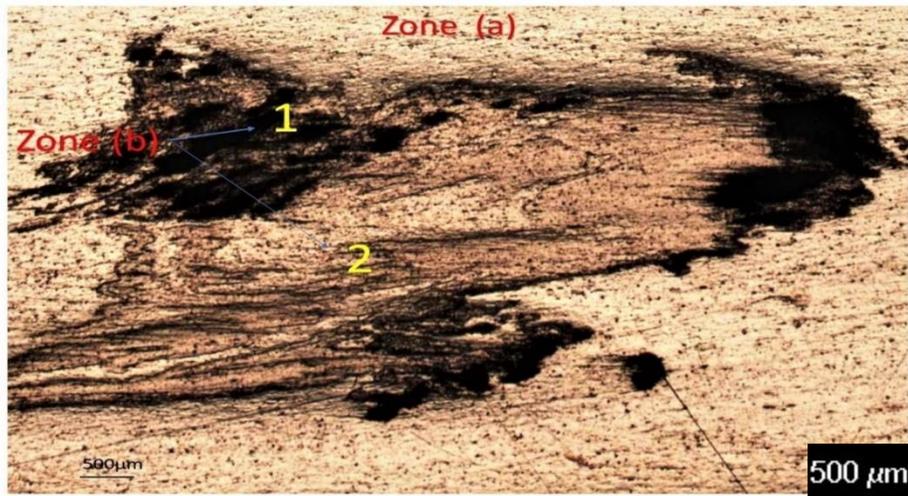


Figure 48: micrographie optique. Configuration 710/max -A) AA5083/ Ti_3SiC_2 /Une seul passage-B) AA5093/ Ti_3SiC_2 / 3 passage -C)AA5083 / Ti_3SiC_2 / 9 passage

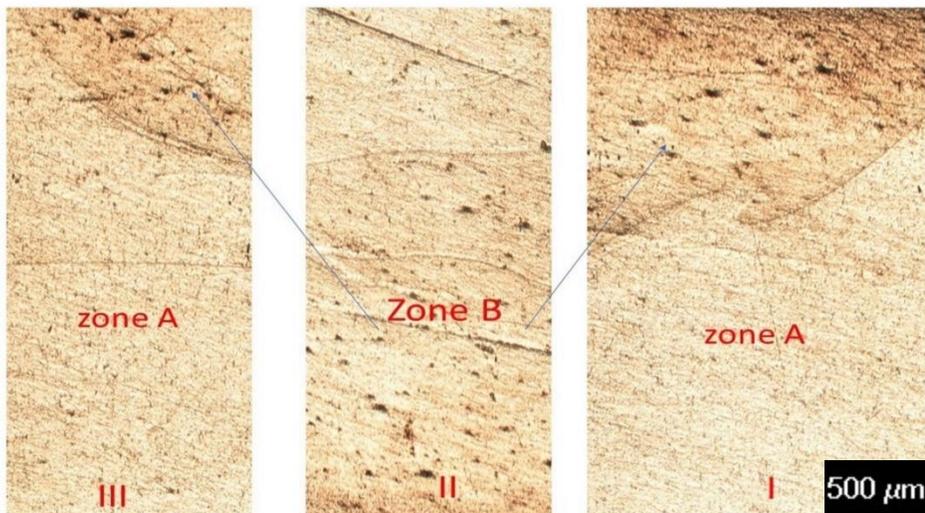
IV.1.2.900 Tr/min avec renfort (Ti₃SiC₂) :

la figure suivant présente la microstructure pour la configuration 1120/max d'où la zone A représente le métal de base et la zone B représente la distribution de la phase max dans le métal
sache que : (1) représente un microcavité

(2) représente la distribution de la phase max



A



B

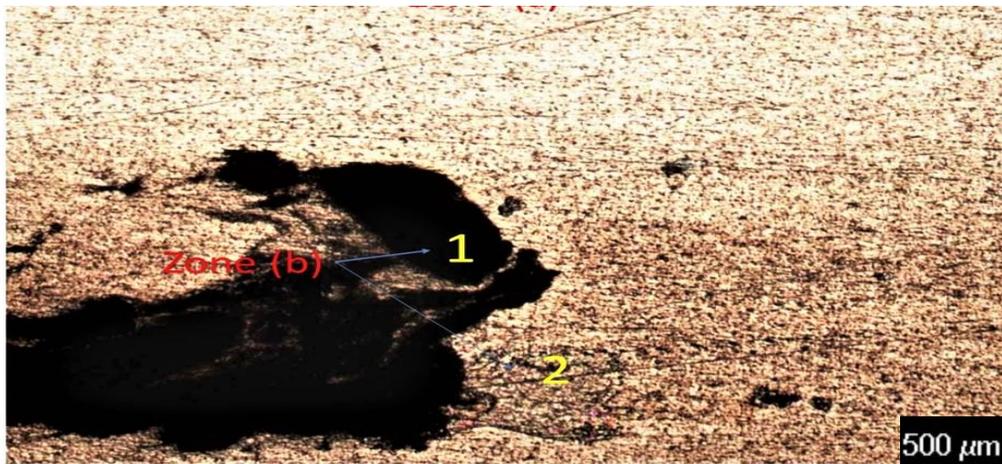
Figure 49: micrographie optique. Configuration 900/max

-A) AA5083/ Ti₃SiC₂/Une seul passage -B)AA5083/ Ti₃SiC₂ / 9 passage

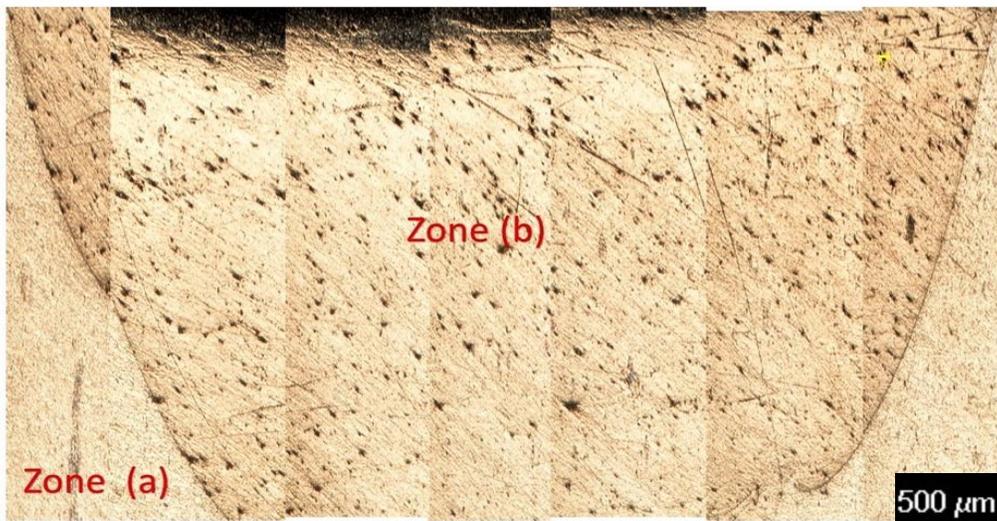
IV.1.3.1120tr/min avec renfort (Ti₃SiC₂) :

la figure suivant présente la microstructure pour la configuration 1120/max d'où la zone A représente le métal de base et la zone B représente la distribution de la phase max dans le métal sachant que : (1) représente un microcavité

(2) représente la distribution de la phase max



A



B

Figure 50: micrographie optique. Configuration 1120/max -A) AA5083/ Ti₃SiC₂/Une seul passage -B)AA5083 / Ti₃SiC₂/ 9 passage

Pour la microstructure observé par la micrographie optique l'image prise a l'échelle de 500 μm^5 dans les échantillons traitées on voit une différence dans la distribution de la Phase MAX Ti_3SiC_2 (la poudre) entre la configuration d'un seul et 3 passage et celle de 9 passages qui a une meilleur distribution de la poudre phase MAX (Ti_3SiC_2).

