



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE SAAD DAHLAB DE BLIDA 1

FACULTE DE TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT DE MECANIQUE



Mémoire une vue de l'obtention du diplôme de Master

Spécialité : Génie des matériaux

Sur le thème :

**Etudes de comportement tribologique
des composites a base d'époxy renforcés
par des particules de la phase
MAB(Fe_2AlB_2) synthétisées par la
méthode des sels fondus.**

Présente par :

MOHAMED OUSSAID Amel

Encadré par :

Dr. HADDAD Adel

Co-promoteur:

BERBER Messaoud Fouad

Année universitaire : 2021/2022

Remercîment

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

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

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

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

Dédicace

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

Mahdi et Dalila

Combien vous avez peiné pour que la joie couvre mon visage

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

*À ma chère sœur **Kenza** que je l'aime beaucoup*

*À mes chers frères **Abd elghani ,riadh et abd errazak** qui compte beaucoup pour moi.*

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

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

À toute ma famille et mes amis.

Liste des figure

Chapitre I :

Figure I.1 : simple orthorhombique Crystal.....	6
Figure I.2 : structure cristalline de phase MAB.....	6
Figure I.3 : microstructure nano lamellaires d'une phase MAB.....	7
Figure I.4 : dépendance du module de (a) Young et (b) module de cisaillement(G) avec la température.....	9
Figure I.5 : la courbe contrainte déformation du MoALB sous différentes températures sous chargement de compression (b) comparaison entre différentes valeur de résistance maximale en compression de phase MAX. phase MAB et l'Al ₂ O ₃	10
Figure I.6 : comparaison de la aux choc thermique de quelques phases MAX avec l'Al ₂ O ₃ ...	11
Figure I.7 : (a) la progression de la couche d'oxyde Al ₂ O ₃ sur la surface du MoALB en fonction du temps.....	12
Figure I.8 : le principe de frittage.....	14
Figure I.9 : différents types de frittage.....	15
Chapitre II :	
Figure II.1 : Schéma de polymérisation.....	20
Figure II.2 : Représentation de la chaine d'un polymère linéaire.....	21
Figure II.3 : Représentation schématique d'un polymère bidimensionnel (carbone, graphite).....	21
Figure II.4 : Représentation schématique d'un polymère tridimensionnel.....	22
Figure II.5 : schéma d'un matériau composite.....	26
Figure II.6 : Déférentes familles de matrice.....	27
Figure II.7 : Type de renfort.....	29
Figure II.8 : Synoptique générale d'un système tribologique.....	31
Figure II.9 : Schéma des quatre modes d'usure abrasive.....	32
Figure II.10 : Cisaillement des jonctions a l'interface et caractéristique de l'usure adhésive.....	33
Figure II.11 : illustration de l'usure par fatigue.....	33
Chapitre III :	
Figure III.1 : les poudre utilisées.....	37
Figure III.2 : la balance de précision de 10 ⁻⁴	37
Figure III.3 : la presse hydraulique et le dispositif de compactage.....	38
Figure III.4 : les poudre compacter.....	39

Liste des figure

Figure III.5 : dispositif de compactage.....	39
Figure III.6 : les poudres encapsuler avec le Kbr.....	40
Figure III.7 : a) creuset an alumine ,b) four de type ‘NABERTHEM’ ,c) cycle thermique de frittage.....	41
Figure III.8 : immersion de la pastille encapsulée dans l’eau.....	42
Figure III.9 : erlenmeyer couplé avec un entonnoir.....	43
Figure III.10 : a) un agitateur magnétique ; b) l’étuve (MEMMERT).....	44
Figure III.11 : a) la poudre Fe ₂ ALB ₂ ; b) époxy,durcisseur.....	46
Figure III.12 : agitateur.....	47
Figure III.13 : pompe a vide.....	47
Figure III.14 : préparation des échantillons.....	48
Figure III.15 : les échantillons composite époxy/Fe ₂ ALB ₂	48
Figure III.16 : schéma explicatif de la DRX présentant les différents angles pris en compte.....	49
Figure III.17 : la microscopie optique.....	50
Figure III.18 : CSM tribomètre, Switzerland.....	51
Figure III.19 : principe de fonctionnement du tribomètre pion sur disque.....	52
Chapitre IV :	
Figure IV.1 : diffractogramme des rayons X des poudres Fe ₂ ALB ₂ synthétisées.....	54
Figure IV.2 : microstructures des composites époxy-5wt% Fe ₂ ALB ₂ (a,b,c) et époxy-10% Fe ₂ AlB ₂ (d,e) fort grossissement.....	55
Figure IV.3 : variation de coefficient de frottement en fonction de la distance sous une charge de 5N à une de la vitesse de (a-c) 10cm/s et (e-f)40cm./s.....	56
Figure IV.4 : charge 5N , vitesse 10cm/s, distance 1000m(a-d) EPO(adhésion-fatigue), (b-e) EFAB5 (fatigue déformation), (c-f) EFAB10(abrasion-fatigue).....	57
Figure IV.5 : charge 5N, vitesse 40m/s, distance 1000m (a-d) EPO(fatigue-déformation wear mécanisme), (b-e) EFAB5(fatigue-déformation wear mécanisme) , (c-f) EFAB10 (Abrasion-Fatigue wear mécanisme).....	58
Figure IV.6 : Histogramme de taux d’usure pour les déférents échantillons.....	59

Liste des tableaux

Liste des tableaux

Chapitre I :

Tableau I.1 : les valeurs de dureté Vickers(Hv) reporté dans la littérature.....8

Chapitre II :

Tableau II.1 : Caractéristiques mécaniques des résines époxydes.....28

Tableau II.2 : Les avantages et les inconvénients des résines époxydes.....29

Chapitre III :

Tableau III.1 : les quantités et les caractéristiques des poudres utilisées.....39

Tableau III.2 : propriétés de la résine MEDPOXY STR utilisées.....45

Tableau III.3 : quantité de Fe₂ALB₂/époxy utilisée.....46

Table des matières

Liste des figures

Liste des tableaux	7
Introduction générale	1
I.1 Introduction :	4
I.2 Histoire des phases MAB :	4
I.3 Structure des phases MAB :	6
I.4 LA microstructure des phases MAB	7
I.5 Propriétés des phases MAB/	7
I.5.1 Dureté :	7
I.5.2 Propriétés élastiques des phases MAB :	9
I.5.3 Résistances à la compression et à la flexion :	10
I.5.4 Résistance aux chocs thermiques de la phase MAB :	11
I.5.5 Résistance à l'oxydation	12
I.6 Synthèse des phases MAB	13
I.6.1 Définition du frittage :	13
I.6.2 Mécanismes de frittage :	13
I.6.2.1 étape initial :	13
I.6.2.3 étape finale :	13
I.6.3 Nature de frittage :	14
I.6.4 Processus de frittage :	15
I.6.5 SYNTHÈSE des phases MAB :	16
I.7 Conclusion :	17
II.1 Introduction :	19
II.2 Généralité sur les polymères	19

Table des matières

II.2.1 Définition des polymères :	19
II.2.2 Classification des polymères :	20
II.2.3 Propriétés des polymères :.....	23
II.2.4 Techniques de polymérisations :.....	24
II.2.5 Utilités des polymères :	26
II.3. Matériaux composites :.....	26
II.3.1 Définition :	26
II.3.2 Constituants des matériaux composites :.....	27
II.3.3 Les applications des matériaux composites :	30
II.3.4 Avantages des matériaux composites : [82]	30
II.3.5 Inconvénients des matériaux composites [82].....	30
II.4 Tribologie :.....	31
II.4.1 définition	31
II.4.2 Système tribologique :.....	31
II.4.3 Les micanisme d'usure :	32
II.4.4 Tribologie des polymère :	34
III.1 introduction :.....	36
III.2 Choix des poudre et pesés :.....	36
III.2.1 La pesée :	37
III.2.2 Homogénéisations des grains :.....	38
III.2.3 Compactage des poudres :	38
III.2.4 L'encapsulation :	39
III.2.5 Récupération des poudres :	41
III.2.6 Filtration :	42
III.2.7 Rinçage :	43
III.3 préparation des composites époxy/Fe ₂ AlB ₂	45
III.3.1 Matériels utilisés :	45

Table des matières

III.3.2 Polissage de finition	48
III.4 Caractérisation Microstructurale :.....	49
III.4.1 Caractérisation par Diffraction des Rayons X.....	49
III.4.2 Microscopie optique ;	50
III.4.3 Comportement tribologique (essai pion sur disque) :	51
IV.1 Introduction :	54
IV.2 Diffraction des rayons X de phase MAB Fe ₂ AlB ₂ :.....	54
IV.3 Microscopie optique :	54
IV.4 Comportement tribologique :	56
IV.4.1 Courbes de frottement :	56
IV.4.2 Expertise de la piste d'usure :.....	59
Conclusion.....	64
Bibliographies	66

ABSTRAIT :

Le PFE consiste a l'élaboration d'une matrice en polymère (époxy) avec l'ajout d'un céramique . ternaire phases MAB par vois chimique. Apres une étude microstructurale des échantillons élaborés sera faite par les méthode de microscopie optique et a la fin une étude tribologique sera faite pour voir le comportement de ce matériaux.

ABSTRACT:

The PFE consists in the development of a polymer (epoxy) matrix with the addition of a ternary ceramic phase MAB bay chemical way. After a microstructural study of the samples developed will be made to see the behavior of this matrial

Introduction générale

Introduction générale

Les polymères et leurs composites sont largement utilisés dans les secteurs de l'aérospatiale, de l'automobile et de la chimie en raison de leurs propriétés supérieures comme la légèreté, d'excellents rapports résistance/poids, la résistance à la corrosion, etc.

Généralement, des particules de céramique sont ajoutées dans la matrice polymère pour améliorer les performances mécaniques et tribologiques.

On s'attend à ce que l'ajout de particules dures, usinables, conductrices et lubrifiantes comme le Fe_2AlB_2 auront un effet bénéfique sur les comportements mécaniques et tribologiques des composites à matrice polymère. Malheureusement, aucune recherche exploratoire sur la conception des composites MAB-polymère (MABPOL) n'a été rapportée dans la littérature.

Dans cette mémoire, nous rapportons pour la première fois la synthèse et la caractérisation de Fe_2AlB_2 -composites époxy.

Ce mémoire est organisé selon 4 chapitres :

Le premier chapitre résume les connaissances actuelles concernant les phases MAB et les principales propriétés et leur synthèse.

Le deuxième chapitre présente généralité sur les polymères et leur composite et tribologie des polymères.

Introduction générale

Le troisième chapitre portera sur le protocole expérimental ainsi que sur les techniques d'élaboration, d'analyse et de caractérisation, entrepris sur les poudres utilisés et les matériaux synthétisés dans notre investigation.

L'objectif de quatrième chapitre c'est de présenter les résultats expérimentaux concernant les systèmes (époxy/Fe₂AlB₂) avec le DRX et l'étude microstructurale par microscopie optique, on a fini cette étude par l'essai de tribologie.

Chapitre I :

**Recherche bibliographique
sur les Phases MAB**

I.1 Introduction :

Les phases MAB sont des borures de métaux de transition (M) ternaires ou quaternaires en couche atomiques (TMB), de formule générale $(MB)_{2z}UNE_x(MO_2)_y$ ($z=1-2$; $x=1-2$; $y=0-2$), dont les structures sont composées de sous-réseaux de transition MB entrelacés par des mono- ou bicouches d'atomes A (A = Al, Zn).

La plupart des phases MAB ont été découvertes avant les années 1990, mais des découvertes récentes de propriétés magnétocaloriques intrigantes, de comportement de déformation mécanique, de propriétés catalytiques et de résistance à l'oxydation à haute température ont conduit à leur "redécouverte". Ici, la synthèse de phase MAB est passée en revue et leurs propriétés magnétiques, électroniques, thermiques et mécaniques sont résumées. Étant donné que les couches MB dans les phases MAB ressemblent structurellement à leurs binaires correspondants de la même stœchiométrie M: B, les effets des couches A sur les propriétés sont discutés. Les incohérences dans la littérature sont évaluées de manière critique pour mieux comprendre les relations traitement-structure-propriété, suggérer des pistes fructueuses pour de futures recherches,

I.2 Histoire des phases MAB :

La première phase de type MAB, MoAlB (rapportée sous le nom de Mo₇Al₆B₇), a été synthétisée en 1942 par Halla et Thurry.

Thurry qui ont conclu qu'elle cristallisait dans une structure orthorhombique avec un groupe spatial Pmmm [1].

Dans leur diagramme de phase ternaire Mo-Al-B à 1000°C, Rieger et al. en 1965 ont montré que MoAlB était une phase stable bien qu'avec une gamme stœchiométrique relativement étroite [2]. Cependant, en 1966, Jeitschko et al, ont correctement montré que le MoAlB cristallisait effectivement avec une structure orthorhombique (groupe spatial Cmc₂m) composée d'un sous-réseau Mo-B semblable à celui de CrB, entrelacé avec des bicouches d'Al [3].

avec des bicouches d'aluminium [3]. Plus de 20 ans plus tard, en 1987, Zhang et al. ont synthétisé des monocristaux de la seule autre seul autre membre iso structural, WAlB [4]. Au milieu des années Au milieu des années 1990, des monocristaux en solution solide de (Mo_{1-x}W_x) AlB et (Mo_{1-x}Cr_x)AlB ont également été

Chapitre I : Recherche bibliographique sur les Phases MAB

synthétisés [5,6]. Becher et al. ont synthétisé le premier composé M_2AlB_2 représentatif - $Mn_{2-x}Cr_x)AlB_2$. composé M_2AB_2 représentatif - Mn_2AlB_2 - en 1966 et ont montré Mn_2AlB_2 - en 1966 et ont montré qu'il était constitué d'un sous-réseau de Mn-B semblable à celui de CrB, intercalé par des monocouches d'aluminium [7]. La même année, Stadelmaier et al. ont rapporté une nouvelle phase Fe_3AlB_3 , [8] qui a ensuite été montrée indépendamment par Jeitschko [9] et Kuz'ma [10] comme étant iso structurale à Fe_2AlB_2 . En 1973, Kuz'ma et Chaban ont découvert Cr_2AlB_2 [11]. Les mêmes auteurs ont également rapporté une structure dérivée du Cr_2AlB_2 qui consistait en un sous-réseau semblable à celui du Cr_3B_4 entrelacé par des monocouches d'aluminium [12]. En 2015, Ade et Hillebrecht ont découvert le Cr_4AlB_6 , dans lequel le sous-réseau de borure métallique ressemble au Cr_2B_3 (c'est-à-dire des couches de 4 M d'épaisseur).

d'atomes). Cette phase, ainsi que Cr_2AlB_2 et Cr_3AlB_4 , constitue ainsi la série $(CrB_2)_nCrAl$ ($n = 1-3$) des ternaires [13]. Les structures atomiquement laminées, isolées plan(s) isolé(s) de l'atome A et la possibilité de faire varier l'épaisseur de la couche de borure (n) dans ces ternaires ont conduit Ade et Hillebrecht à appeler ces composés les "phases MAB", parce qu'ils ressemblaient aux phases MAX, une large famille de carbures et de nitrures ternaires, atomiquement stratifiés composés de couches empilées de $Mn+1X_n$ ($X = C, N$) entrelacées par des couches uniques d'atomes A (généralement des éléments des groupes 13 et 14) [14].

La découverte de propriétés magnétocaloriques importantes, proches de la température ambiante (RT), du Fe_2AlB_2 [15], la résistance à l'oxydation à haute température du $MoAlB$ [16], des propriétés électro catalytiques [17,18] et des perspectives d'exfoliation chimique de ces solides en solides bidimensionnels [19].

ont été les développements clés qui ont stimulé la "redécouverte" des phases MAB au cours de la dernière décennie. phases MAB au cours de la dernière décennie. En retour, davantage de recherche sur ces solides a été effectuée au cours des sept dernières années (>60 articles) que les 70 années précédentes réunies (~14 articles au total). Compte tenu de l'avancée rapide des connaissances sur ces matériaux et du manque de d'analyse critique de cette littérature, nous avons considéré qu'il était opportun de résumer notre compréhension actuelle des phases du MAB, d'analyser de manière critique les incohérences ou les points de vue opposés.

les incohérences ou les points de vue opposés, et de proposer des pistes prometteuses pour les recherches futures.

I.3 Structure des phases MAB :

La cristallographie devient une partie d'une science plus vaste qui traite la structure de la physique condensée et plus précisément les nouveaux matériaux qui permet de faire évoluer d'une manière considérable la notion et les concepts des phases MAB qui s'appliquent à tout matériau quel que soit son type. En conséquence, les phases MAB ont une structure cristalline orthorhombique.