IV.1.4 Les meilleur distribution de la phase max :

Les meilleur distributions de la phase max sont pour les configuration suivantes :

- 710/max \longrightarrow 9 passages
- 900/max \longrightarrow 9 passages
- 1120/max \longrightarrow 9 passages

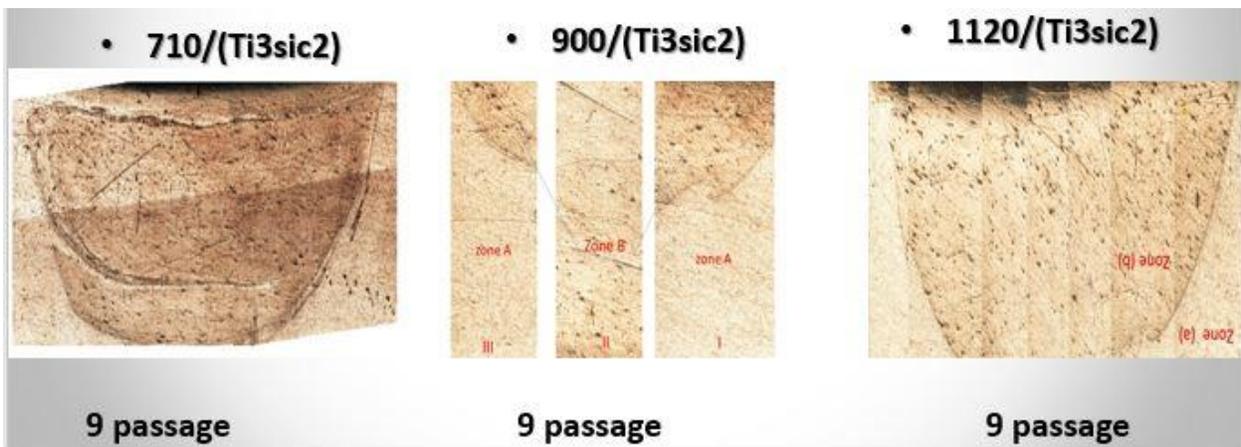


Figure 51: la meilleur distribution de la phase max 9 passage pour les 3 configuration

IV.2. Evaluation des propriétés mécanique :

IV.2. 1. Evaluation de la Dureté :

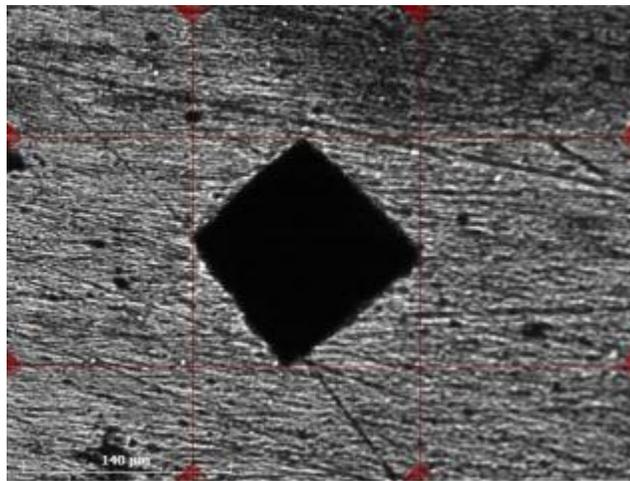


Figure 52 :Micrographie au MEB d'une empreinte après l'essai d'indentation

Pour évaluer la dureté de nos échantillons et s'assurer de l'effet de l'intégration de la phase MAX Ti_3SiC_2 sur la dureté nous avons effectué une série d'essais de dureté Vickers Hv sur la totalité des échantillons étudiés, le Tableau 10 représente les différentes valeurs de dureté Vickers Hv lors de nos essais pour chaque échantillon. la valeur moyenne a été calculée à partir de trois essais. L'essai de la dureté Hv sur le témoin AA 5083 nous a permis d'avoir une référence à laquelle on peut comparer les résultats des autres échantillons, il est donc apparemment au cours de nos essais l'intégration de la phase MAX Ti_3SiC_2 a directement contribué à l'augmentation de la dureté, par contre pour le témoin qui représente le métal de base

Echantillons	1 passage (Hv)	3 passage (Hv)	9 passage (Hv)
Témoin	78	78	78
710-max	102.617	115.514	130.681
900-max	137.658	145.845	155.126
1120-max	160.847	166.798	172.231

Tableau 10: Les valeurs de la dureté

- **700tr/min renfort (ti3sic2) :**

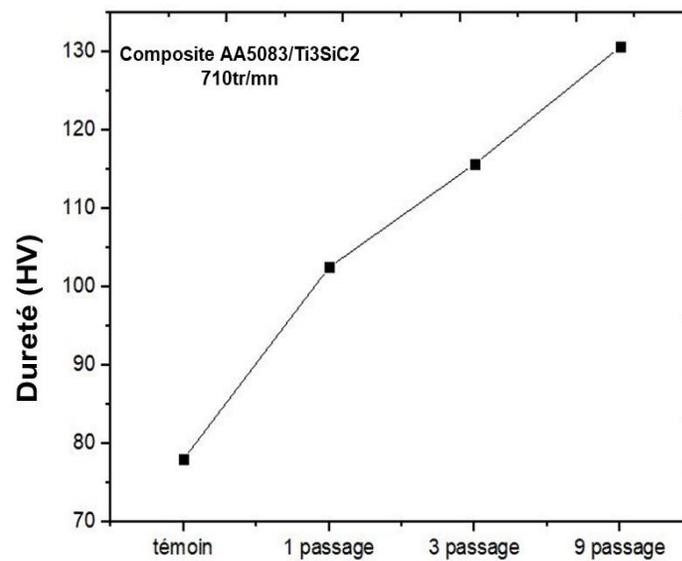


Figure 53. Evaluation de la dureté pour la configuration 710 / Ti3sic2

- 900tr/min renfort (ti3sic2) :