Le MoAlB se cristallise dans un système orthorhombique où les Atomes de Molybdène (Mo) forment un réseau prismatique trigonal englobant chaque atome de Bore (B), et l'Aluminium (Al) qui se situent à l'extérieure des faces rectangulaires du prisme trigonale (FigI.1). Cet empilement donne l'aspect nanolamellaires aux phases MAB[20]. La structure cristalline orthorhombique est la suivante

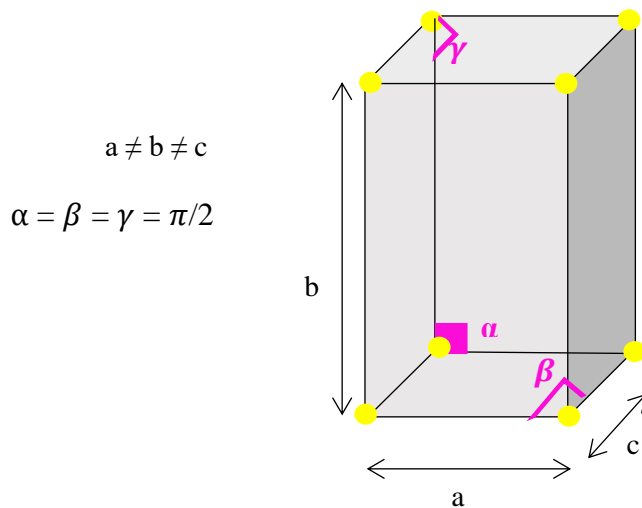


Figure I -1: simple orthorhombique Crystal[20]

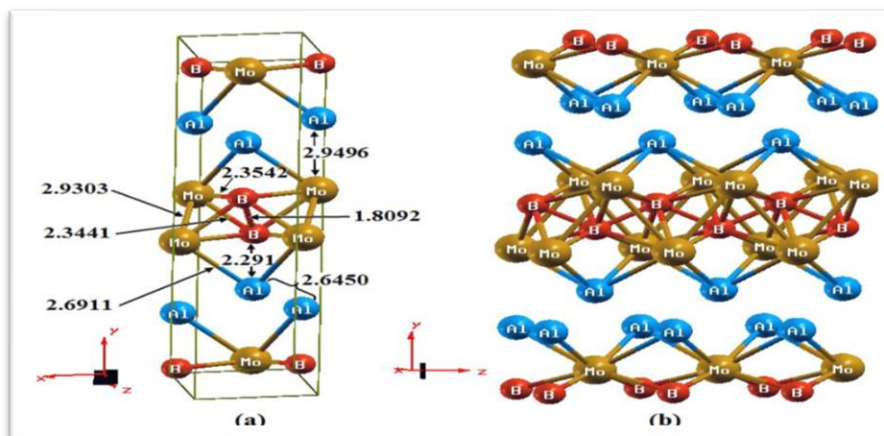


Figure I.2 :structure cristalline de la phase MAB Mn_2AlB_2

I.4 LA microstructure des phases MAB

La microstructure est définie par les phases et les défauts de manière qualitative et quantitative. Elle se caractérise par la forme, la taille, la proportion et la texture des phases. Et on a parlé dans la partie précédente sur la structure nano lamellaire des phases MAB comme montre la figure I.3 une microstructure nano lamellaire d'une phase MAB [21]

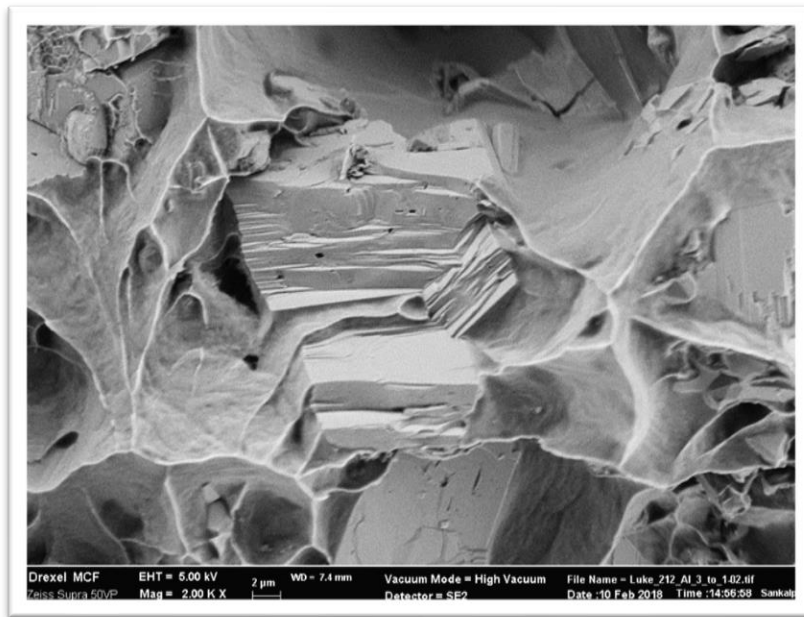


Figure I -3: microstructure nano lamellaire d'une phase MAB [21]

I.5 Propriétés des phases MAB/

I.5.1 Dureté :

La valeur de dureté Vickers (H_v) de la phase MAB peut être comprise entre 6 et 22 Gpa (tableau I.1). Okada et al. [22] et Ader et Hillerbrecht [23] ont les deux montrés que la phase la plus durs à ce jour est le $WAlB$, avec une dureté d'environ 19-21 Gpa. Les auteurs ont également mesuré d'autres phases MAB (Cr_2AlB_2 , Cr_3AlB_4 , Mn_2AlB_2 et Fe_2AlB_2). Ou ils montrent que ces phases ont une dureté relativement faible par rapport à la phase $WAlB$ car il possède des liaisons M-M, M-B et B-B très fortes.

Chapitre I : Recherche bibliographique sur les Phases MAB

La phase MAB	HV (Gpa)	Charge de l'indentation (N)	Références
Cr₂AlB₂	6–7	1	[23]
	10,4 ± 0,3	2	[24]
Cr₃AlB₄	15–19.1	1-2	[22]
Mn₂AlB₂	7–9.6	1	[23]
	7,3 ± 0,3	2	[24]
	8,7 ± 0,6	Dix	[32]
	7,2 ± 0,3	2	[25]
Fe₂AlB₂	11.6–14.7	1	[23]
	10,7 ± 0,5	10–200	[26]
	10,2 ± 0,2	50	[27]
	9,5 ± 0,3	2	[24]
	10,0 ± 0,4	5-50	[28]
	9,3 ± 0,3	2	[25]
MoAlB	10,3 ± 0,2	0,5	[33]
	11.4–13.6	/	[23]
	10,6 ± 0,3	0,5	[34]
	9,3 ± 0,4	0,5	[29]
	8.43	0,5	[30]
	10.6	10	[31]
WAlB	19,3 ± 0,7	1	[23]
	21.7	1	[33]

Tableau I.1 : Les valeurs de dureté Vickers(Hv) reporté dans la littérature

I.5.2 Propriétés élastiques des phases MAB :

La figure I.3 montre que le MoAlB est 50 % plus rigide que le Mn₂AlB₂. Pour les deux céramiques, la valeur du module de Young (E) et le module de cisaillement (G) ont diminué d'environ 10 à 15 % à 1 000 °C. [34].

La chose intéressante à propos de MoAlB que son module de cisaillement plus grand que toutes les phase MAX étudiés à ce jour . Cependant, la valeur G de la phase Mn₂AlB₂ est inférieure à celle de Ti₂AlC et Ti₃SiC₂, ce qui peut donner au Mn₂AlB₂ de meilleures propriétés lubrifiantes en tribologie par rapport à MoAlB et aux autres phases MAX étudiées. Comme pour les autres céramiques, le rapport E/G de la phase MAB est égal à 0,5 [34].

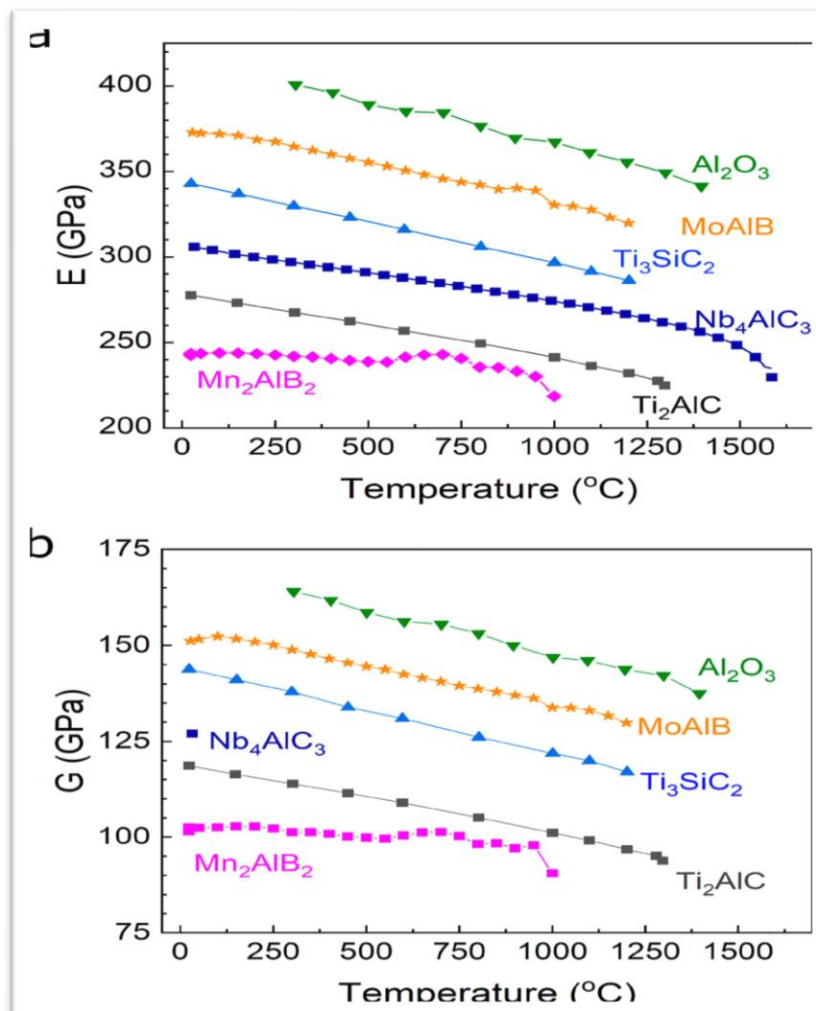


Figure -4: la dépendance du module de (a) Young (E) et (b) module de cisaillement (G) avec la température [34]

I.5.3 Résistances à la compression et à la flexion :

Kota et al. [35] a été le premier à mesurer la résistance à la compression extrême (UCS) de la phase MAB. Les différences ont été observées dans les valeurs UCS du MoAlB pressé à chaud mesurées verticalement (1940 ± 100 MPa) et parallèlement (1420 ± 300 MPa) à la direction HP.

Deux phases Mn_2AlB_2 et MoAlB Présente une rupture fragile transgranulaire avec occasionnellement un délaminage intergranulaire. Ces deux mécanismes peuvent être responsables de la rupture de ces phases sous compression statique à température ambiante.

Au-dessus d'une température de 800-900°C sous charge de compression, une transition fragile à ductile se produit pour les phases MAB étudiées comme le montre la figure I.5.

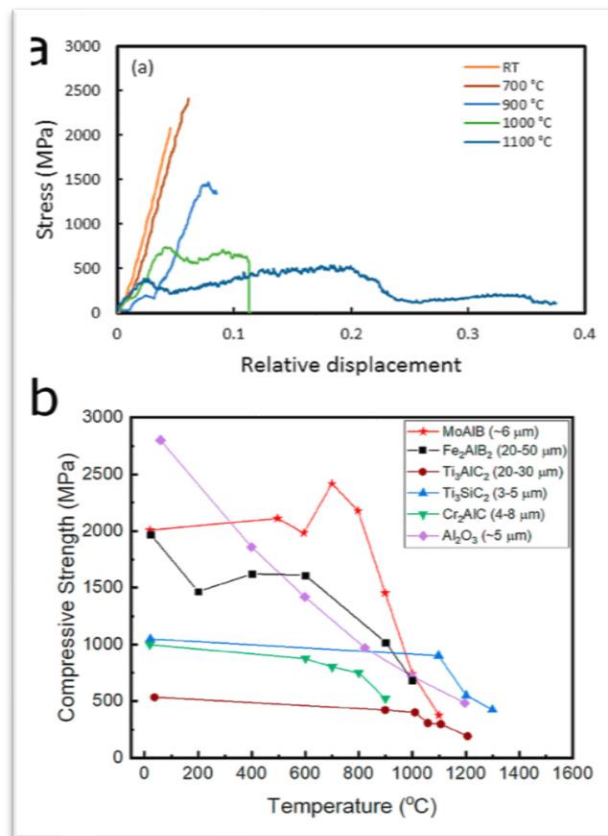


Figure I -5: la courbe contrainte déformation du MoAlB sous différentes températures sous chargement de compression (b) comparaison entre différentes valeur de la résistance maximale en compression de phases MAX, phases MAB et l' Al_2O_3 [36]

I.5.4 Résistance aux chocs thermiques de la phase MAB :

L'une des propriétés souhaitables des phases MAX est leur très haute résistance aux chocs thermiques par rapport aux autres céramiques structurales. Graphique 1.4 [34].

Quelques MAX, MAB et Al_2O_3 après trempage dans l'eau pendant plusieurs cycles. Comparer Ces résultats pour Al_2O_3 montrent clairement que les phases MAX et MAB offrent une meilleure résistance aux chocs thermiques. Cependant, la phase MAB a une faible résistance aux chocs thermiques par rapport à la phase MAX [36].

L'une des propriétés du MoAlB est la cicatrization des fissures induite par un choc thermique, ou "comportement de cicatrization des fissures", qui est une propriété partagée par les phases MAX. Il est bien documenté dans la littérature que certaines étapes MAX ont la propriété fascinante de cicatrizer plusieurs fissures (sur 7 cycles) en un temps de traitement ne dépassant pas 1 heure, par exemple : B. Ti_2AlC [37].

La phase MAX avec les meilleurs résultats dans ce domaine aujourd'hui est Ti_2SnC , il a montré non seulement une cicatrization multiple, mais aussi une très basse température à 700°C [38,39]. La propriété est définie comme la capacité de l'élément A (c'est-à-dire Al) à remplir les fissures créées par un choc thermique ou mécanique en utilisant les phases MAX et MoAlB Couche de liant d'alumine.

Cette propriété peut entraîner une bonne résistance aux chocs. présentés à travers ces documents. Cela a également été rapporté par S. Li et al. [40] a Relation directe à travers des mécanismes de dissipation d'énergie tels que les rubans kink Délaminage par choc thermique, ces mécanismes dissipatifs Par rapport à MoAlB, l'énergie de la phase MAX est généralement observée, Cela pourrait expliquer pourquoi la phase MAX a une meilleure résistance aux chocs thermiques que MoAlB.

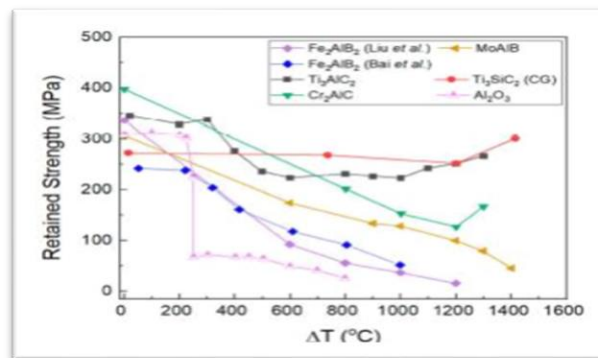


Figure I-6: comparaison de la résistance aux chocs thermiques de quelques phases MAX avec l' Al_2O_3

I.5.5 Résistance à l'oxydation

Parmi les facteurs clés dans la détermination des matériaux L'utilité à haute température est leur stabilité dans les atmosphères oxydantes. En fait, la grande majorité de la faible résistance à l'oxydation à long terme du TMB binaire au-dessus de 1000°C est en partie responsable de cette utilisation limitée à haute température. À cet égard, la résistance à l'oxydation de la phase MAB est une considération importante [41,42].

Kota et al, montre que le MoAlB pressé à chaud L'échantillon forme un dépôt adhérent d' Al_2O_3 lorsqu'il est chauffé dans l'air ambiant à 1100 et 1300 °C [35]. Échelle Après 200 heures de test à 1300°C, comme le montre la figure I.5, MoAlB a tendance à former une couche passivante d' Al_2O_3 en raison de la diffusion de l'élément Al et de son oxydation au contact de l'oxygène. L'interface entre le MoAlB et cette couche d'oxyde est exempte de fissures et de vides, ce qui rend le MoAlB très résistant à l'oxydation. Il a été démontré que les éléments Mo et B s'oxydent en dessous de 1000 °C et disparaissent pendant le processus de chauffage [43].

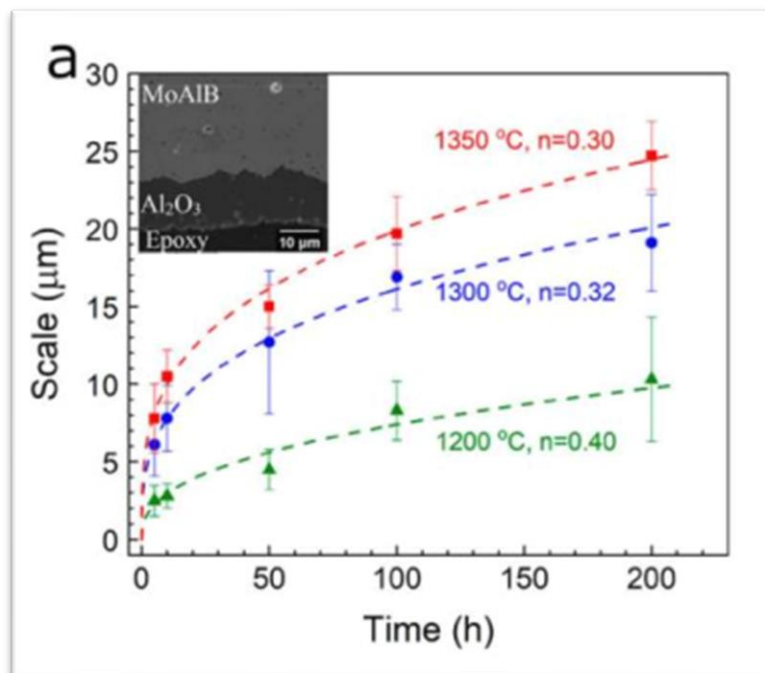


Figure I -7: (a) la progression de la couche d'oxyde Al_2O_3 sur la surface du MoALB en fonction du temps[34].

I.6 Synthèse des phases MAB

I.6.1 Définition du frittage :

Le frittage est défini comme un traitement thermique ayant pour but de consolider les particules des poudres sans atteindre la température de fusion d'un des constituants qui peut être accompagné d'une pression afin d'avoir une densité quasiment à la même densité théorique.

Ce traitement thermique réalisé à une température inférieure au point de fusion du composant principal du matériau permet la génération de liaisons fortes entre les particules par diffusion du matériau. Dans la plupart des cas, le frittage s'accompagne d'une diminution des dimensions de l'échantillon fritté et donc d'une diminution du volume de l'échantillon, appelée densification ; il s'agit d'une technique utilisée pour obtenir des résultats expérimentaux en s'approchant de résultats théoriques.

I.6.2 Mécanismes de frittage :

Pendant l'opération de frittage, on met en contact les particules de poudres auxquelles on fait subir un traitement thermique.

Les différentes étapes qui interviennent peuvent être décrites qualitativement comme

I.6.2.1 étape initiale :

-établissement et croissance de ponts entre les particules

I.6.2.2 étape intermédiaire :

-formation des canaux

-diminution importante de la porosité

-début de la croissance des grains par migration des joints

I.6.2.3 étape finale :

-fermeture des canaux

-arrondissement des pores

-coalescence des pores

-croissance des grains

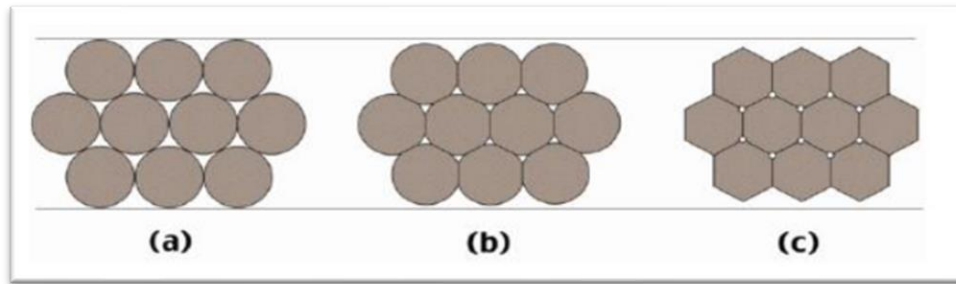


Figure I- 8: le principe de frittage

I.6.3 Nature de frittage :

I.6.3.1 FRITTAGE EN PHASE SOLIDE :

Au cours du frittage en phase solide tous les constituants restent solides . La densification est produite par la soudure et le changement de forme des grains . Ce frittage peut donc être monophasé à un constituant , ou polyphasé . On peut , ajouter des additifs qui permettent , sans créer de phase liquide . d'accélérer la densification [44] .