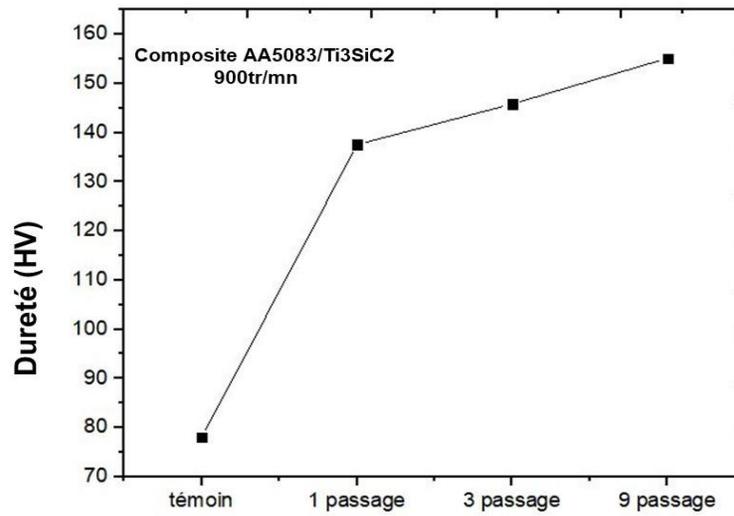


Figure 54: Evaluation de la dureté pour la configuration 900 / (Ti3sic2)

- 1120tr/min renfort (Ti3sic2) :

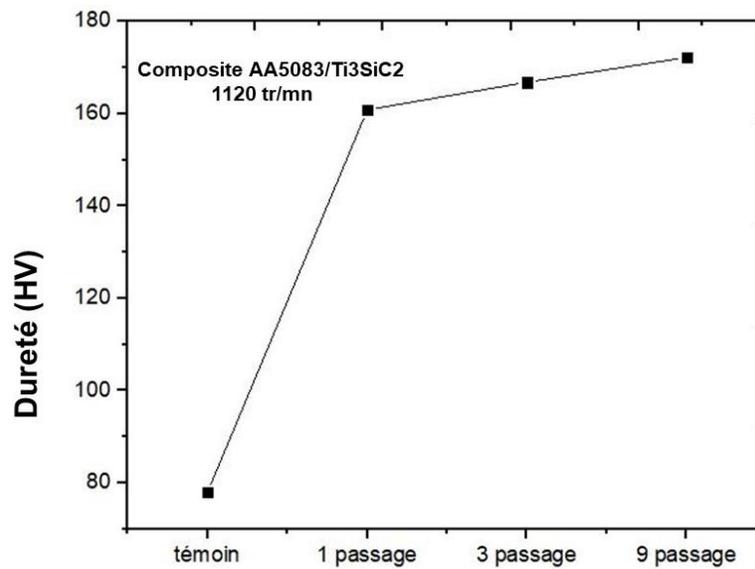


Figure 55: Evaluation de la dureté pour la configuration 1120/(ti3sic2)

D'après les figures (52/53/54) on voit que la dureté augmente dans les 3 configurations, on voit aussi que la dureté change positivement après chaque passage donc on peut dire que la relation entre la vitesse de rotation et l'évaluation de la dureté est une relation de corrélation directe, aussi on peut dire que la configuration 1120tr/min reste la meilleure configuration.

IV.2. 2. Evaluation de la Micro-dureté Vickers :

La micro dureté selon le profil horizontal de la zone traitée augmente par rapport à celle du métal de base. Le profil de micro dureté est présenté dans les figures (55/56/57) :

- **710tr/min renfort (Ti3sic2) :**

La micro dureté est faite selon la ligne horizontale montrée dans la figure de la microstructure suivante :

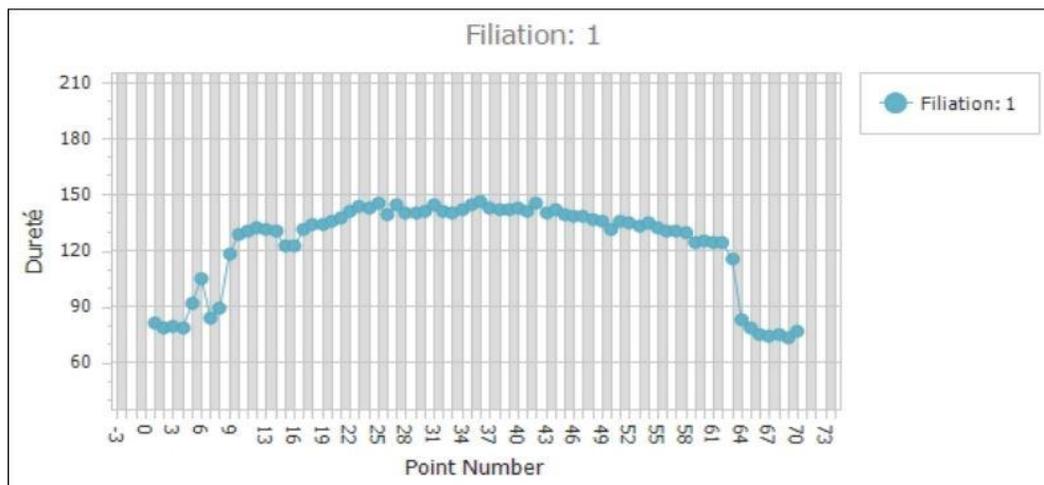


Figure 56: Evaluation de la micro-dureté pour la configuration 700/(ti3sic2)

- **900tr/min renfort (ti3sic2) :**

La micro dureté est fait selon la ligne horizontale montré dans la figure de la microstructure suivante :