I.6.3.2 FRITTAGE EN PHASE LIQUIDE :

Procédé d'élaboration des matériaux à partir d'une poudre ayant au moins deux constituants . La température de fusion de l'un des deux doit être inférieure à la température de frittage , dans but de permettre l'apparition de la phase liquide qui densifiera le comprimé [45] .

Le frittage peut être :

***Non réactif :** Si le matériau après frittage à la même composition chimique que la poudre initiale [46]

***Réactif :** Deux ou plusieurs constituants réagissent ensemble lors du frittage , la densification se faisant par précipitation du nouveau composé [47]

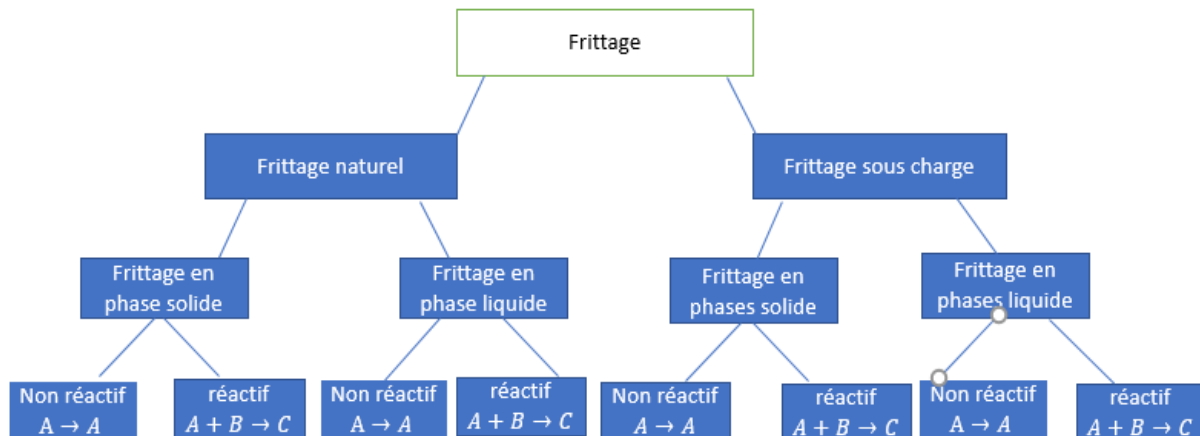


Figure I-9 : différents types de frittage [44]

I.6.4 Processus de frittage :

I.6.4.1 Technique de pressage isostatique à chaud :

La compaction isostatique à chaud (CIC) ou (HIP : Hot Isostatic Pressure) [48] est une technique qui permet de densifier ou de synthétiser des poudres afin d'avoir des pièces massives de taille et de formes plus ou moins complexe avec une microstructure uniforme, cette technique consiste à capsuler ou envelopper une poudre compactée à froid, suivi d'un traitement thermique sous une pression isostatique, cette dernière peut atteindre les 200MPa, et une température de 2000°C, la pression est assurée par l'intermédiaire du gaz inerte (Argon, Azote). Sous la pression et la température la poudre se densifie, contrairement au frittage le HIP permet de synthétiser des pièces massives à basses températures qui limitent ainsi le grossissement des grains.

I.6.4.2 Technique de frittage plasma SPS :

Pendant le SPS, le chauffage n'est pas communiqué de l'extérieur comme HP, mais plutôt généré par l'effet Joule sur l'ensemble « moule-piston-échantillon ». Selon l'intensité du courant pulsé, il est possible d'effectuer des cycles thermiques très courts de l'ordre de quelques minutes. De plus, l'application d'une pression pouvant atteindre 100mpa permet de réduire les cycles thermiques de frittage, ce qui réduit considérablement le phénomène de croissance et maintien des tailles de grains nanométriques.

I.6.4.3 Technique de pressage à chaud unidirectionnel :

Le pressage à chaud unidirectionnel (Hot Press HP) peut également être utilisé, après avoir mélangé la poudre est préalablement compacté à froid afin d'avoir un solide plus facile à manipuler puis placé dans un moule fermé par un piston (presque comme le cas du HIP) la montée en température se fait à une certaine vitesse bien définie , la pression est appliquée mécaniquement sur le piston à une vitesse bien définie aussi jusqu'à la valeur choisie, à la fin de la synthèse après avoir atteint le temps de maintien voulu le refroidissement se fait naturellement. [49] A noté qu'il existe d'autres types de synthèse par dépôt comme le (CVD Chemical Vapour Deposition), (PVD Physical Vapour Deposition) Dépôt par PLD (PLD Pulsed Laser Deposition).

I.6.5 SYNTHÈSE des phases MAB :

La synthèse des phases MAB est similaire à celle des phases MAX. Elle peut être classée en trois groupes principaux :

- 1) les techniques de dépôt physique en phase vapeur (PVD),
- 2) les réactions à l'état solide iii) les procédés en fusion. En général, la synthèse des phases MAB est relativement simple, mais des rendements élevés (~> 95 % en poids) sont difficiles car elles coexistent avec d'autres phases thermodynamiquement stables telles que les carbures ou nitrures et les intermétalliques.

Malheureusement, les diagrammes de phase MAB ne sont disponibles que pour certains systèmes. La principale limitation est la synthèse de grandes quantités de poudres de phase MAB très pures, ce qui a limité leur transfert vers l'industrie. Les méthodes PVD conduisent généralement à des revêtements de phase MAB très purs, mais elles ne conviennent pas à la production de poudre. Les poudres peuvent être synthétisées par des approches de réaction liquide/solide, mais des recherches

Supplémentaires sont nécessaires pour améliorer la pureté, l'évolutivité,

Processus en fusion L'infiltration réactive à l'état fondu (RMI) et le sel fondu (MS) sont classés comme des processus fondus car une phase liquide est impliquée. Peut-être que la RMI et la MS ne sont pas les méthodes les plus attrayantes pour synthétiser certaines céramiques de phase MAB pour les études fondamentales, mais elles pourraient contribuer de manière substantielle au traitement de composants complexes et à la synthèse de poudres de phase MAB.

I.6.4.1 Sel fondu :

La MS est une méthode de synthèse à haute température où les réactions et la diffusion d'ions et de cations sont assistées par une phase liquide, précisément un sel fondu.

La diffusion est améliorée dans un milieu liquide par rapport à une réaction à l'état solide, ainsi les températures de synthèse peuvent être abaissées, bien qu'elles soient limitées par l'évaporation du sel. Le traitement est relativement simple et consiste à mélanger les précurseurs avec du sel, suivi d'un pressage à froid pour former des pastilles. Un excès d'élément « A », jusqu'à 20% at., est généralement ajouté pour contrer les pertes. Les sels courants comprennent généralement le NaCl ou une combinaison de NaCl et de KCl. Les pastilles sont ensuite placées dans un creuset et chauffées à des températures autour de 1000°C sous atmosphère d'argon pour éviter l'oxydation. La température maximale dépend du système choisi.

Après refroidissement, les pastilles sont lavées à l'eau chaude pour éliminer le sel résiduel et filtrées pour obtenir des poudres libres. La pureté des poudres est élevée (> 95 % en poids) mais les phases secondaires et les résidus de sel sont difficiles à éliminer

Complètement. La taille des particules dépend des précurseurs, du rapport précurseurs/sel et du traitement thermique, mais elle varie entre ~100 nm et ~10 µm. Le rapport précurseurs/sel est généralement de 1:1, mais différents rapports permettent de contrôler la morphologie et la taille des particules des poudres de phase MAB synthétisées, est basé sur l'encapsulation des pastilles dans un sel, par exemple le KBr, permettant la synthèse sous air à la place de l'argon. L'encapsulation du sel doit être étanche aux gaz pour éviter l'oxydation des précurseurs jusqu'à la fusion du sel. Une fois le sel fondu, l'oxydation est évitée car la pastille est complètement immergée dans le sel fondu. Le processus MS3 a été démontré pour différentes phases MAB, telles que MoAlB et Cr₂AlB₂.

I.7 Conclusion :

L'étude bibliographique sur les matériaux utilisés dans cette thèse à savoir les phases MAB, peut être résumée par les points suivants :

- La structure cristalline des phases MAB est une structure dérivée de leurs Borure (MB), intercalés et nano laminés par une ou deux couches mono atomique de l'élément A.
- A cause de leurs trois types de liaisons atomiques et la structure en feuillis, ces céramiques combinent des propriétés intermédiaires entre celle des métaux et des céramiques.

Chapitre II :

Généralité sur les polymères et
leur composite

II.1 Introduction :

Presque tous les systèmes biologiques sont faits de polymères qui peuvent remplir de nombreuses fonctions mécaniques comme le bois, l'os, la corne, le cuir ...). L'homme s'est toujours servi de ces polymères naturels, mais ce n'est qu'au cours du XX^{ème} siècle qu'il a appris à fabriquer des polymères. Les premières tentatives (bakélite, celluloid ...) n'étaient ni très rigides, ni très résistantes, et les plus simples des polymères de synthèse ont toujours pour caractéristique leur rigidité est bien plus faible que celle d'un métal, ou même que le bois ou l'os. La raison en est que le bois et l'os sont des composites : ils sont formés de fibres ou de particules rigides enrobées dans une matrice en polymère simple. L'homme a aussi appris à faire des composites : polymères à haute performance renforcés par des fibres, de carbone ou des particules. Par ailleurs, les polymères récents sont aussi prometteurs que les composites. On sait maintenant en faire qui ont la rigidité de l'aluminium, qui offrent une bonne résistance à la chaleur, et qui se déforment peu sous l'effort.

II.2 Généralité sur les polymères

II.2.1 Définition des polymères :

La définition la plus communément acceptée est un système formé par un groupe de macromolécules (c'est-à-dire des entités macromoléculaires), assemblées de manière covalente à partir d'un grand nombre d'unités répétitives (souvent appelées unités monomères). Le nombre d'unités monomères qui composent la chaîne polymère est appelé le degré de polymérisation (DP). [50] Les polymères synthétiques résultent de réactions de polymérisation qui transforment des molécules individuelles appelées monomères ou différentes unités appelées copolymères. [51] Une séquence spécifiée par le symbole $(A)_n$ où n (Degré de polymérisation) : des centaines ou même plus d'entiers si A est constitué d'un petit nombre d'atomes



Il arrive que des chaînons de nature différents **A,B** soient présent :

copolymers à blocs	A-A-A-A-A-B-B-B-B-B-B-B
copolymers statistiques	A-B-B-B-B-A-B-B-A-B-A-B [52]
copolymers alternes	A-B-A-B-A-B-A-B-A-B-A-B

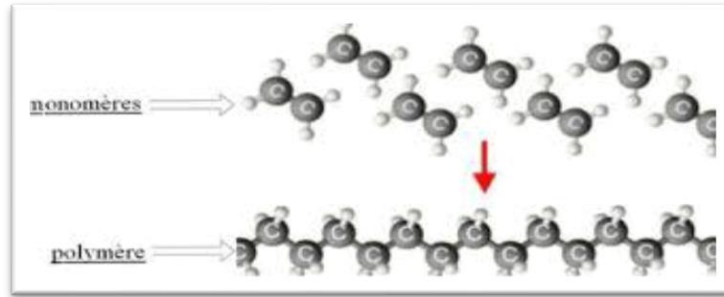


Figure II.1 : Schéma de polymérisation

La Nomenclature : Il consiste à désigner l'unité monomère et mise entre parenthèse, à faire précéder ce nom du préfixe «poly».



II.2.2 Classification des polymères :

II.2.2.1 Selon leur origine :

II.2.2.1.1 Polymères naturels :

Ils sont le monde animal, végétal ou minéral, et leur importance économique et leur rôle dans les mécanismes vitaux en ont fait un choix depuis de nombreuses années.

- Les polysaccharides (cellulose, amidon...)
- Les protéines (acides aminés, polypeptides...)
- Glycogène
- Caoutchouc naturel.
- L'ADN. [53]

II.2.2.1.2 Polymères synthétiques :

Issus entièrement du génie humain, polymérisés à partir de molécules monomériques, il existe une grande variété de polymères qui sont le plus souvent envisagés. Puis.

II.2.2.1.3 Polymères artificiels :

Obtenus en modifiant chimiquement des polymères naturels pour changer certaines de leurs propriétés, les esters de cellulose (nitrate de cellulose, acétate de cellulose, etc.) ont toujours eu une importance économique... [54]

II.2.2.2 Selon leur structure des chaînes (dimensionnalité) :

II.2.2.2.1 Polymères linéaires (monodimensionnel) :

Chaque macromolécule est constituée d'un nombre fini d'unités monomères, correspondant à la polymérisation de monomères divalents et Les macromolécules linéaires peuvent être représentées très schématiquement par des traits pleins divisés en

Intervalles représentant chacun une unité monomère, les chaînes polymères est constitué de longueur variable. [50]

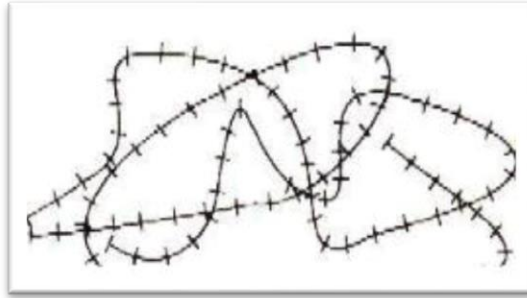
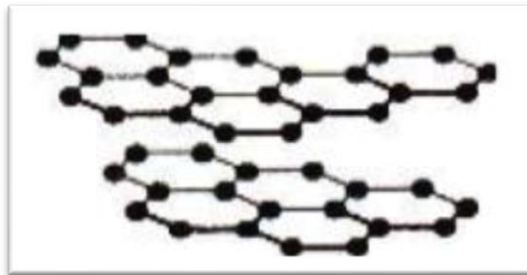


Figure II.2 : Représentation de la chaîne d'un polymère linéaire [55]

II.2.2.2.2 Polymères bidimensionnels :

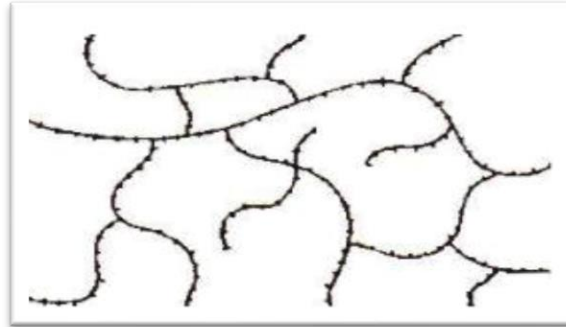
Lamellaire ou en nappe ils se rencontrent surtout dans le domaine des polymères naturels, on peut citer la kératine de la laine, des cheveux, le graphite.[53]



FigureII.3 : Représentation schématique d'un polymère bidimensionnel (carbone, graphite) [55]

II.2.2.2.3 Polymères tridimensionnels :

Des structures tridimensionnelles peuvent être obtenues à partir de polymères linéaires en Réactions de pontage ou de réticulation, telles que la vulcanisation du caoutchouc pour éviter un glissement irréversible de la chaîne, entraînant une bonne L'élasticité est créée par la formation de ponts de soufre ; lorsque le matériau élastique est soumis à contraintes, il va se déformer, une fois celui-ci assuré de revenir à son état initial contrainte.[53]



FigureII.4 : Représentation schématique d'un polymère tridimensionnel [55]

II.2.2.3 Selon le comportement thermique :

Ils sont classés comme celle-ci

II.2.2.3.1 Les thermoplastiques :

Ramollis par la chaleur, ils deviennent souples, malléables et Après refroidissement, il reste de nouveaux matériaux qui conservent leurs propriétés et sont faciles à recycler. Leurs polymères de base sont constitués de macromolécules linéaires Reliés par des liaisons faibles qui peuvent être rompues par la chaleur ou une forte contrainte, et lorsque le matériau refroidit, les liaisons se reforment et les thermoplastiques gardent leurs nouvelles formes.[56]

II.2.2.3.2 Les thermodurcissables :

Un thermodurcissable est un produit transformé irréversiblement par polymérisation en un réseau tridimensionnel infusible et insoluble.

La réticulation peut être à base d'un monomère ou d'un mélange de monomères (résines aminoplastes et phénoplastes, silicone.) ou plus fréquemment d'un mélange de polymère linéaire de faible masse molaire et de monomère (résines polyesters insaturés...). Ces polymères amorphes ont une température de transition vitreuse élevée (80 °C à + de 150°C) mais, du fait de la réticulation, ne présentent pas d'état caoutchoutique ni d'état liquide.[55]

II.2.2.3.3 Les élastomères :

Un élastomère est un polymère linéaire ou ramifié transformé par vulcanisation en un réseau tridimensionnel faiblement réticulé infusible et insoluble. Les élastomères se différencient des thermodurcissables par leur propriétés d'élasticité caoutchoutique,

C'est-à-dire la capacité à subir de très grande déformation réversible sous l'action de contraintes mécaniques.[57]

II.2.2.4 Selon leur nature chimique :

II.2.2.4.1 Polymères organiques :

C'est la classe la plus riche ; ils constituent la presque totalité des polymères d'utilisation courante, parmi les principaux polymères organiques : les polyoléfines, les polydiènes, les polyamides [53]

II.2.2.4.2 Polymères minéraux :

Ils sont constitués soit de chaînes renferment un seul corps simple (diamant, graphite, phosphore, soufre) soit de chaînes renferment plusieurs hétéroatomes (silicate, acide polyphosphoriques) [53]

II.2.2.4.3 Polymères mixtes :

doués de propriétés intéressantes dont une bonne résistance thermique (~300°C-350°C), ils connaissent depuis quelques années des progrès constants tant sur le plan de la généralisation de leur utilisation que sur le plan de la mise au point des produits nouveaux (exemple : silicone). [53]

II.2.2.5 Selon leur domaine application :

II.2.2.5.1 Polymères de commodités :

Sont des polymères de grande diffusion et dont le prix de revient est bas(exemple : (PE ,PP , PS)

II.2.2.5.2 Polymères techniques :

Ont des propriétés physiques (résistance mécanique et thermiques) d'un niveau plus élevé, naturellement le prix est plus élevé (exemple : PC POM, PMMA, PET :

Ils sont utilisés dans des applications sévères, haute température, environnement chimique agressifs (exemple : PEEK, PEI, PTFE) [58]

II.2.3 Propriétés des polymères :

II.2.3.1 Propriétés mécaniques :

Les propriétés mécaniques des matériaux polymères dépendent, de la position de la température expérimentale, par rapport aux températures caractéristiques (température de fusion, transition vitreuse, transition vitreuse secondaire), les mesures de résistances à l'impact s'exécutent à la température ambiante et à basse température, la déformation sous une charge donnée elle est liée à la viscoélasticité et à l'équivalence

(temps/température).[59]

II.2.3.2 Propriétés physiques :

• Perméabilité des polymères : les perméabilités de gaz ou liquide à travers une paroi sont dus au Porosités du matériaux (le remède est d'augmenter l'épaisseur) ou à l'absorption par la première face, la diffusion dans l'épaisseur et l'évaporation de la deuxième face. La perméabilité augmente avec la température et avec la différence de pression entre les deux faces. Exemple : PVAC (Alcool Polyvinylique) est très étanche aux gaz mais soluble à l'eau.[51]

II.2.3.3 Propriétés thermiques :

Les changements de propriétés mécaniques apparaissent lors des changements de phase qui s'opèrent à des températures de transitions comme la température de transition vitreuse (T_g), cette température caractérise un changement morphologique du polymère se traduisant par des modifications de caractéristiques importantes (dimensionnelle, mécaniques...) [60]

II.2.3.4 Autres propriétés :

- . Densité est faible (légereté).
 - . Coût est peu élevé.
 - . Performances sont notables surtout si elles sont ramenées à leur unité de masse.
 - . Facilité de mise en œuvre permet des cadences élevées et des géométries complexes.
- [61]

II.2.4 Techniques de polymérisations :

Cinq techniques sont plus couramment utilisées, chaque monomère polymérisable peut faire appel à l'une ou à plusieurs de ces techniques.

II.2.4.1 Polymérisation en masse :

C'est une technique la plus économique car elle n'utilise ni solvants ni dispersions et donne des polymères de grande pureté, mais l'effet gel la rend difficilement contrôlable, et la technique utilise très peu de monomères, l'initiateur doit être soluble dans les monomères et les peroxydes organiques sont les plus couramment utilisés, des monomères sont utilisés comme solvant du milieu réactionnel, lorsque le taux de conversion augmente, sa viscosité va fortement augmenter, ce phénomène se manifeste par une auto-accélération de la vitesse de polymérisation, suivie d'un fort ralentissement du processus, de la viscosité L'augmentation de , rend de plus en plus difficile l'agitation du milieu réactionnel. Lorsque la viscosité atteint une valeur à laquelle les molécules de

monomères ne peuvent plus se déplacer dans le milieu réactionnel, libérées par un processus plus exothermique lors du rejet de chaleur, la vitesse de polymérisation en masse est contrecarrée. [62]

II.2.4.2 Polymérisation en solution :

Cette technique est fréquemment utilisée au laboratoire car elle permet d'atteindre des conversions élevées sans risque d'effet de gel.

Comme tous les constituants du mélange, l'amorceur doit être soluble dans le milieu réactionnel, lequel est donc homogène. En fin de polymérisation, le polymère est récupéré par évaporation rapide du solvant à haute température ou bien précipitation dans un non-solvant.

La polymérisation en solution n'est guère utilisée industriellement que pour obtenir des produits de grande pureté, en revanche, elle est très utilisée au laboratoire pour sa facilité de mise en œuvre [63] ...

II.2.4.3 Polymérisation en dispersion :

Il s'agit de polymérisation pour lesquelles le milieu réactionnel initial est un solvant homogène mais le polymère formé y étant insoluble, précipite au fur et à mesure de sa génération.

L'accroissement de taille des particules de polymères peut se poursuivre dans la phase précipitée. Cette précipitation du polymère permet de maintenir une fluidité élevée du système, jusqu'à de forts taux de conversion et d'éviter l'effet de gel, le précipite former maintient une viscosité du milieu sensiblement constante.

II.2.4.4 Polymérisation en suspension :

Cette technique utilise la dispersion de gouttelette du monomère dans une phase aqueuse, la technique ne peut donc appliquée qu'à des monomères totalement insolubles dans l'eau.

L'amorceur utilisé est soluble dans le monomère, la taille des particules dispersées est déterminée par l'efficacité de l'agitation, ainsi que par la présence dans la phase aqueuse de polymères hydrosolubles, tels le poly(oxyde d'éthylène), le poly(alcool vinylique) qui agissent en accroissant la viscosité du milieu dispersant, en fin de polymérisation, les particules de polymères sont lavées pour éliminer au maximum le polymère hydrosoluble utilisé comme additif, ainsi que les poudres minérales sont récupérées par filtration.

II.2.4.5 Polymérisation en émulsion :

Cette technique aboutie à l'élaboration de particules de taille comprise entre 0,05 et 5 μ m, la très grande majorité des polymérisations en émulsion sont effectuées en dispersion aqueuse sont amorcées par un amorceur hydrosoluble ($S_2O_8^{2-}$, H_2O_2 ...) [50]

II.2.5 Utilités des polymères :

les polymères jouent un rôle très intéressant à cause de

- . Propriétés mécaniques, thermiques et élastiques intéressants.
- . Abondance et disponibilité à co.t réduit.
- . Possibilité d'avoir des matériaux de toutes les formes et de toutes les épaisseurs.
- . Flexibilité et légèreté. [64]

II.3. Matériaux composites :

II.3.1 Définition :

Un matériau composite est constitué de l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux de natures différentes. Leur association est complémentaire et permet d'aboutir à un matériau dont les performances recherchées seront supérieures à celles des constituants pris séparément.

Un matériau composite est constitué dans le cas le plus général d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. La phase discontinue, appelée renfort ou matériau renforçant qui est souvent dure avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue, appelé matrice. [65]

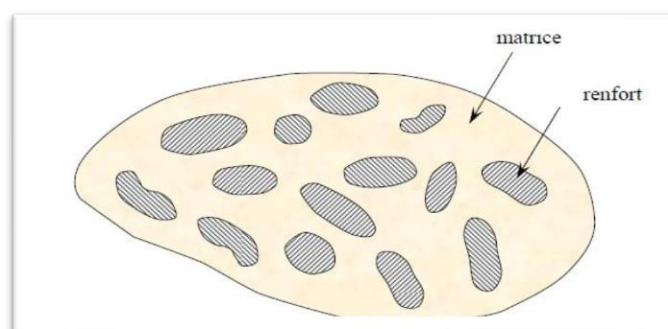


Figure II.5 : schéma d'un matériau composite.

II.3.2 Constituants des matériaux composites :

- . La matrice
- . Le renfort

II.3.2.1 La matrice :

Le rôle de la matrice est de maintenir les renforts en place et de leur assurer la cohésion et la protection. Elle permet également la transmission des efforts mécaniques vers les renforts. [66,67] La matrice est généralement homogène et isotrope.

A partir de la nature de la matrice les matériaux composites sont classés en trois catégories:

- Les composites à matrice polymère ou organique.
- Les composites à matrice métallique.
- Les composites à matrice céramique. [68]

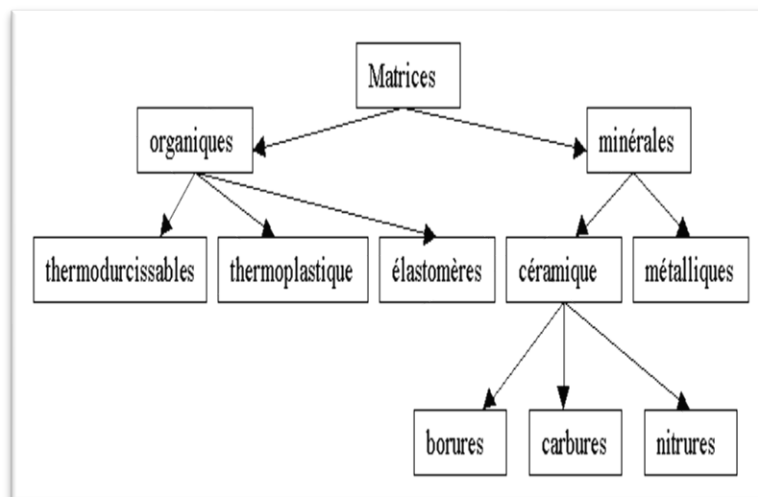


Figure II.5 :Dférentes familles de matrice [69].

II.3.2.2 Composites à matrice polymère ou organique :

L'utilisation des composites à organiques connaît un essor rapide. Unissant légèreté et résistance mécanique exceptionnelle, ces matériaux permettent en effet des applications toujours plus nombreuses dans des industries aussi importantes que l'aéronautique, la construction automobile ou l'équipement sportif ou le biomédical.[70]

Ces matrices peuvent être des polymères thermoplastiques (polypropylène, polyéthylène,

Chapitre II : généralité sur les polymères et leur composite

Polyamide, ...) ou thermodurcissables (polyesters insaturés et résines époxydes).[71]

II.3.2.2.1 les résines thermodurcissables :

Les thermodurcissables, sont mis en forme par chauffage lors d'une transformation irréversible [72].

Les principales résines thermodurcissables utilisées pour la mise en œuvre des matériaux composites sont par ordre décroissant en tonnage [73]:

Les résines polyesters insaturées, polyesters condensés, vinylesters.

Les résines de condensation : phénoliques, aminoplastes, furaniques.

Les résines époxydes

II.3.2.2.1.1 Les résines époxydes :

Après les résines polyesters, les résines époxydes sont les plus utilisés à cause de leurs propriétés mécaniques excellentes ce qui leur confère la faculté de pouvoir être utilisées sans le rajout des charges. [74]

II.3.2.2.1.2 Les propriétés des résines époxy :

. La faible absorption d'eau et l'absence de post-retrait assurent à ces produits une exceptionnelle stabilité dimensionnelle.

. Le maintien des performances électriques initiales, même après exposition à l'humidité, Explique en partie leur emploi dans les applications électroniques et électriques (à moyenne et haute tension). Le pouvoir adhésif sur l'ensemble des matériaux minéraux, et sur certaines matières plastiques (grâce à un traitement de surface approprié) [75]

II.3.2.2.1.3 Caractéristiques mécaniques des résines époxydes :

Elles sont rassemblées dans le tableau (II.1)

Tableau II.1: Caractéristiques mécaniques des résines époxydes [76].

Caractéristiques	Valures
Masse volumique	1100 à 1500 kg/m ³
Module d'élasticité en traction	3 à 5 GPa
Contrainte à la rupture en traction	60 à 80 MPa
Contrainte à la rupture en flexion	100 à 150 MPa
Allongement à la rupture	2 à 5 %
Resistance au cisaillement	30 à 50 MPa
Température de fléchissement sous charge	290°C

Chapitre II : généralité sur les polymères et leur composite

Les résistances en traction, en flexion, en compression, ainsi que le module d'Young sont très bonnes pour une matière organique. Mais la résistance au choc constitue le point faible.

II.3.2.2.1.4 Les avantages et les inconvénients :

Les principaux avantages et inconvénients sont rassemblés dans le tableau

Tableau II.2 : Les avantages et les inconvénients des résines époxydes [76].

Avantages	Inconvénient
-Bonnes propriétés mécaniques (dont résistance au cisaillement, à la fatigue) -Retrait faible. -Tenue en T° supérieure aux PE -Bonne tenue a basse température -Résistance a la corrosion -Adhésion sur les fibres et matériaux divers -Résiste à l'abrasion (dureté de surface)	-Temps de polymérisation et mise en œuvre longs -Prix élevé -Allergies et dermatoses possibles selon sensibilité -Dégazage utile -Viscosité

II.3.2.2 Les renforts :

Le renfort est généralement composé de matériaux plus durs que la matrice, son rôle principal est d'assurer au matériau une grande résistance surtout à la traction, et qui se présente, généralement, sous forme de fibres : longues unidirectionnelles, longues et tissées, courtes réparties aléatoirement sans directions privilégiées. En fonction de la forme des renforts, on distingue deux types de composites : les composites à fibres et les composites à particules [77]

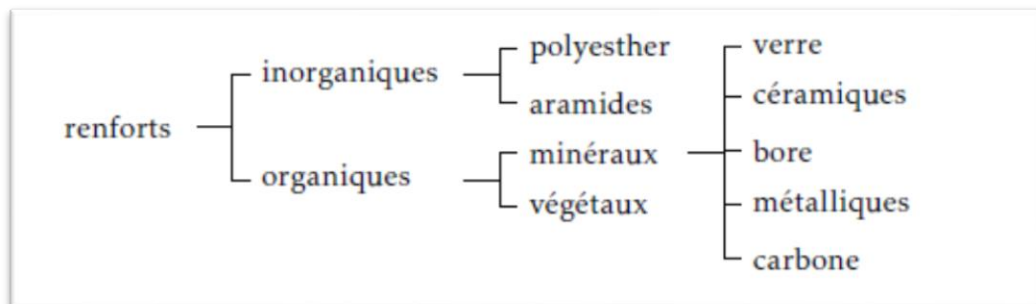


Figure.II.6 : Type de renfort

II.3.2.2.1 Les matériaux composites à particules :

Un matériau composite est un matériau à particules lorsque le renfort se trouve sous forme de particules. Une particule, par opposition aux fibres, ne possède pas de dimension privilégiée. Les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux ou de matrices, comme la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, la diminution du retrait, etc. Dans de nombreux cas, les particules sont simplement utilisées comme charges pour réduire le coût du matériau, sans en diminuer les caractéristiques. Le choix de l'association matrice-particules dépend des propriétés souhaitées. Par exemple des inclusions de plomb dans des alliages de cuivre augmentent leur facilité d'usinage. Des particules de métaux fragiles tels que le tungstène, le chrome et le molybdène, incorporées dans les métaux ductiles, augmentent leurs propriétés à températures élevées, tout en conservant le caractère ductile à température ambiante.

II.3.3 Les applications des matériaux composites :

Dans le domaine aérospace [78]

Dans le domaine militaire [79]

Dans le domaine de construction [80]

Dans le domaine des sports et des loisirs [81]

II.3.4 Avantages des matériaux composites : [82]

Gain de masse.

Mise en forme de pièces complexes (principe du moulage) et réduction du nombre d'interfaces (boulonnage, rivetage et soudure sur structures métalliques).

Grande résistance à la fatigue.

Faible vieillissement sous l'action de l'humidité, de la chaleur, de la corrosion (sauf en cas de contact entre de l'aluminium et des fibres de carbone).

Insensibles aux produits chimiques "mécaniques" comme les graisses, huiles, liquides hydrauliques, peintures, solvants, pétrole.

II.3.5 Inconvénients des matériaux composites [82]

Vieillissement sous l'action de l'eau et de la température

Attention aux décapants de peinture qui attaquent les résines époxydes

Tenue à l'impact moyenne par rapport aux métalliques

Meilleure tenue au feu (classement M) que les alliages légers mais émission de fumées (classement F) parfois toxiques pour certaines matrices.

Coût parfois prohibitifs (temps et coût études et mise en œuvre), le gain en coût est surtout valable pour des grandes séries.

II.4 Tribologie :

II.4.1 définitions

Étymologiquement, le mot tribologie vient du grec τριβοῦς κόβοϋς qui signifie science du frottement. La tribologie est donc une discipline regroupant sciences et technologies s'intéressant aux interactions entre surfaces en contact [83]. Elle traite des problèmes de contact, de frottement, d'usure et de lubrification.

II.4.2 Système tribologique :

Un système tribologique se définit comme un système mécanique, formé de deux matériaux antagonistes en contact, animés de mouvements relatifs. Ces deux solides évoluent dans un milieu ambiant et peuvent être séparés par un film intercalaire appelé troisième corps. Sur le plan tribologique le troisième corps est un opérateur qui transmet la charge (ou portance) d'un premier corps sur l'autre et accommode en s'écoulant (débit) d'une façon dissipative (frottement) l'essentiel de la différence de vitesse entre deux corps. Les troisièmes corps séparent partiellement ou entièrement les premiers corps Ils sont introduits dans le contact ou bien par entrainement cinématique (lubrifiants solides ou liquides Figure II.1). Dans les contacts lubrifiés, ou par formation in situ (particules détachées) dans les contacts dits secs (Figure II.1). L'interface d'un tel système devient alors le siège de phénomènes dissipatifs d'énergie, regroupés Sous le terme générique de frottement [84]. La quantification de ces énergies est d'un intérêt capital car elles conditionnent les échauffements à l'interface, elles modifient la micro et la macro géométrie du contact (dégradations par usure conduisant à la détérioration du système).

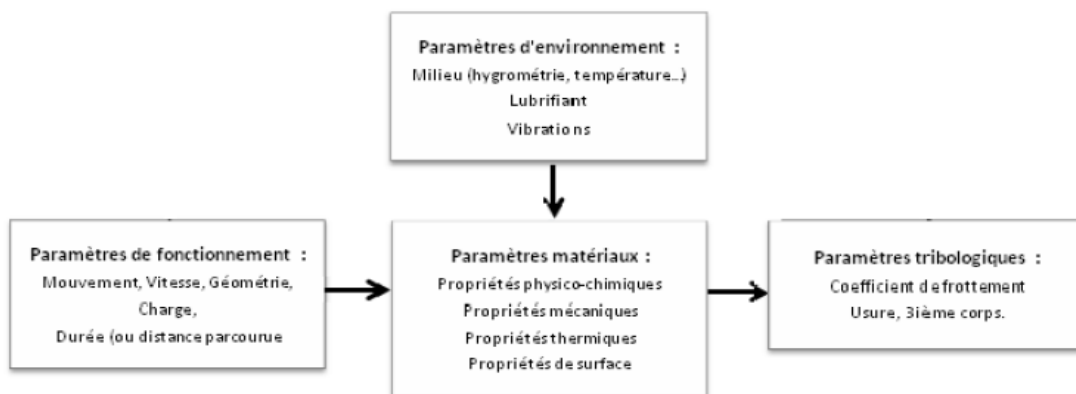


Figure II.7 : synoptique générale d'un système tribologique [84]

II.4.3 Les mécanismes d'usure :

L'usure est un processus complexe, qui correspond à l'endommagement des surfaces en contact. Elle peut être une détérioration physique, une attaque chimique selon l'environnement dans lequel le matériau se trouve et dépend aussi de ses propriétés. Elle peut être générée par plusieurs mécanismes physiques, chimiques ou mécaniques indépendantes ou non. Quatre modes d'usure différents sont couramment proposés [85, 86, 87] :

II.4.3.1 L'usure par abrasion :

Initialement, il est a pensé que l'usure par abrasion par grains ayant été détachés de l'une des deux surfaces ou aspérités dures, ressemblait au processus de coupe sur les machines - outils. Toutefois, l'examen microscopique a révélé que cette aspérité peut dégrader la surface du solide selon différents mécanismes présentés sur la figure II.7. La sévérité du contact dépend des propriétés et de la géométrie des matériaux en contact [88]. La nature de l'usure abrasive est précisée par le mode d'acheminement de l'aspérité dans le contact : soit l'aspérité est fixée à l'une des surfaces, et l'on parle alors d'abrasion à deux corps, soit l'aspérité est mobile par rapport aux deux surfaces, et l'on parle alors d'abrasion à trois corps.