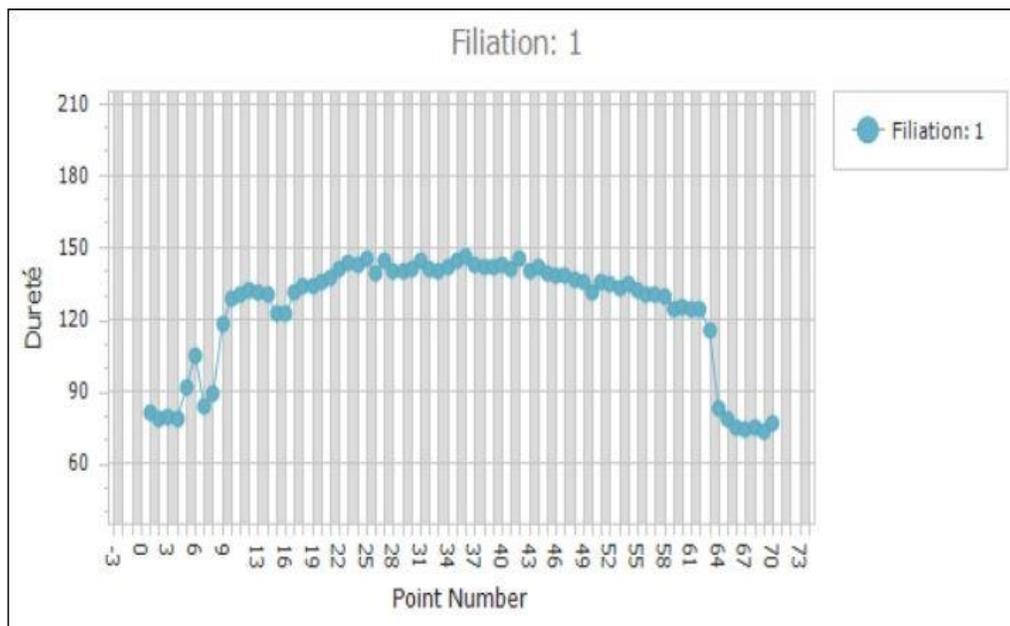
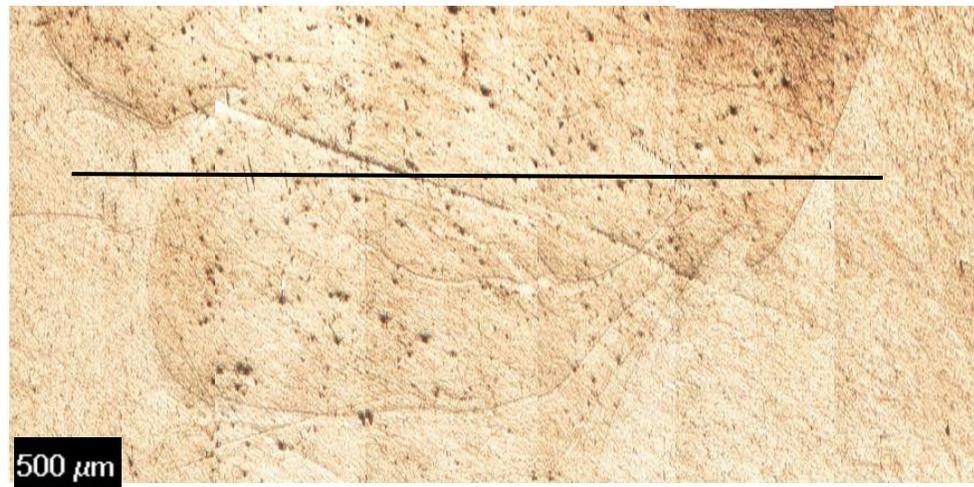


Figure 57: Evaluation de la micro-dureté pour la configuration 1120/(ti3sic2)

- 1120tr/min renfort (ti3sic2) :

La micro dureté est fait selon la ligne horizontale montré dans la figure de la microstructure suivante :

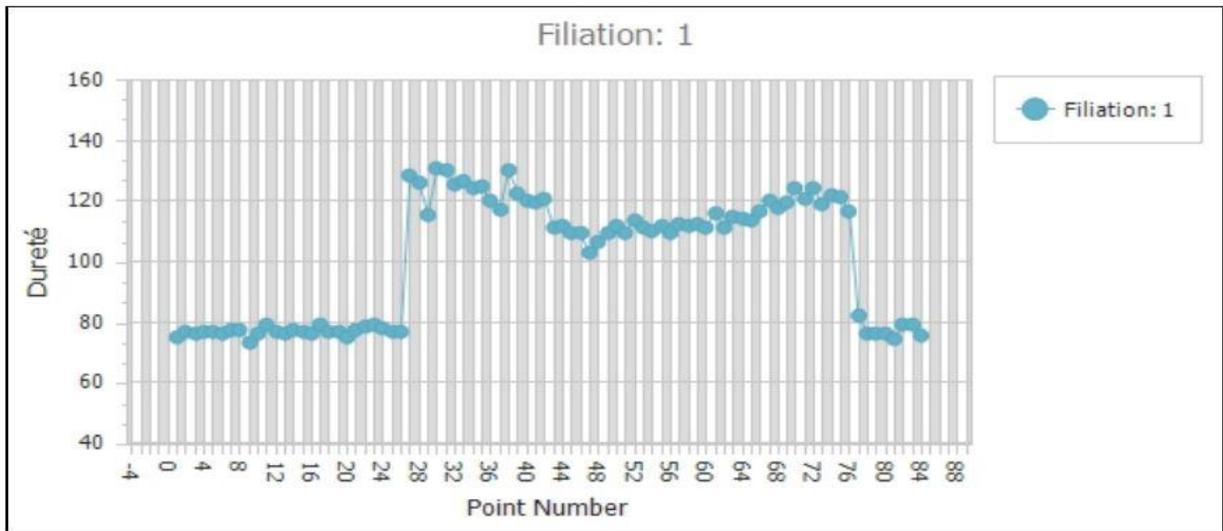
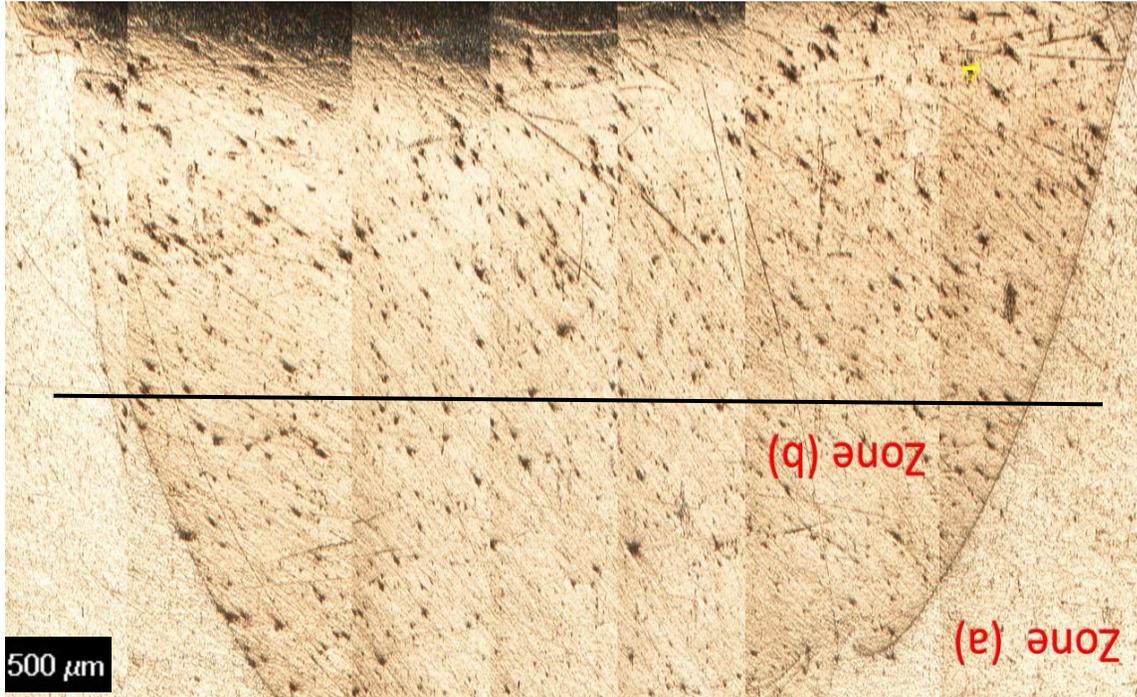


Figure 58: Evaluation de la micro-dureté pour la configuration 900/(ti3sic2)

D'après les figures précédents on voit que La ligne verticale de la micro-dureté montre la distribution de dureté qui diminue de haut en bas de l'épaisseur de la tôle. Donc on peut voir que la valeur de la micro dureté augmente dans la surface traitée par l'intégration de la phase MAX Ti_3SiC_2 par rapport à celle du métal de base en allant vers la zone non traitée. Cette dernière a subi un échauffement important qui a causé la diminution de la dureté de zones adjacentes de la surface traitée. Il est conclu que le traitement dans ce travail améliore les propriétés en surface des tôles traitées et détériore la partie inférieure de la tôle.

IV.3.Evaluation Tribologique:

Les essais réalisés dans ce type de contact sont des essais à mouvement rotatif pion sur disque (Figure. 58). Dans des conditions de frottement à sec et à une température ambiante, nous avons effectué des essais tribologiques des composites AA5083/ Ti_3SiC_2 élaborés dans de ce travail, contre une bille en acier au chrome, KG 51107 qui se frotte sur les surfaces composites pour les différentes configurations. La sollicitation entre les deux antagonistes est un mouvement alternatif d'un diamètre de 3,49 [mm]. Avec une vitesse de glissement de : 20,00 [cm/s] et une charge normale appliquée sur la surface composite de ($F = 5$ N)

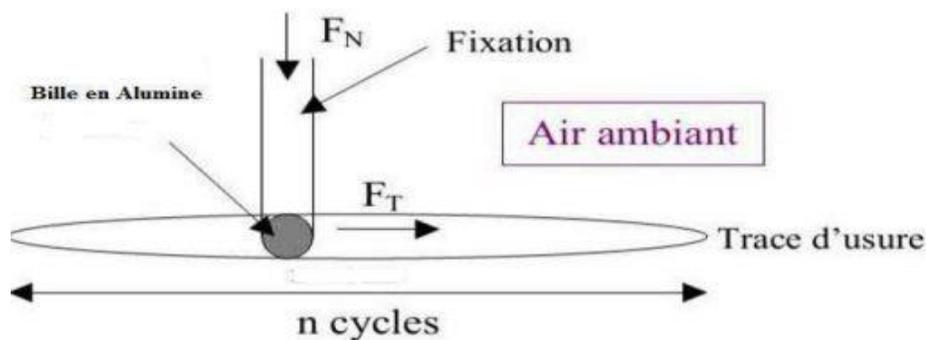


Figure 59: Schéma de principe des analyses tribologiques.

IV.4 .1 Evaluation du taux d'usure :

Le tableau IV.1 e résume les valeurs moyennes du taux d'usure Wr pour la charge applique ($F= 5$ N) des échantillons de différentes configurations.

Le Taux d'usure dans le système de contact étudié (AA5083/Ti3SiC2), se rapporte à l'usure combinée des deux corps antagonistes. Il est déterminé à partir de la formule suivante :

$$Wr = \frac{\Delta m}{\rho \cdot F \cdot D}$$

Avec :

Δm : La perte en masse (g)

ρ : La densité de l'aluminium. ($\rho= 2.689$ g/cm³).

F : La charge applique (N).

D : La distance parcourue. (m)

Echantillons	Poids initials (g)	Poids final (g)	Δm	Wr (mm ³ /N.m)
710 -FSP0- 1p	30,562	30,5606	$1,4 \times 10^{-3}$	$3,4709 \times 10^{-10}$
900-FSP0- 1p	28,4663	28,4635	$2,8 \times 10^{-3}$	$6,9419 \times 10^{-10}$
1120-FSP0- 1p	27,9811	27,9717	$9,35 \times 10^{-3}$	$2,3305 \times 10^{-9}$
710 -FSP0-3P	28,446	28,444	2×10^{-3}	$4,9585 \times 10^{-10}$
900-FSP0-3P	39,9643	39,9635	$0,8 \times 10^{-3}$	$1,9834 \times 10^{-10}$
1120-FSP0-3P	29,9883	29,9873	1×10^{-3}	$2,4792 \times 10^{-10}$
710-FSP0-9P	26,0418	26,0399	$1,9 \times 10^{-3}$	$4,7105 \times 10^{-10}$
900-FSP0-9P	31.656	31,654	2×10^{-3}	$4,9585 \times 10^{-10}$
1120-FSP0-9P	37.458	37,457	1×10^{-3}	$2,4792 \times 10^{-10}$
Configuration max				
710-MAX-1P	39,9372	39,9367	$0,5 \times 10^{-3}$	$1,2396 \times 10^{-10}$
900-MAX-1P	39,6501	39,6428	$7,3 \times 10^{-3}$	$1,8098 \times 10^{-9}$
1120-MAX-1P	39,4668	39,4662	$0,6 \times 10^{-3}$	$1,4875 \times 10^{-10}$
710-MAX-3P	38,8184	38,8167	$1,68 \times 10^{-3}$	$4,2147 \times 10^{-10}$
900-MAX-3P	29,6303	29,6290	1.3×10^{-3}	$2,7272 \times 10^{-10}$
1120-MAX-3P	27,565	27,5637	$1,3 \times 10^{-3}$	$3,223 \times 10^{-10}$
710-MAX-9P	38,3505	38,3474	$3,1 \times 10^{-3}$	$7,6856 \times 10^{-10}$
900-MAX-9P	26,8768	26,8766	0.2×10^{-3}	$4,9585 \times 10^{-11}$
1120-MAX-9P	37,3548	37,3538	1×10^{-3}	$2,4792 \times 10^{-10}$

Tableau 11: Valeurs moyennes du coefficient d'usure pour une charge applique de 5N