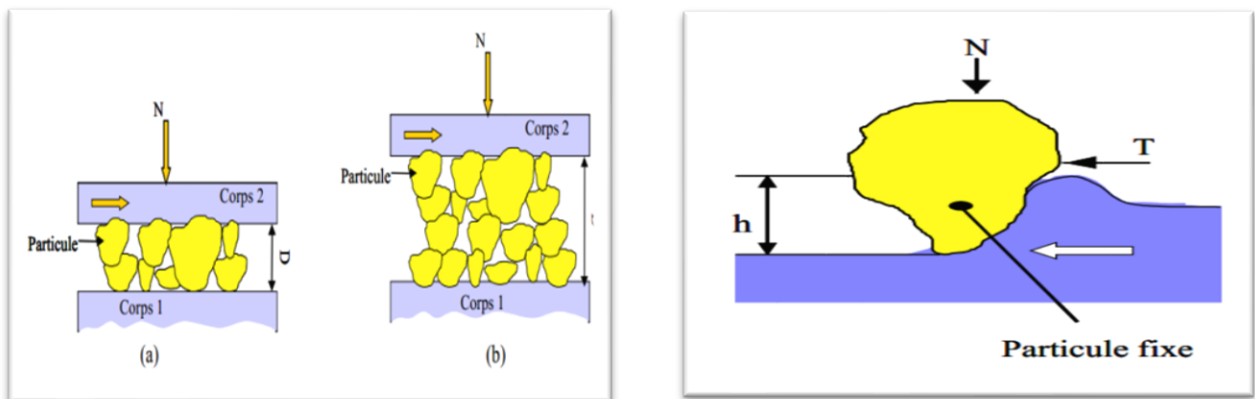


Figure II.8 : schéma des quatre modes d'usure abrasive [89]

II.4.3.2 L'usure par adhésion :

Elle se caractérise par la formation des micros jonctions (micro soudures) au niveau des contacts entre les surfaces flottantes . Dans le cas de jonctions faibles , le cisaillement se produit à l'interface (Figure transféré sur le matériau le plus dur) . Lorsque les jonctions sont fortes , la rupture se produit au sein du matériau le plus mou qui est transféré sur le matériau le plus dur (figure II.9)

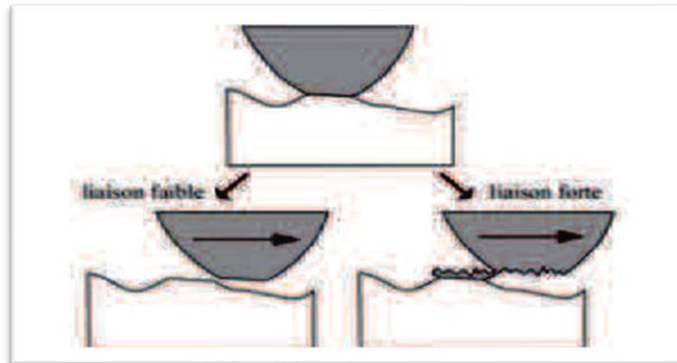


Figure II.9 : Cisaillement des jonctions à l'interface et caractéristique de l'usure adhésive [90].

II.4.3.3 L'usure par fatigue :

Elle est liée à l'action d'un mouvement cyclique et à la capacité des matériaux à absorber les énergies de déformation et les contraintes thermiques générées par frottement. L'usure par fatigue se manifeste par des fissures, des écailles et des changements de la structure métallurgique (Figure II.10).

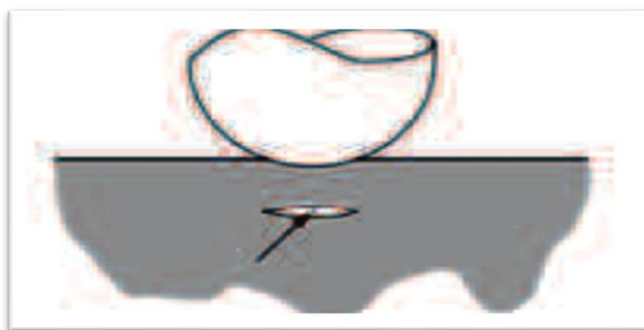


Figure II.10 : illustration de l'usure par fatigue

II.4.3.4 L'usure par réactions tribochimiques [91] :

C'est un système à trois composantes, où interviennent la réactivité chimique entre les surfaces, la réactivité chimique avec le milieu environnant (lubrifiant ...) et la réactivité physico - chimique avec les débris, Dans de nombreux cas de réactions tribochimiques, un film protecteur (tribofilm) est généré sur les surfaces flottantes. Un film protecteur constitué de phosphates se forme sur les surfaces par réactions tribochimiques entre l'oxyde de fer natif et les éléments de décomposition de l'additif [94]

II.4.4 Tribologie des polymères :

C'est un phénomène complexe défini comme une perte de substance au niveau de contact entre les deux matériaux du couple de frottement, relevant de deux mécanismes :

- La dégradation du polymère provoquant une altération de ses propriétés physicochimiques, et donc une diminution de sa résistance mécanique au frottement.
- Une perte de substance par action mécanique sans altération des propriétés physicochimiques.

Chapitre III:

**Technique expérimentale,
Elaboration et
caractérisation**

Chapitre III : Technique expérimentale, Élaboration et caractérisation

III.1 introduction :

ce chapitre est consacré à la présentation des méthodes expérimentale utilisée au cours de ce travail. Tout d'abord, on décrit la méthode utilisée pour la synthèse des poudres Fe_2AlB_2 et les composites époxy/ Fe_2AlB_2 .
synthèse de phase MAB : Pour préparation des poudres phases MAB Fe_2AlB_2 on a utilisé la méthode des sels fondus pour le protéger

III.2 Choix des poudre et pesés :

Pour la synthèse de Fe_2AlB_2 les poudres de Fer Fe, Aluminium Al, Bore B et le l'Etain Sn ont été utilisés et le sel de Bromure de Potassium Kbr a été utilisés comme protection lors de la synthèse de la phase Fe_2AlB_2 . La quantités et les caractéristiques des différents précurseurs sont regroupée dans le tableau ci-dessous :

Tableau III.1 : les quantités et les caractéristiques des poudres utilisées

Les poudres	Formule chimique	La taille des poudres μm	Masse molaire (g/mol)	Masse pesée pour 7g	Masse pesée pour 3g	Marque	Etat physique
Fer	Fe	37	111.68	3.704g	1,587	BIOCHEM	Solide
Aluminium	Al	25	53.96	1.789g	0,767	BIOCHEM	Solide
Bore	B	44	10.811	0.717g	0,307	ALDRICH	Solide
Etain	Sn	44	23.742	0.787g	0,337	BIOCHEM	Solide
Bromure de potassium	Kbr		119.002	7g	6g, 9g, 12g	Honeywell	Solide



FigureIII-1: les poudre utilisées

III.2.1 La pesée :

pour la pesée des poudre une balance de poudre une balance de précision de marque () l'ordre 10^{-4} g de précision .



Figure III.2 : la balance de précision de 10^{-4}

III.2.2 Homogénéisations des grains :

Cette technique consiste à mettre les poudres dans des boites de prélèvement pour le concassage des grains avec des billes en acier 100Cr6 afin d'assurer l'homogénéisation des poudres, pendant 24h par agitation manuelle.

III.2.3 Compactage des poudres :

Après l'homogénéisation des poudres le mélange a été mis dans un dispositif et compacté à l'aide d'une presse hydraulique en appliquant une charge de 8 tonnes et un temps de maintien de 5 minute.

Les figures ci-dessous représentent la presse hydraulique et le dispositif de compactage utilisé



figureIII.3 : la presse hydraulique et le dispositif de compactage



Figure III.5 les poudre compacter

III.2.4 L'encapsulation :

Le mélange des poudres compactés a été placé dans le dispositif de compactage puis pasteller avec du sel Kbr sous une pression de 5 tonnes (Figure III.6)



Figure III 6 : dispositif de compactage



Figure III.7 :les poudre encapsuler avec le Kbr

L'échantillons pastellé a été placé dans un creuset en alumine Al_2O_3 et couvert avec du Kbr puis introduit dans un four a moufle a une température de $1000^{\circ}C$, un temps de maintien de 1h et une vitesse de chauffage de $5C^{\circ}/min$.

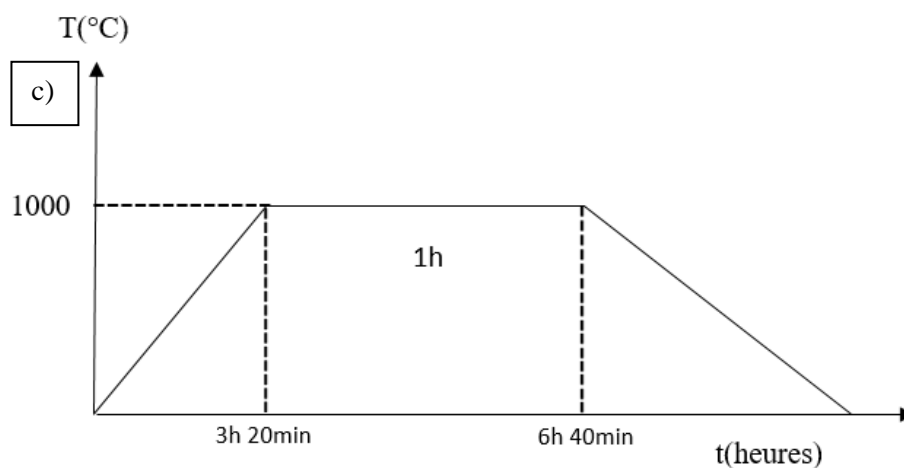
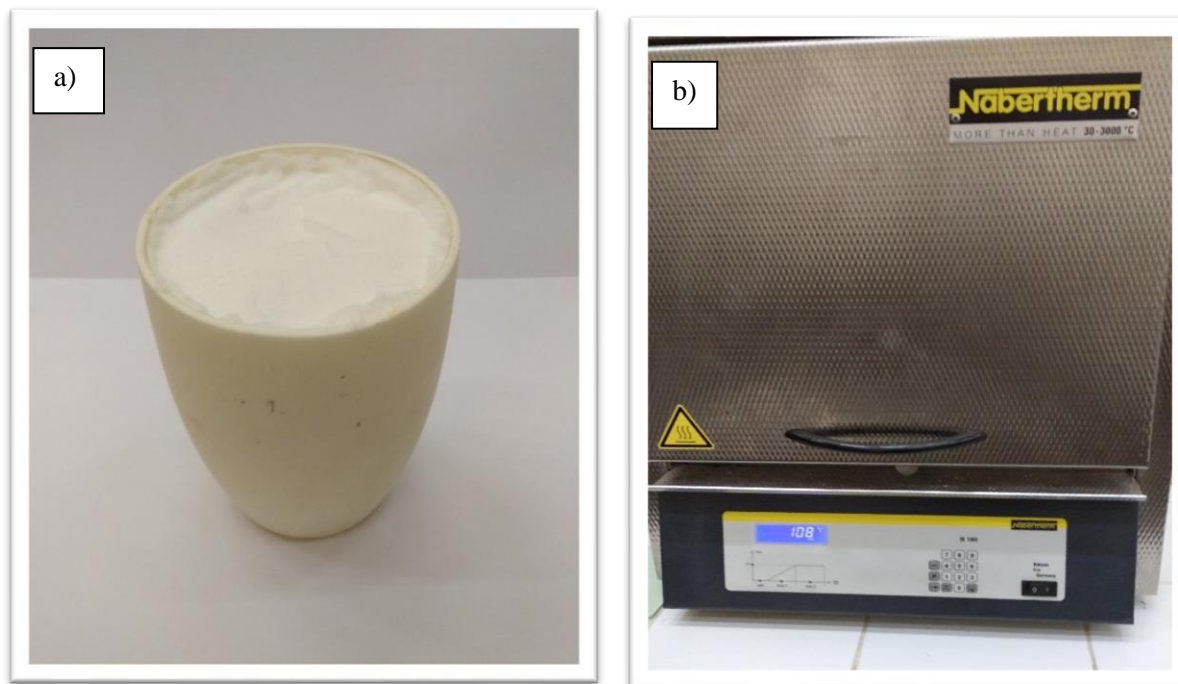


Figure III.8 : a)creuset an alumine)four de type 'NABERTHEM' ,c) Cycle thermique de frittage

III.2.5 Récupération des poudres :

Le but de cette étape est l'extraction des poudres après le traitement dans le four. Les creusets en alumine ont été immergés dans l'eau afin que le sels soit soluble dans l'eau, et à l'aide d'une spatule en acier inoxydable on enlève le KBr qui couvre les poudre de la phase MAB Fe_2AlB_2 synthétisée.



Figure III .9 immersion de la pastille encapsulée dans l'eau

III.2.6 Filtration :

Les poudres sont récupérées par le biais d'un dispositif de filtration, un papier filtre est mis dans un erlenmeyer couplé avec un entonnoir.



Figure III.10 : erlenmeyer couplé avec un entonnoir

III.2.7 Rinçage :

Les poudres après récupération doivent être lavées (mises un Becher remplis d'eau, et ensuite mis sous agitation (agitateur magnétique) pendant 20min).

Cette étape a été reproduite trois fois pour assurer le bon nettoyage des poudres des sels utilisés.

Une fois bien rincées, une dernière étape de filtration est nécessaire, les poudres sont séchées dans une étuve (MEMMERT), à une température de 50°C pendant 24h.



Figure III.11 :a) un agitateur magnétique ;b)l'étuve (MEMMERT)

III.3 préparation des composites époxy/Fe₂AlB₂

III.3.1 Matériels utilisés :

Résine époxy, Bêchers, seringues, balance de précision, agitateurs magnétique, pompes à vide.

En a utilisée l'époxy, Durcisseur et la poudre de phase Fe₂AlB₂

La résine utilisée pour la fabrication des composites a été délivrée par l'entreprise **GRANITEX**, commercialisé sous le nom **MEDAPOXY STR**.

Les propriétés de la résine utilisée sont données dans le tableau suivant :

Tableau III.2 : propriétés de la résine MEDPOXY STR utilisée :

Densité (ISO758)	1,1± 0,05
Viscosité (NF T76-102)	11000 Mpa.S à 25 °C
DPU (NFP18 810)	1h 15mn à 20 °C et 65% HR
Temps de durcissement à 20 °C et 65% HR Hors poisse	Hors poisse : 6H Dur : 16H
Rc (NA 427)	>70 Mpa
Rf (NA 234)	> 25 Mpa
Adhérence sur béton (NFP18 858)	> 3 Mpa
Durée de mise en service	10j à 20°C
Rapport de mélange	Elément A: 1 Elément B: 0.66

Tout d'abord, la résine époxy et les différentes concentrations en poids de Fe₂AlB₂

Tableau III.3 : quantité de Fe_2AlB_2 /époxy utilisée

Echantillons	Masse poids %	Masse Fe_2AlB_2	Masse époxy	Masse durcisseur
EP0	100% époxy	/	6g	2g
EP1	5% Fe_2AlB_2 , 95% époxy	0.4g	6g	2g
EP2	10% Fe_2AlB_2 , 90% époxy	0.8g	6g	2g

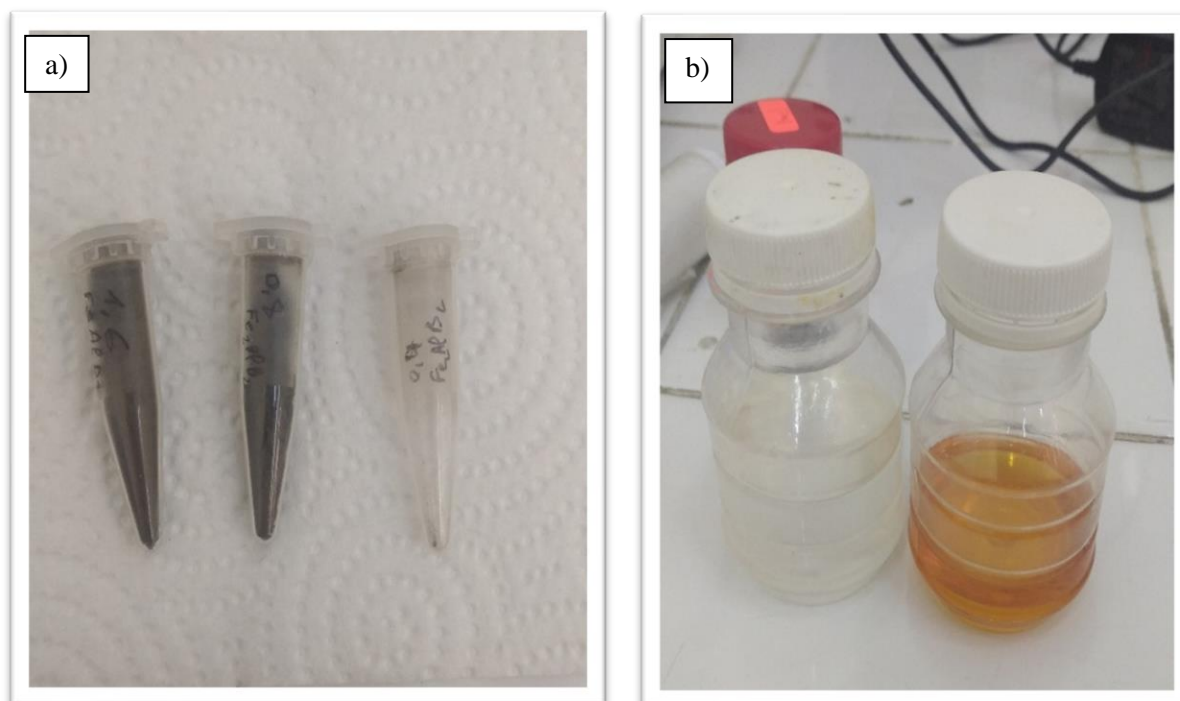


Figure III.12 : a) la poudre Fe_2AlB_2 ; b) époxy, durcisseur

Chapitre III : Technique expérimentale, Élaboration et caractérisation

ont été mélangés puis mis sous agitation vigoureuse à une température de 80°C pendant 2h pour casser les agglomérats et assurer la dispersion homogène des particules de Fe_2AlB_2 dans la résine époxy.



Figure III.13 : agitateur

Le mélange été dégazé à l'aide d'une pompe à vide.



Figure III.14 : pompe a vide

Chapitre III : Technique expérimentale, Élaboration et caractérisation

Ensuite, l'agent de durcissement a été ajouté au mélange à un rapport stœchiométrique de 1 :066 et mélangé mécaniquement jusqu'à l'apparence de changement de viscosité de faible à élever. Après cela, le mélange est versé immédiatement dans des moules en PTFE et placé dans une étuve à 80°C pendant 24h. Les échantillons obtenus avec des concentration en poids de 5 et 10% (Fe_2AlB_2) sont nommés EFAB5 et EFAB10 respectivement.