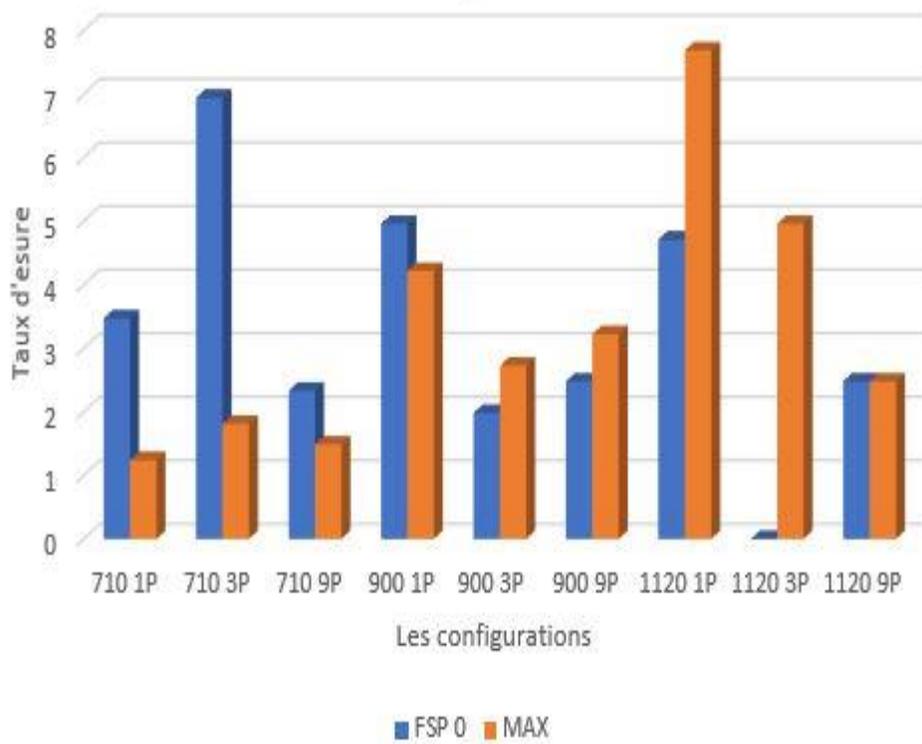


Figure 60: Histogramme de taux d'esure en fonction de configurations

IV.4.2. Evaluation du coefficient de friction :

Tous les résultats de l'évolution du coefficient de friction en fonction de la distance parcourue des différents échantillons pour la charge applique $F = 5 \text{ N}$ sont présentés dans la Figures IV.5 :

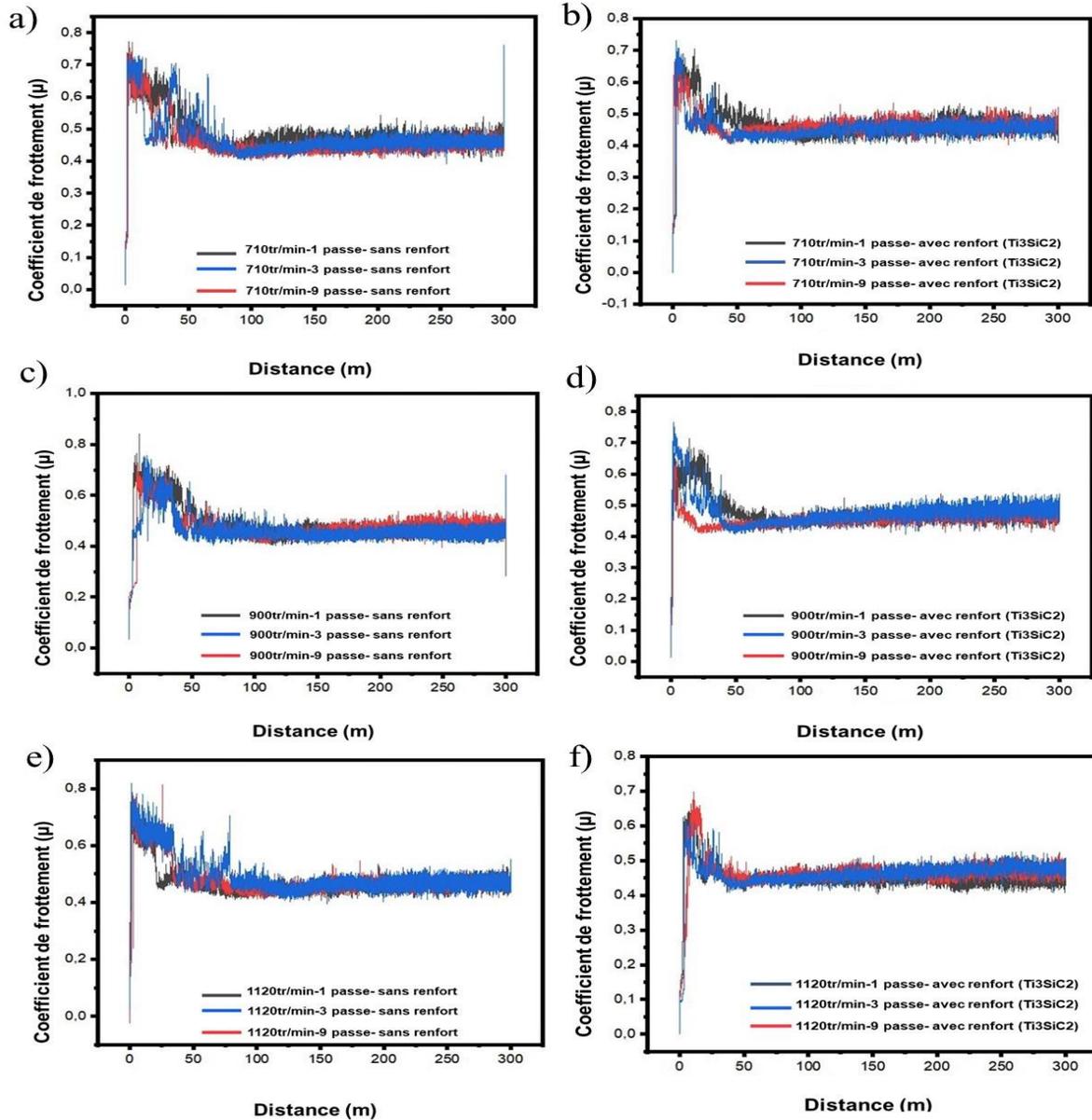


Figure 61: l'évolution du coefficient de friction en fonction de la distance parcourue des différents échantillons pour la charge applique $F = 5 \text{ N}$

D'après la figure (60) on voit que les résultats de friction est globalement les mêmes pour tous les configuration traité cela est dû au fait que la dureté est déjà élevé on peut voir aussi Le coefficient de friction des échantillons à l'état initial débute avec une augmentation vers des valeurs 0,6 à 0,7 qui se termine avec stabilité relative d'environ d'une moyenne entre 0.45 a 0.55.

Conclusion générale :

Ce travail est une contribution à l'étude et à la compréhension du procédé FSP utilisé pour la fabrication des matériaux composites , à savoir les alliages d'aluminium 5083/MAX (Ti_3SiC_2).

Les plus importantes remarques dans ce travail, sont :

1. Le FSP s'avère un procédé très satisfaisant pour la fabrication de composites métal/MAX.
2. Huit configurations ont été choisies durant cette étude, les composites a rainure fermée malaxées avec 9 passes ont donnés les meilleur propriétés et la meilleur distribution de poudres.
3. La configuration de deux rainures ont montrés la présence d'un défaut type pore, du fait que la matière métallique été insuffisante pour assurer la fermeture des rainures durant le traitement par friction malaxage FSP.
4. La dureté des composites a été amélioré dans la zone composite, mais une détérioration dans le métal de base a été enregistré.