Figure III.14 : préparation des échantillons

III.3.2 Polissage de finition :

Le polissage de finition a été réalisé manuellement sur un papier abrasif de 1200. Cette opération a été faite au niveau de laboratoire études et recherche en technologie industrielle (LERTI) (université de Blida 1).

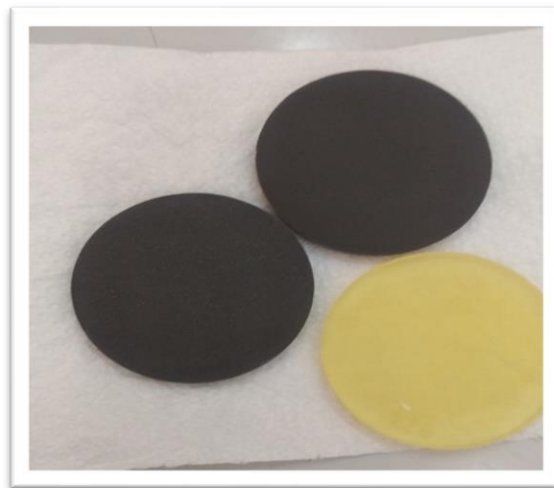


Figure III.15 : les échantillons composite époxy/ Fe_2AlB_2

III.4 Caractérisation Microstructurale :

Après récupération des échantillons ces derniers ont subis plusieurs tests afin de déterminer les différentes propriétés mécaniques et microstructurales de l'échantillon élaboré.

III.4.1 Caractérisation par Diffraction des Rayons X :

La diffraction des rayons X est un outil efficace pour étudier de façon non destructive la structure cristallographique des matériaux, de poudres, de monocristaux, voire de couches minces [92]. En envoyant des rayons X sur une cible, ces derniers sont diffusés par chacun des atomes de la cible. Ces rayons X diffusés interfèrent entre eux : si les atomes sont ordonnés, alors ces interférences vont être constructives dans certaines directions et destructives dans d'autres. Ces interférences d'ondes diffusées forment le phénomène de diffraction. L'état cristallin est caractérisé par la répartition tri périodique dans l'espace d'un motif atomique. Cette répartition ordonnée constitue des plans parallèles et équidistants que l'on nomme plans réticulaires et sont identifiés par indice de Miller (h k l). Ces indices caractéristiques du cristal peuvent être calculés grâce à la diffraction des rayons X.

Lorsqu'un faisceau de rayons X monochromatique est dirigé sur un matériau polycristallin, il est en partie réfléchi par les plans atomiques de certains cristaux. Pour que la diffraction des photons X soit mesurée, l'incidence du faisceau par rapport aux plans atomiques doit avoir lieu sous un angle particulier (figure.III.16).

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

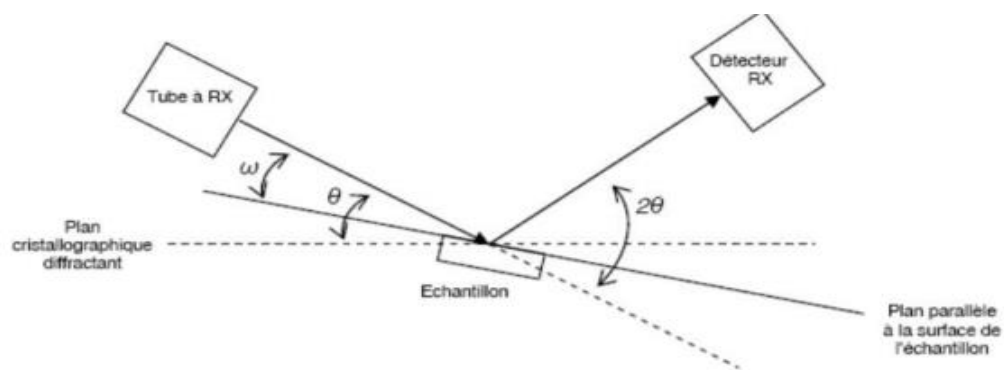


Figure III.16 : schéma explicatif de la DRX présentant les différents angles pris en compte[93]

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

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

Où :

λ : la longueur d'onde du rayonnement diffracté

n : indice de diffraction

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

θ : angle qui est mesuré à partir de plan

Le diffractogramme est un enregistrement de l'intensité diffractée en fonction de l'angle 2θ formé avec le faisceau direct. Le système est constitué d'un goniomètre θ - 2θ totalement automatisé est commandé par un logiciel. Le mode d'enregistrement consiste à mesurer l'intensité diffractée par un déplacement pas à pas l'échantillon et du détecteur. En d'autres termes un balayage de l'angle de diffraction est obtenu à l'aide du goniomètre où l'échantillon effectue une rotation avec un mouvement uniforme de vitesse angulaire θ , tandis que le détecteur, avec sa fente réceptrice placée sur le point de focalisation tourne autour de l'échantillon avec angle de 2θ .

III.4.2 Microscopie optique ;

La microscopie est une technique utilisée pour inspecter les échantillons au niveau Microstructurale. Pour se faire, on a utilisé un microscope optique de type Nikon Eclipse LV150N équipé d'une caméra connectée à un ordinateur et permettant d'enregistrer la micrographie observée.

La microscopie optique a été faite au niveau de laboratoire études et recherche en technologie industrielle (LERTI) (université de Blida 1).

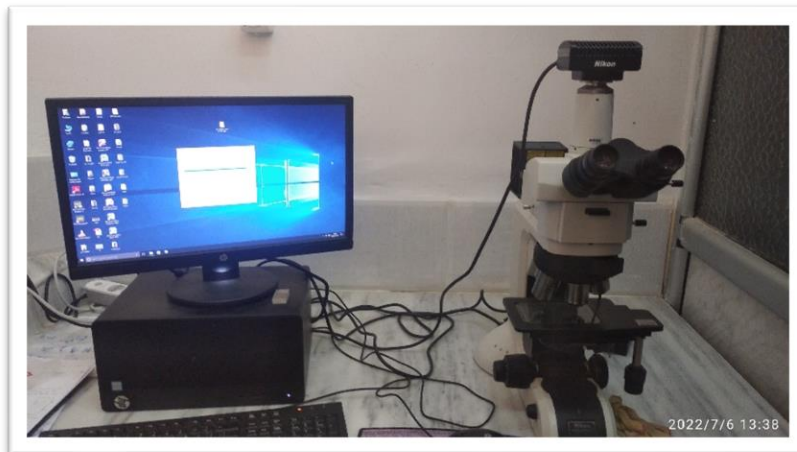


Figure III.17 La microscopie optique

III.4.3 Comportement tribologique (essai pion sur disque) :

L'essai d'usure a été réalisé à l'aide d'un tribomètre pion-disque l'air ambiant Au sein de laboratoire des matériaux à de laboratoire études et recherche en technologie industrielle (LERTI) (université de Blida 1). À l'aide d'un tribomètre de type (CSM instrument) Figure.III.18.

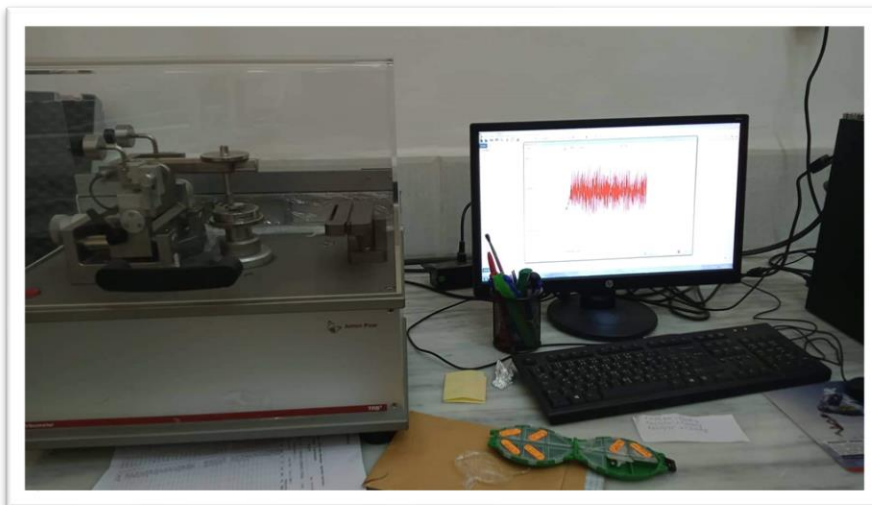


Figure III.18 : CSM Tribomètre, Switzerland

Ses caractéristiques sont les suivants :

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

Un échantillon (disque, plaque) subit un mouvement rotatif ou alternatif tout en étant mis en contact avec un pion stationnaire sur lequel une charge de compression axiale est appliquée. Le principe consiste simplement à appuyer un pion sur un

disque en rotation (voir Figure III.19).

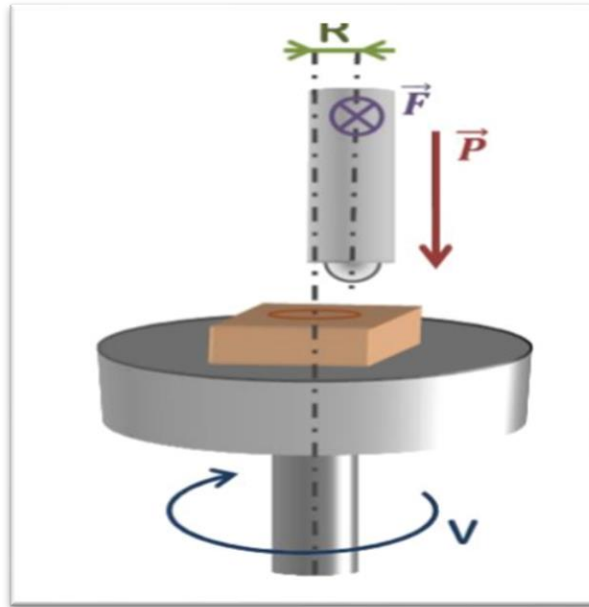


Figure.III.19. Principe de fonctionnement du tribomètre pion sur disque

Le disque est entraîné à l'aide d'un moteur électrique et le pion est appuyé contre le disque à l'aide d'un vérin pneumatique ou d'un poids . La force normale et la force de frottement sont mesurées à l'aide de capteurs.

Les paramètres suivants ont été choisis :

- L'essai se déroule sous air ambiant.
- Vitesse de rotation de 10 et 40 cm/s
- Charge appliquée de 5N
- distance 1000 m
- rayon 14 et 8.5mm

Chapitre IV:

Résultats et discussion

Chapitre IV : Résultats et discussion

IV.1 Introduction :

Après l'élaboration et caractérisation des composites (époxy/ Fe_2AlB_2), nous portons et Discutons dans ce chapitre les différents résultats microstructurales et de tribologie de nos Échantillons.

IV.2 Diffraction des rayons X de phase MAB Fe_2AlB_2 :

La figure IV.1 montre le diffractogramme des rayons X (DRX) obtenu après synthèse de la phase MAB Fe_2AlB_2 par méthode des sels fondus ($T=1000\text{C}^\circ$, $t=3\text{h}20\text{min}$, le sel KBr).

Le résultats de diffraction des rayons X (DRX) sur la surface de l'échantillon indique la présence de la phase Fe_2AlB_2 comme un phases majoritaire et Al_2O_3 , AlFe , B_2O_3 comme des phases secondaires, ce qui confirme la réussite de la synthèse de la phase MAB, une quantification par raffinement Rietveld est nécessaire pour l'indication des pourcentage des phases obtenues.

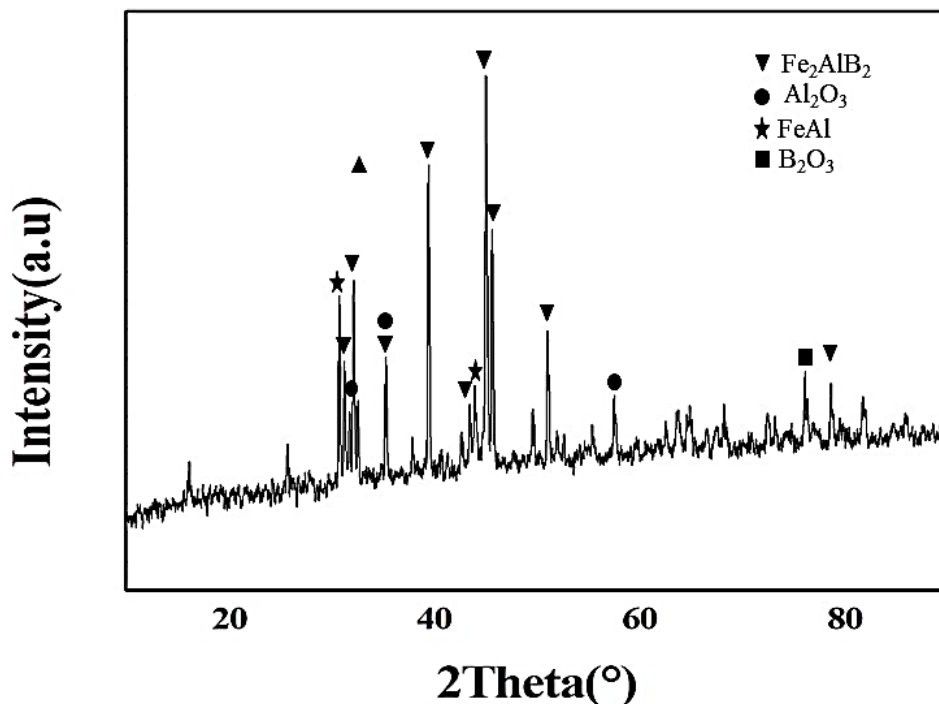


Figure IV.1 : diffractogramme des rayons X des poudres Fe_2AlB_2 synthétisées

IV.3 Microscopie optique :

La figure IV.2 montre les microstructures du composite Epoxy/ Fe_2AlB_2 5% on remarque une bonne distribution de la phase MAB synthétisée qui ont un contraste clair (dû a la bonne homogénéisation lors du process opératoire), l'analyse par ImageJ a confirmé que les

Chapitre IV : Résultats et discussion

Microstructure contient environ 4,37% de la phase avec le contraste clair. On remarque sur la figure IV.4(c) une particule agglomérée qui est probablement la phase MAB Fe_2AlB_2 et 10Wt% Fe_2AlB_2 -epoxy composites figure IV.4(b) la structure lamellaire (Fe_2AlB_2). En examinant les microstructures, nous pouvons conclure que les particules de Fe_2AlB_2 sont bien dispersées dans la matrice époxy avec une excellente distribution et une bonne adhésion interfaciale comme il est montré dans la figure IV. 4.

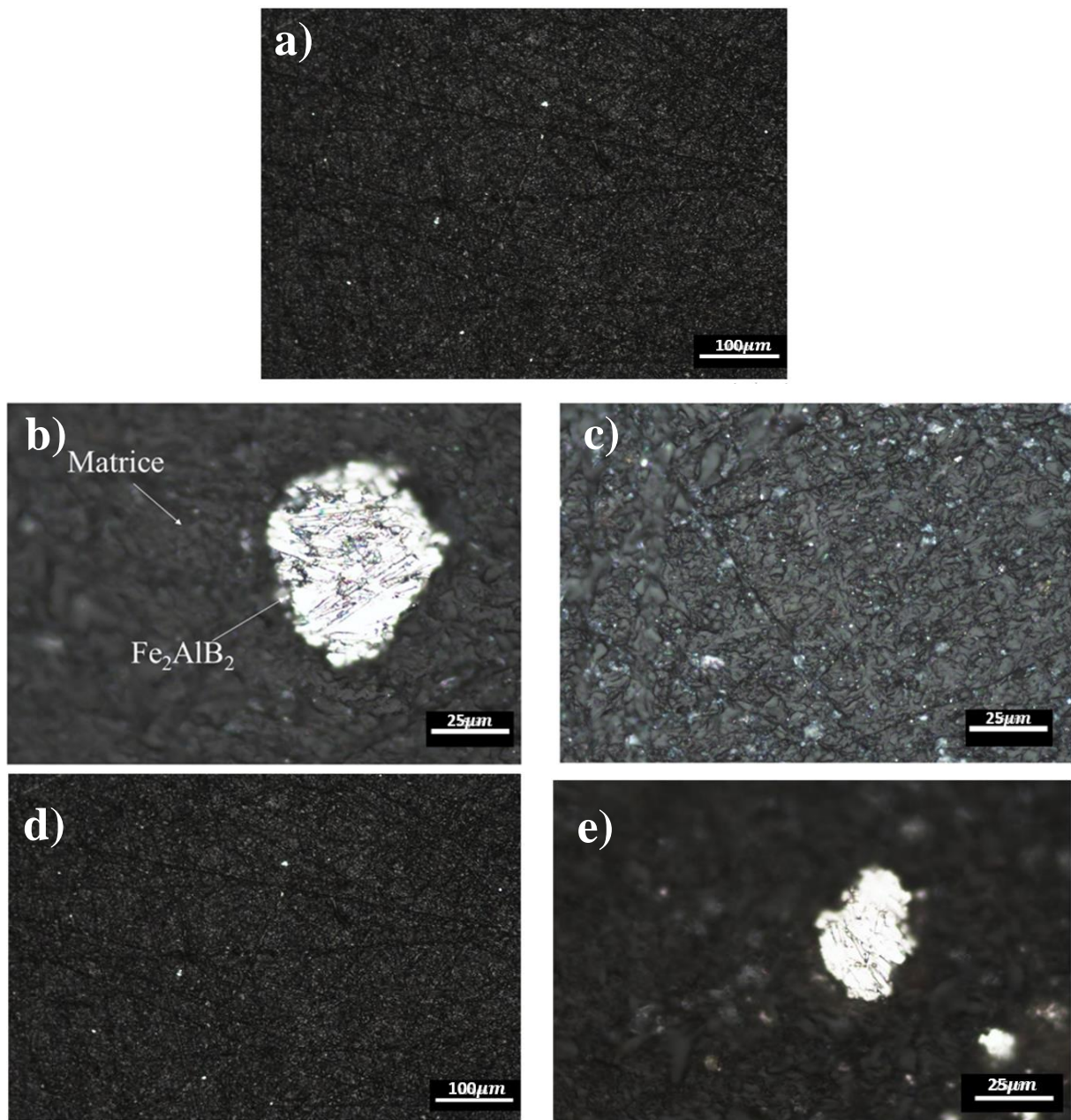
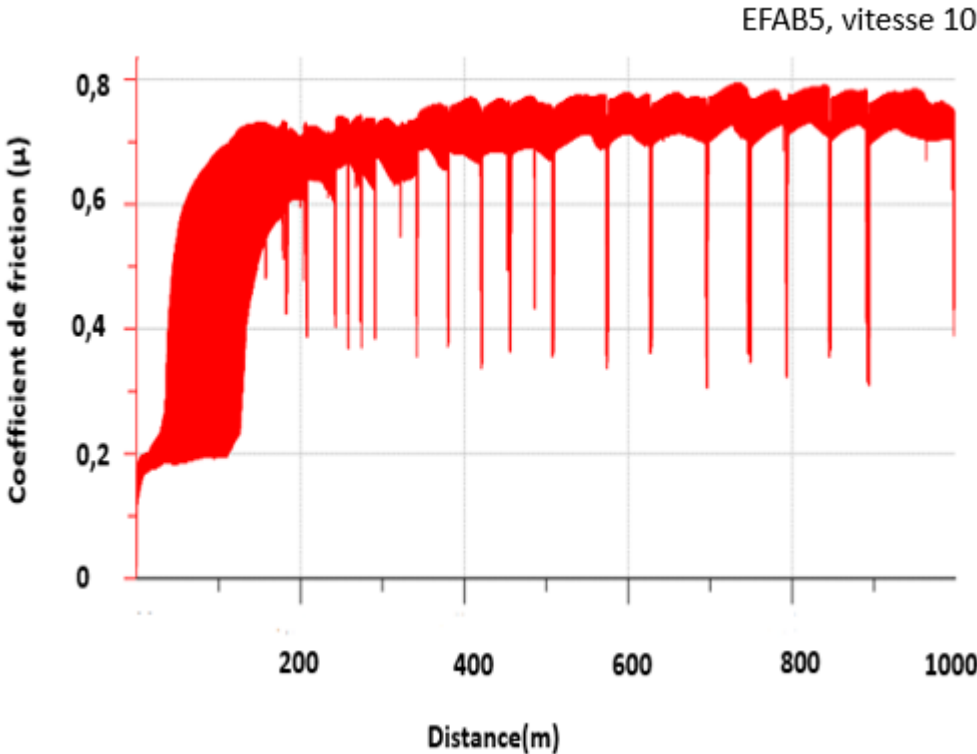
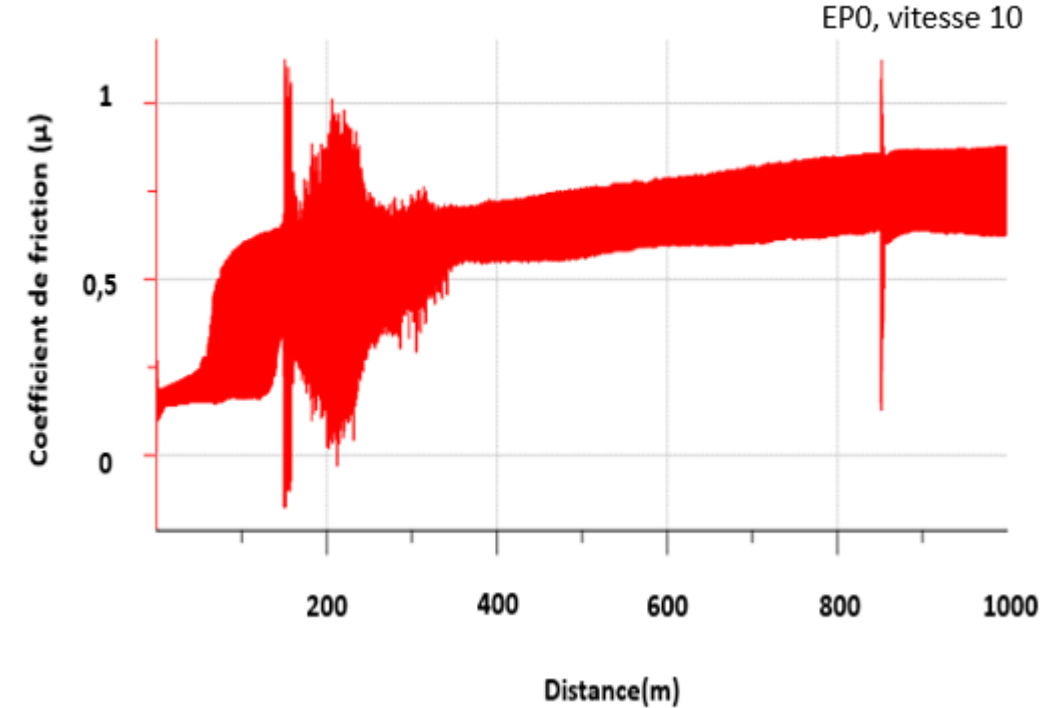
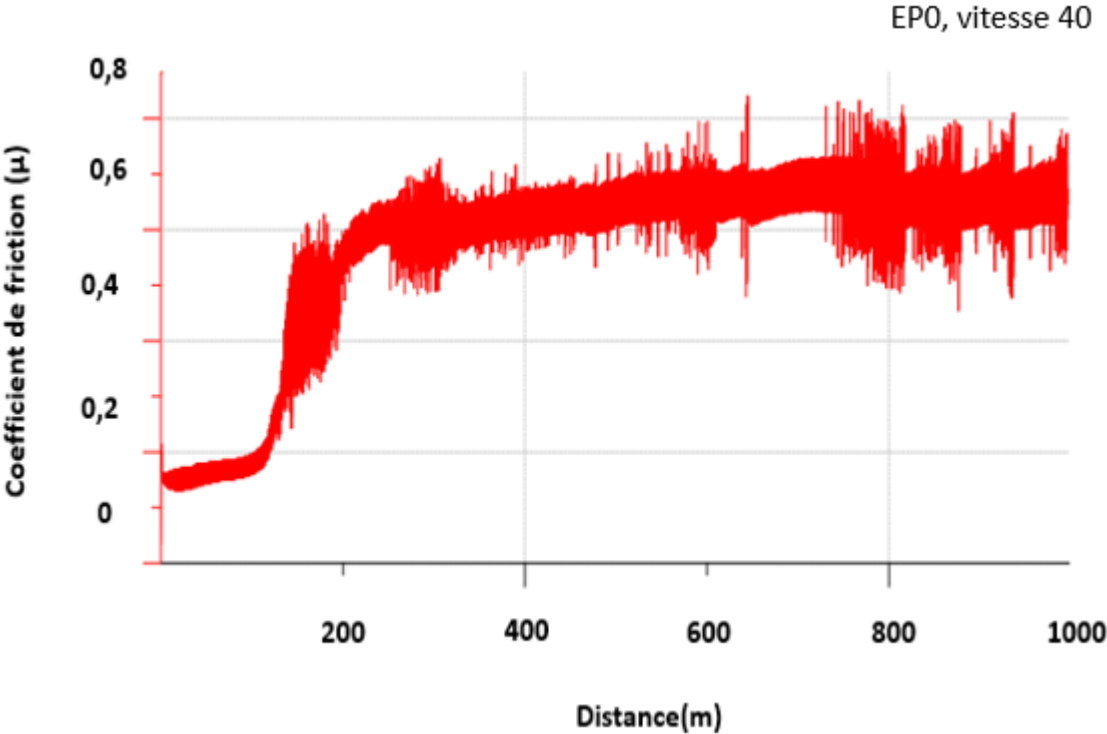
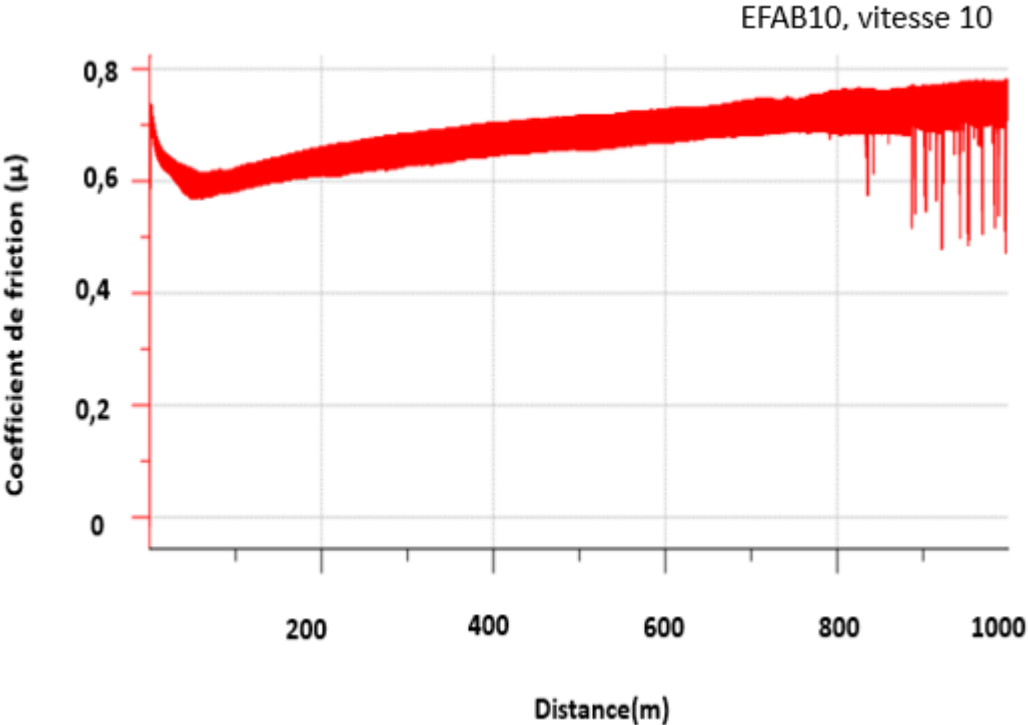


Figure IV.2 : microstructures des composites époxy-5wt% Fe_2AlB_2 (a,b,c)et epoxy-10% Fe_2AlB_2 (d,e)fort grossissement.

IV.4 Comportement tribologique :

IV.4.1 Courbes de frottement :





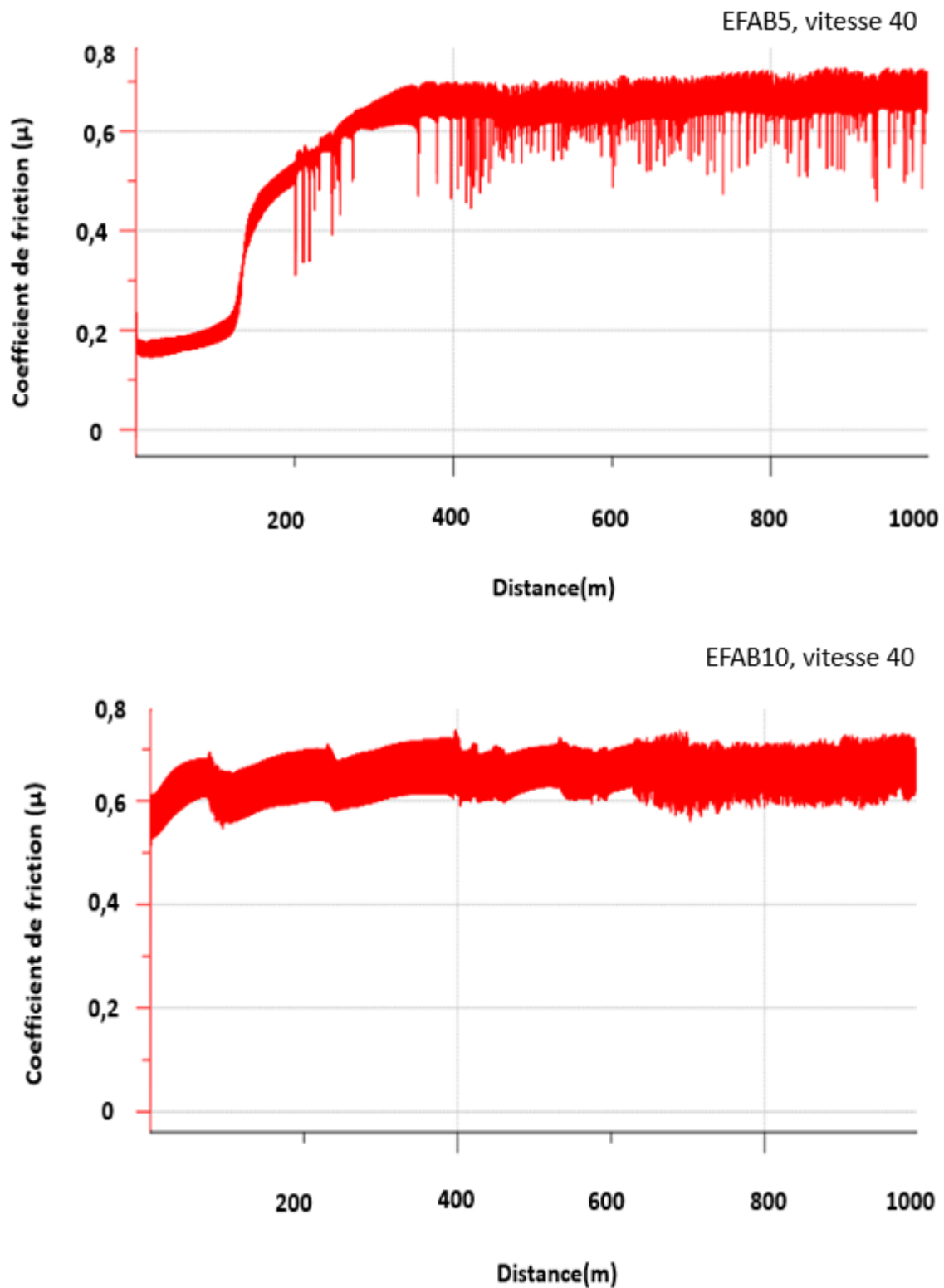


Figure IV.3 : variation de coefficient de frottement en fonction de la distance sous une charge de 5N à une de la vitesse de 10cm/s et 40cm/s

La figure IV.3 représente la courbe du coefficient de friction en fonction de la distance parcourue pour une charge de 5N contre une bille en aciers(100C6), le coefficient de frottement

Chapitre IV : Résultats et discussion

En général l'addition de phase MAB Fe_2AlB_2 a diminué COF ,dans tous les échantillons composite (époxy/ Fe_2AlB_2), la transition du régime I au régime II il s'est produite par 200 m initiaux de glissement à sec . L'ajout de Fe_2AlB_2 dans la matrice époxy de base ou la période de rodage était comparativement plus long ou le COF est de l'ordre de 0.73 pour les trois essais pour une vitesse de glissement de 10cm/min et la même chose pour les échantillons a 40cm/min, par contre concernant le taux d'usure y avait une grande perte de masse sur l'époxy pur et ce taux d'usure diminue avec l'ajout de la phase MAB Fe_2AlB_2 ce qui confirme le caractère lubrifiant de cette phase.

IV.4.2 Expertise de la piste d'usure :

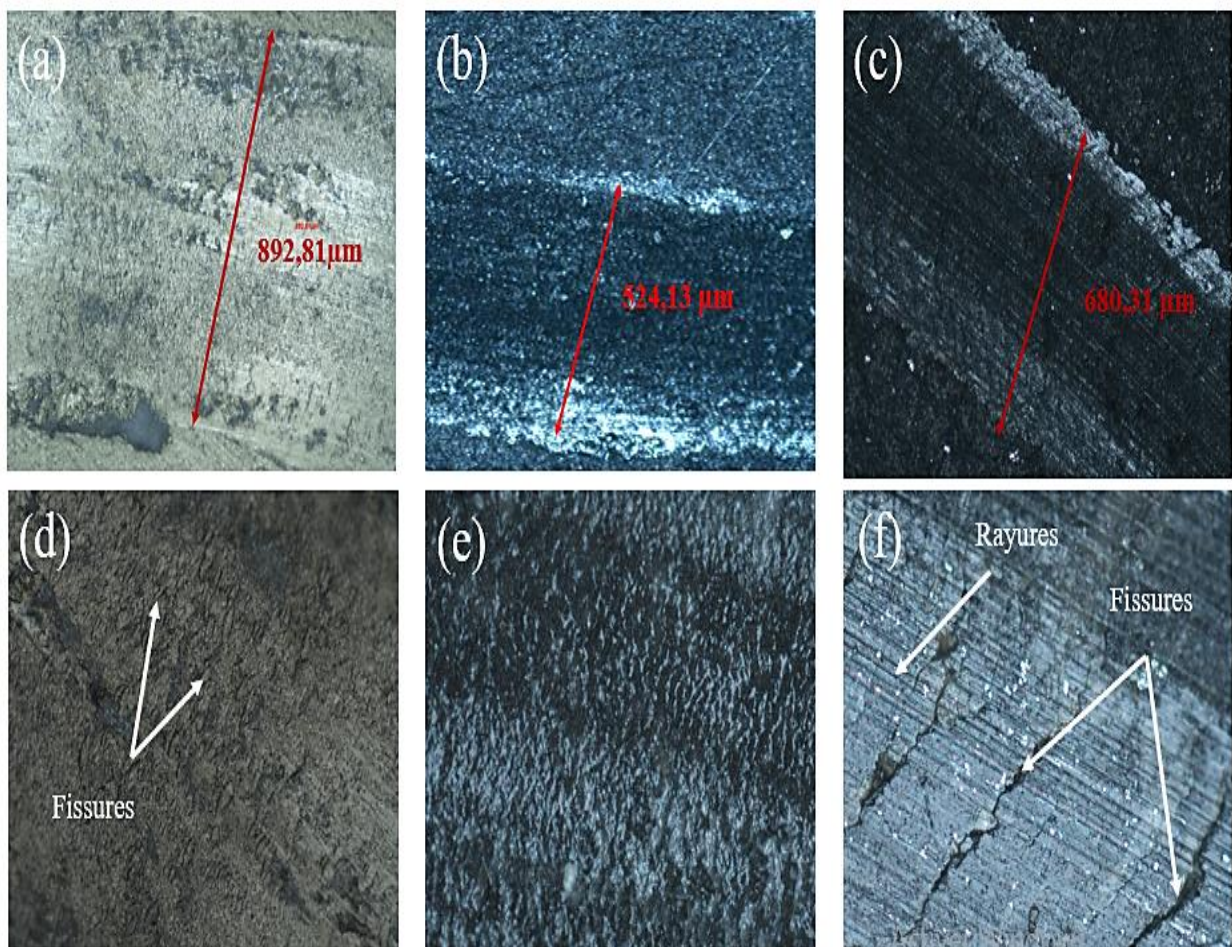


Figure IV.4: Charge 5N, Vitesse 10cm/s, distance 1000m(a-d) EP0(adhésion-fatigue) , (b-e) EFAB5(fatigue déformation) , (c-f) EFAB10(abrasion-fatigue)

la figure IV.4 reprisant L'observation au microscope optique des traces d'usure on remarque dans les échantillons de l'époxy pur l'apparition de micro fissure sur la trace d'usure ce que

Chapitre IV : Résultats et discussion

nous mène à dire que les mécanismes d'usure par fatigue et dominant dans cette test d'usure et cette puce d'usure a une on largeur d'environ 892.81 um et on remarque aussi la présence de tribofilm donc un mécanisme d'adhésion est présente dans cet échantillon ,par contre sur l'échantillon de 5 % de phase MAB Fe_2AlB_2 on remarque que la disparition de tribofilm et l'apparition de certains stries de fatigue donc le mécanisme d'usure par fatigue est dominant. en fin l' échantillon de 10 % de phase MAB Fe_2AlB_2 on remarque des sorte d'un a bourrage sur la puce d'usure qui peut mène à dire que le mécanisme dominant c'est le mécanisme abrasive et ça n'empêche pas sur la figure f de voir quelques stries de fissures c'est que nous confirme la présence de mécanisme d'usure par fatigue dans ce échantillon le mécanisme d'usure dominant abrasion fatigue.