Le comportement tribologiques des composites 5083/ Ti_3SiC_2 ont été meilleurs que les composites non traitées.

Références bibliographie

❖ Chapitre I :

[I-1] H. Leiris, Métaux et alliages autres que les aciers et les fontes, Tome II, Masson et cie éditeurs. Pp.71-92, 1971

[I-2] J. Barralis, G. Maeder, Précis de métallurgie, Communications actives 5eme édition (Paris, 1975), pp. 11-14.

[I-3] F. Nadeau, Thèse de doctorat, étude des conditions limitant la croissance anormale des grains dans les joints soudés par friction malaxage lors du traitement thermique de l'alliage d'aluminium AA5083, Naval Québec, Canada, 2013.

[I-4] M.AZZOUG, Mémoire de Master, soudage par friction malaxage d'un alliage 2024-T3, Unniversité de SAAD DAHLEB, 2011.

[I-5] A.TEFFAHI, Mémoire de Master, soudage par friction malaxage d'un alliage 7074-T3, Unniversité de SAAD DAHLEB, 2011.

[I-6] Elena DIN-STIRBU, thèse de doctorat Université de Pitesti Roumanie. (2005)

[I-7] J.P Baïllon, J.M.Dorlot, troisième édition, Montréal. EcolePolytechnique de Montréal, p480(2000)

[I-8] C.Vargel, corrosion de l'aluminium, paris p501 (1999)

[I-9] J.E. Hatch, Metals Park, p319,(1984).

[I-10] Mémoire de master, Modification Microstructurale Par L'intégration Du Ti3SiC2 Sur Des Tôles AA2024 T3 Par Friction Malaxage,Univesité de SAAD DAHLEB,2017

.

[I-11]: J.-P. Baillon & J. M. Dorlor : Des Matériaux.

[I-12] D. Beaulieu : Les caractéristiques de l'aluminium structural. Les presses de l'université, Laval 2002.

[I-13] Etude comparative du comportement électrochimique des alliages d'aluminium 2024 T351 et 7075 T7351 en milieu neutre de sulfate de sodium [Wolfgang José PRIETO YESPICA].

[I-14] R. Develay : Traitements thermiques des alliages d'aluminium, Techniques de l'ingénieur, Traité Matériaux métalliques, M1290-1, 2001.

[I-15] V. Dolique, Elaboration et caractérisation structurale de films minces et revêtements de Ti2AlN , Thèse de doctorat de l'université de Poitiers,2007.

[I-16] N. Serkhane-Ouabadi, Synthèse, caractérisation microstructurale et propriétés mécaniques de composés nanolamellaires de type MAX, Thèse de doctorat de l'université de Tizi-Ouzou, 2014.

[I-17] M. Magnuson et al, Electronic structure and chemical bonding in Ti₂AlC investigated by soft x-ray emission spectroscopy , Physical Review B 74, 195108, 2006.

[I-18] M. W. Barsoum, The MN+1AXN phases: A new class of solids; Thermodynamically stable nanolaminates, Prog. Solid State Chem **28**, 201-281 (2000).

[I-19] M.W. Barsoum and M.Radovic, Edited by D.R. Clarke and P. Fratzl, Annual Reviews, Palo Alto, Calif **41**, 195–227 in Annual Review of Materials Research (2011).

[I-20] Z.M. Sun, Progress in research and development on MAX phases: A family of layered ternary compounds, Int. Mater. Rev **56**, 143–66 (2011).

[II-1] Charit, I., Ma, Z.Y., and Mishra, R.S., “High strain rate superplasticity in friction stir Processed aluminum alloys”, 2003 NSF Design, Service and Manufacturing Grantees and Research Conference Proceedings, Edited by R.G.Reddy, the University of Alabama, Pages 2200-2207.

❖ Chapitre II :

[II-2] W.M. Thomas, E.D. Nicholas, et al. GB Patent Application No. 9125978.8, 1991.

[II-3] Mishra, R. S., and Z. Y. Ma. 2005. «Friction stir welding and processing», Materials Science and Engineering: R: Reports, 50: 1-78.

[II-5] T. Watanabe, H. Takayama and A. Yanagisawa. Joining of aluminum alloy to steel by friction stir welding. J. Mater. Process. Technol. 178 (2006), pp. 342-349.

[II-6] Y.G. Kim,H. Fujii ,T. Tsumura, T. Komazaki, K. Nakata. Three defect types in friction stir welding of aluminum die casting alloy. Materials Science and Engineering A 415 (2006), pp.250-254.

[II-7] V. Balasubramanian. Relationship between base metal properties and friction stir welding process parameters. Materials Science and Engineering. Volume 480, Issues 1-2, 15 May 2008, pp. 397-403

[II-8] H. Zhang, S.B. Lin, L. Wu, J.C. Feng, Sh.L. Ma. Defects formation procedure and mathematic model for defect free friction stir welding of magnesium alloy.

[II-9] ZHANG Hua, Wu Huiqiang, Huang Jihua, WN Sanbao, and WU Lin, Effect of welding speed on the material flow patterns in friction stir welding of AZ31 magnesium alloy. RARE METALS Vol. 26, No. 2, Apr 2007, p. 158.

[II-10] Reynolds, A.P. 2000. «Visualisation of material flow in autogenous friction stir welds», Science and Technology of Welding and Joining, 5: 120-24.

[II-11] Mahoney, MW, CG Rhodes, JG Flintoff, WH Bingel, and RA Spurling. 1998.

«Properties of friction-stir-welded 7075 T651 aluminum», Metallurgical and Materials Transactions A, 29: 1955-64.

[II-12] Ma, Z. Y., R. S. Mishra, and M. W. Mahoney. 2002. «Superplastic deformation behaviour of friction stir processed 7075Al alloy», *Acta Materialia*, 50: 4419-30.

[II-13] Sato, Yutaka S. Hiroyuki Kokawa, Masatoshi Enomoto, and Shigetoshi Jogan. 1999. «Microstructural evolution of 6063 aluminum during friction stir welding», *Metallurgical and Materials Transactions A*, 30: 2429-37.

[II-14] Mishra, R. S., and Z. Y. Ma. 2005. «Friction stir welding and processing», *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 50: 1-78.

[II-15] Lee, W. B., Y. M. Yeon, and S. B. Jung. 2003. «Evaluation of the microstructure and mechanical properties of friction stir welded 6005 aluminum alloy», *Materials Science and Technology*, 19: 1513-18.

[II-16] Threadgill, P. L., A. J. Leonard, H. R. Shercliff, and P. J. Withers. 2009. «Friction stir welding of aluminium alloys», *International Materials Reviews*, 54: 49-93.

[II-17] Sharma, Chaitanya, Dheerendra Kumar Dwivedi, and Pradeep Kumar. 2012. «Effect of welding parameters on microstructure and mechanical properties of friction stir welded joints of AA7039 aluminum alloy», *Materials & Design*, 36: 379-90.

[II-18] Cour leux, A., *Physico-chimie des échanges matrice/renfort dans un matériau composite acier/TiC*. 2011, Université Claude Bernard-Lyon I.

[II-19] CLYNE, T. and P. WITHERS, *An introduction to metal matrix composites*. Cambridge: Cambridge University Press, 1993. 509 p. 155 [DALM, 1997] DALMAZ, A. *Etude du comportement en fatigue cyclique à hautes températures du composite tissé fibres de carbone/matrice carbure de silicium 2, 5D C/SiC*. 1997, Thèse de doctorat: Institut National des Sciences Appliquées de Lyon.

[II-20] Gay, D., *Matériaux composites*. 2015: Lavoisier.

[II-21] Nathalie VILLAR, J.M., *Élaboration des composites à particules*. 2006: Ed. Techniques Ingénieur.

[II-22] Kaw, A.K., *Mechanics of Composite Materials, Second Edition*. 2005: CRC Press.

[II-23] Ly, E.H.B., Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose. 2008, Grenoble, INPG.

[II-24] German, R.M., Supersolidus liquid phase sintering. II: Densification theory. International journal of powder metallurgy (1986), 1990. **26**(1): p. 35-43.

[II-25] E. Breval, Z. Deng, S. Chiou, et C. G. Pantano, « Sol-gel prepared Ni-alumina composite materials », Journal of Materials Science, vol. 27, 1992.

[II-26] V. Peres, Contribution à l'étude de la dispersion de particules de phases secondaires dans le dioxyde d'uranium polycristallin. 1993.

[II-27] J. Zhu, Z. Lai, Z. Yin, H. Jeon, et S. Lee, « Fabrication of ZrO₂-NiCr functionally graded material by powder metallurgy », Mater. Chem. Phys., vol. 68, 2001.

[II-28] J. Li et P. Xiao, « Joining ceramic to metal using a powder metallurgy method for high temperature applications », J. Mater. Sci., vol. 36, 2001.

[II-29] O. Gillia et B. Caillens, « Fabrication of a material with composition gradient for metal/ceramic assembly », Powder Technol., vol. 208, no 2, p. 355-366, mars 2011.

[II-30] A. Chesnaud, F. Karolak, C. Bogicevic, S. Phothirath, C. Estournès, et G. Dezanneau, « Densification par Spark Plasma Sintering (SPS) de matériaux d'électrolytes, difficilement densifiables, pour piles à combustible », Matériaux & Techniques, vol. 95, 2008.

[II-31] G. Bernard-Granger et C. Guizard, « Spark plasma sintering of a commercially available granulated zirconia powder: I. Sintering path and hypotheses about the mechanism(s) controlling densification », Acta Materialia, vol. 55, 2007.

[II-32] R. M. German et A. Bose, Injection Molding of Metals and Ceramics. Metal powder Industries Federation 1997.

[II-33] Schatt et K. P. Wieters, Powder metallurgy: processing and materials. European Powder Metallurgy Association, 1997.

[II-34] P. Balakrishna, K. P. Chakraborty, P. S. A. Narayana, et P. Ramakrishnan, « Cracking, end-capping and other defects in pressed ceramic compacts », Interceram, vol. 41, 1992

[II-35] R. M. German et A. Bose, Injection Molding of Metals and Ceramics. Metal Powder Industry, 1997.

[II-36] R. M. German, Sintering Theory and Practice, 1^{re} éd. Wiley-Interscience, 1996.

[II-37] D. Bernache-Assolant et J.-P. Bonnet, Frittage: Aspects Physico- Chimiques. Ed. Techniques Ingénieur.

[II-38] Chen, J., Liu, M., Bao, Y., and Zhou, Y., Failure-mode dependence of the strengthening effect in Ti₃AlC₂/10 vol.% Al₂O₃ composite. Int. J. Mat. Res., 2006. 97(8): p. 1115-1118.

[II-39] Barsoum, M.W., Fundamentals of Ceramics. Second ed. Series in Materials Science and Engineering, ed. B. Cantor, and Goringe, M.J. 2003, New York: Taylor & Francis. 603.

[II-40] Benko, E., Klimczyk, P., Mackiewicz, S., Barr, T.L. and Piskorska, E. cBN-Ti₃SiC₂ composites. Diamond and Related Mater. 2004. 13(3): p. 521.

[II-41] Wang, L.J., Jiang, W., Chen, L.D., and Bai, G.Z., Microstructure of Ti₅Si₃/TiC/Ti₃SiC₂ and Ti₅Si₃/TiC nanocomposites in situ synthesized by spark plasma sintering J. Mater. Res., 2004. 19(10): p. 3004.

[II-42] Konoplyuk, S., Abe, T., Uchimoto, T., and Takagi, T., Synthesis of TiSiC/TiC composites from TiH/SiC/TiC powders. Mater. Lett., 2005. 59(18): p. 2342.

[II-43] Konoplyuk, S., Abe, T., Uchimoto, T., and Takagi, T., Ti₃SiC₂/TiC composites prepared by PDS. J. Mater. Sci., 2005. 40(13): p. 3409.

[II-44] Ho-Duc, L.H., El-Raghy, T., and Barsoum, M.W., Synthesis and characterization of 0.3 Vf TiC-Ti₃SiC₂ and 0.3 Vf SiC-Ti₃SiC₂ composites. Journal of Alloys and Compounds, 2003. 350: p. 303-312.

[II-45] Gupta, S., Filimonov, D., Palanisamy, T. El-Raghy, T., and Barsoum, M.W. Ta₂AlC and Cr₂AlC Ag-based composites - New solid lubricant materials for use over a wide temperature range against Ni-based superalloys and alumina. Wear, 2007. 262: p. 1479-1489.

[II-46] Amini, S. Ni, C. and Barsoum, M.W., Processing, microstructural characterization and mechanical properties of a Ti₂AlC/nanocrystalline Mg-matrix composite. *Comp. Sci. and Tech*, 2009. 69: p. 414-420.

[II-47] Mahmoud E R I, Ikeuchi K and Takahashi M 2008 Fabrication of SiC particle reinforced composite on aluminium surface by friction stir processing. *Sci. Technol. Weld Joining* 13: 607–618

[II-48] Marzoli L M, Strombeck A V, Santos J F D, Gambaro C and Volpone L M 2006 Friction stir welding of an AA6061/Al₂O₃/20p reinforced alloy. *Compos. Sci. Technol.* 66: 363–371
Ceschini L, Boromei I, Minak G, Morri A and Tarterini F 2007 Effect of friction stir welding on microstructure,

[II-49] Tensile and fatigue properties of the AA7005/10 vol.% Al₂O₃p composite. *Compos. Sci. Technol.* 67: 605–615

[II-50] Nami H, Adgi H, Sharifitabar M and Shamabadi H 2010 Microstructure and mechanical properties of friction stir welded Al/Mg₂Si metal matrix cast composite. *Mater. Des.* 32: 976–983