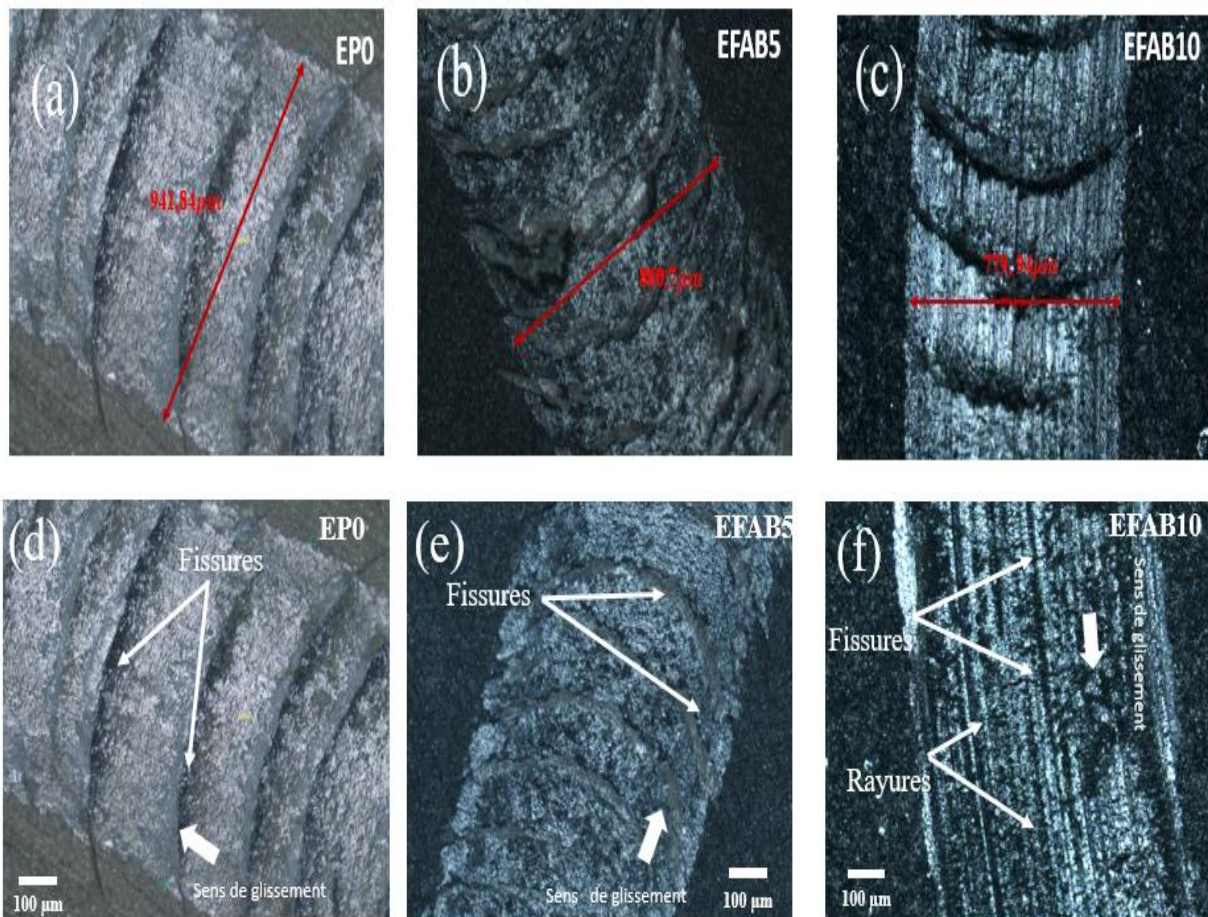


Figure IV.5 : Charge 5N, Vitesse 40cm/s, distance 1000m

(a-d) EPO(Fatigue-déformation wear mécanisme) , (b-e) EFAB5(Fatigue-déformation wear mécanisme) , (c-f) EFAB10(Abrasion -Fatigue wear mécanisme)

la figure IV.4 reprisant L'observation au microscope optique des traces d'usure on remarque dans les échantillons de l'époxy pur l'apparition des fissures sur la trace d'usure ce que nous

Chapitre IV : Résultats et discussion

men à dire que les mécanismes d'usure par fatigue et dominant dans cette test d'usure et cette puce d'usure a une on largeur d'environ 941.84 um ,et pour 5 % de phase MAB Fe_2AlB_2 on remarque la présence de fissures donc le mécanisme d'usure par fatigue. en fin l' échantillon de 10 % de phase MAB Fe_2AlB_2 on remarque la présence de rayures et tribofilm qui peut mène à dire que le mécanisme dans cet échantillon dominant c'est le mécanisme abrasions et fatigue.

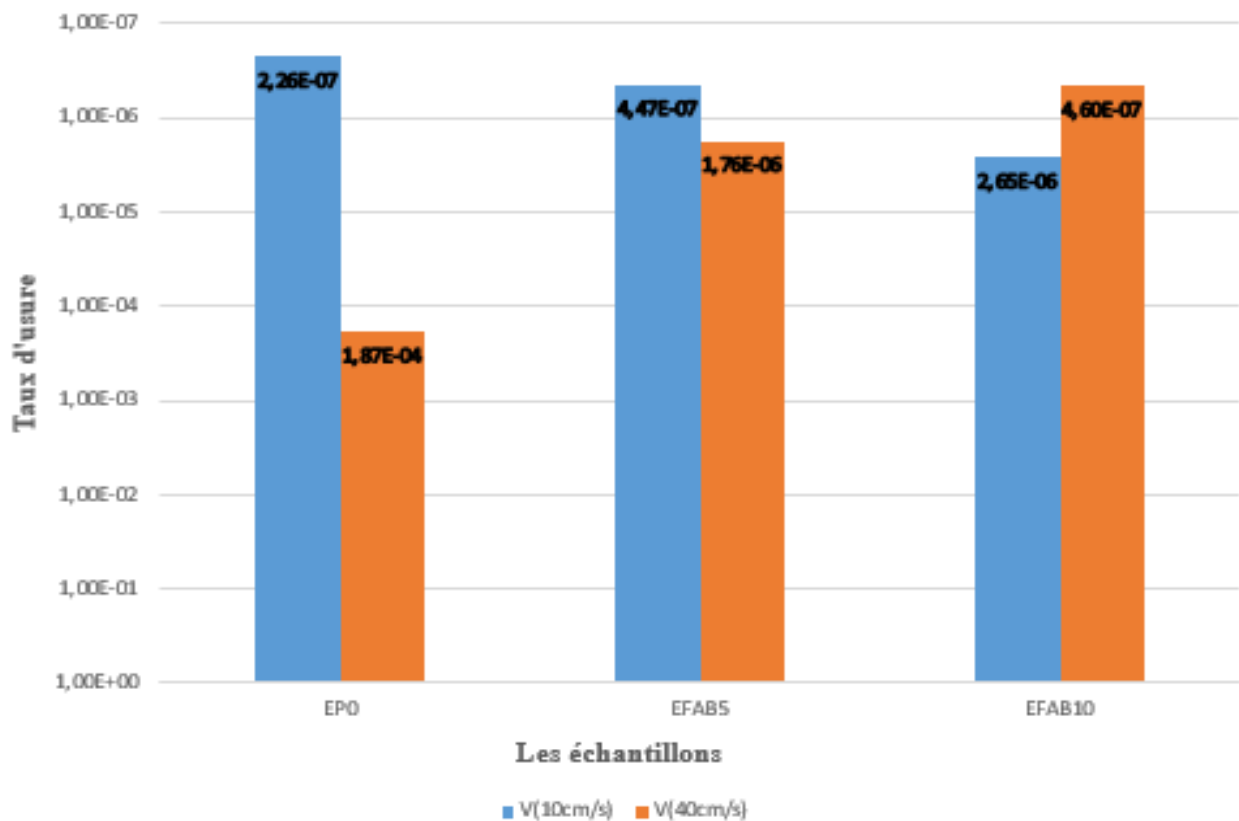


Figure IV.5 : Histogramme de taux d'usure pour les différents échantillons.

$$W = \frac{\Delta m}{\rho X d X f}$$

L'histogramme de taux d'usure représente sur la figure IV.5 ou on remarque que avec l'ajute de Fe_2AlB_2 le taux d'usure diminue progressivement avec un pourcentage plus élevé du renfort cette diminution est probablement dû au caractère lubrifiant de ces phases Fe_2AlB_2 qui jouent le rôle d'un lubrifions solide.

Chapitre IV : Résultats et discussion

EPO :100% époxy

EFAB5 : 5% de Fe_2AlB_2

EFAB10 : 10% de Fe_2AlB_2

Conclusion générale

Conclusion générale

Conclusion

On conclut que le taux d'usure diminue à chaque fois qu'on augmente le pourcentage de Fe₂AlB₂ ce qui entraîne la diminution de la trace d'usure lors de test pion sur disque.

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

Bibliographie

Bibliographies

- [1] Halla F, Thury W. Über boride von Molybdän und Wolfram. *Zeitschrift für Anorg und Allg Chemie*. 1942 Apr;249(3):229–237.
- [2] Rieger W, Nowotny H, Benesovsky F. Über einige Komplexboride von Übergangsmetallen. *Mh Chem*. 1965;96(3):844–851.
- [3] Jeitschko W. Die Kristallstruktur von MoAlB. *Monatshefte für Chemie und verwandte Teile anderer Wissenschaften*. 1966;97(5):1472–1476.
- [4] Zhang Y, Okada S, Atoda T, et al. Synthesis of new compound WAlB using aluminum flux. *J Ceram Ind Assoc*. 1987;95(1100):374–380.
- [5] Yu Y, Lundström T. Crystal growth and structural investigation of the new quaternary compound $\text{Mo}_{1-x}\text{Cr}_x\text{AlB}$ with $x = 0.39$. *J Alloys Compd*. 1995;226(1–2):5–9.
- [6] Okada S, Iizumi K, Kudaka K, et al. Single crystal growth of $(\text{Mo}_x\text{Cr}_{1-x})\text{AlB}$ and $(\text{Mo}_x\text{W}_{1-x})\text{AlB}$ by metal Al solutions and properties of the crystals. *J Solid State Chem*. 1997;133(1):36–43.
- [7] Becher HJ, Krogmann K, Peisker E. Über das ternäre Borid Mn_2AlB_2 . *Zeitschrift für Anorg und Allg Chemie*. 1966;344(3–4):140–147.
- [8] Stadelmaier HH, Burgess RE, Davis HH. The ternary system Fe-Al-B. *Metall*. 1966;20(3):225–226.
- [9] Jeitschko W. The crystal structure of Fe_2AlB_2 . *Acta Crystallogr Sect B Struct Crystallogr Cryst Chem*. 1969;25(1):163–165.
- [10] Chaban NF, Kuz'ma IUB. Ternary systems Cr-Al-B and Mn-Al-B. *Neorg Mater*. 1973;9:1908–1911.
- [11] Ade M, Hillebrecht H. Ternary borides Cr_2AlB_2 , Cr_3AlB_4 , and Cr_4AlB_6 : The first members of the series $(\text{CrB}_2)_n\text{CrAl}$ with $n = 1, 2, 3$ and a Unifying Concept for ternary borides as MAB-phases. *Inorg Chem*. 2015;54(13):6122–6135.
- [12] Barsoum MW. MAX phases properties of machinable ternary carbides and nitrides. 1st ed Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co.; 2013.
- [13] Tan X, Chai P, Thompson CM, et al. Magnetocaloric effect in AlFe_2B_2 : toward magnetic refrigerants from earth-abundant elements. *J Am Chem Soc*. 2013;135 (25):9553–9557.

Bibliographie

- [14] Kota S, Zapata-Solvas E, LyA, et al. Synthesis and characterization of an alumina forming Nanolaminated boride: MoAlB. *Sci Rep.* 2016;6(April):26475.
- [15] Mann DK, Xu J, Mordvinova NE, et al. Electrocatalytic water oxidation over AlFe₂B₂. *Chem Sci.* 2019;10:2796–2804.
- [16] Alameda LT, Holder CF, Fenton JL, et al. Partial etching of Al from MoAlB single crystals to expose catalytically active basal planes for the hydrogen evolution reaction. *Chem Mater.* 2017 Nov;29 (21):8953–8957.
- [17] Alameda LT, Moradifar P, Metzger Z, et al. Topochemical deintercalation of Al from MoAlB: stepwise etching pathway, layered Intergrowth structures, and two-dimensional MBene. *J Am Chem Soc.* 2018;140:8833–8840. jacs.8b04705.
- [18] Zhang H, Dai F-Z, Xiang H, et al. Phase pure and well crystalline Cr₂AlB₂: a key precursor for twodimensional CrB. *J Mater Sci Technol.* 2019;35:1593–1600.
- [20] Generalic, Eni. "Base-centered orthorhombic lattice." *Croatian-English Chemistry Dictionary & Glossary.* 15 Dec. 2015. KTF-Split. 20 Oct. 2016. <<http://glossary.periodni.com>>.
- [21] S. Kota, Y. Chen, J. Wang, S. J. May, M. Radovic, and M. W. Barsoum, "Synthesis and characterization of the atomic laminate Mn₂AlB₂," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 38, no. 16, pp. 5333–5340, 2018.
- [22] S. Okada, K. Kudou, K. Iizumi, K. Kudaka, I. Higashi, and T. Lundström, "Singlecrystal growth and properties of CrB, Cr₃B₄, Cr₂B₃ and CrB₂ from hightemperature aluminum solutions," *J. Cryst. Growth*, vol. 166, no. 1, pp. 429–435, 1996
- [23] M. Ade and H. Hillebrecht, "Ternary Borides Cr₂AlB₂, Cr₃AlB₄, and Cr₄AlB₆: The First Members of the Series (CrB₂)_nCrAl with n = 1, 2, 3 and a Unifying Concept for Ternary Borides as MAB-Phases," *Inorg. Chem.*, vol. 54, no. 13, pp. 6122–6135, Jul. 2015.
- [24] K. Kádas et al., "AlM₂B₂(M = Cr, Mn, Fe, Co, Ni): a group of nanolaminated materials," *J. Phys. Condens. Matter*, vol. 29, no. 15, p. 155402, 2017
- [25] J. Cedervall et al., "Magnetic and mechanical effects of Mn substitutions in AlFe₂B₂," *J. Magn. Mater.*, vol. 482, pp. 54–60, 2019
- [26] J. Liu et al., "Rapid synthesis and characterization of a nanolaminated Fe₂AlB₂ compound," *J. Alloys Compd.*, vol. 766, pp. 488–497, 2018.
- [27] N. Li et al., "Rapid synthesis, electrical, and mechanical properties of polycrystalline Fe₂AlB₂ bulk from elemental powders," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 100, no. 10, pp. 4407–4411, Oct. 2017.

Bibliographie

- [28] Y. Bai et al., “High-temperature mechanical properties and thermal shock behavior of ternary-layered MAB phases Fe_2AlB_2 ,” *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, vol. 80, pp. 151–160, 2019. 51
- [29] L. Xu, O. Shi, C. Liu, D. Zhu, S. Grasso, and C. Hu, “Synthesis, microstructure and properties of MoAlB ceramics,” *Ceram. Int.*, vol. 44, no. 11, pp. 13396–13401, 2018.
- [30] X. Lu, S. Li, W. Zhang, W. Yu, and Y. Zhou, “Thermal shock behavior of a nanolaminated ternary boride: MoAlB ,” *Ceram. Int.*, vol. 45, no. 7, Part B, pp. 9386–9389, 2019.
- [31] A. Benamor et al., “Friction and wear properties of MoAlB against Al_2O_3 and 100Cr6 steel counterparts,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 39, no. 4, pp. 868–877, 2019.
- [32] S. Kota, Y. Chen, J. Wang, S. J. May, M. Radovic, and M. W. Barsoum, “Synthesis and characterization of the atomic laminate Mn_2AlB_2 ,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 38, no. 16, pp. 5333–5340, 2018.
- [33] S. Okada et al., “Single Crystal Growth of $(\text{MoXCr}_{1-X})\text{AlB}$ and $(\text{MoXW}_{1-X})\text{AlB}$ by Metal Al Solutions and Properties of the Crystals,” *J. Solid State Chem.*, vol. 133, no. 1, pp. 36–43, 1997
- [34] S. Kota et al., “Synthesis and Characterization of an Alumina Forming Nanolaminated Boride: MoAlB ,” *Sci. Rep.*, vol. 6, no. 1, p. 26475, 2016
- [35] S. Kota, M. Sokol, and M. W. Barsoum, “A progress report on the MAB phases: atomically laminated, ternary transition metal borides,” *Int. Mater. Rev.*, vol. 0, no. 0, pp. 1–30, 2019.
- [36] “Structure, Bonding, and Defects,” *MAX Phases*. pp. 13–64, 25-Sep-2013 kota et al [37] X. Lu, S. Li, W. Zhang, B. Yao, W. Yu, and Y. Zhou, “Crack healing behavior of a MAB phase: MoAlB ,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 39, no. 14, pp. 4023–4028, 2019.
- [38] S. Li, G. Song, K. Kwakernaak, S. van der Zwaag, and W. G. Sloof, “Multiple crack healing of a Ti_2AlC ceramic,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 32, no. 8, pp. 1813–1820, 2012
- [22] S. Li et al., “Crack healing induced electrical and mechanical properties recovery in a Ti_2SnC ceramic,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 36, no. 1, pp. 25–32, 2016.
- [39] Z. Wang, J. Sun, B. Xu, Y. Liu, P. Ke, and A. Wang, “Reducing the self-healing temperature of Ti_2AlC MAX phase coating by substituting Al with Sn,” *J. Eur. Ceram. Soc.* vol. 40, no. 1, pp. 197–201, 2020.
- [40] S. Li, H. Li, Y. Zhou, and H. Zhai, “Mechanism for abnormal thermal shock behavior of Cr_2AlC ,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 34, no. 5, pp. 1083–1088, 2014.
- [41] Okada S, Kudou K, Iizumi K, et al. Single-crystal growth and properties of CrB , Cr_3B_4 , Cr_2B_3 and CrB_2 from high-temperature aluminum solutions. *J Cryst Growth*. 1996;166(1–

Bibliographie

4):429–435.

[42] Steinitz R, Binder I, Moskowitz D. System Molybdenum-boron and some properties of The Molybdenum-borides. JOM. 1952 Sep;4(9):983– 987.

[43] S. Kota et al., “Elastic properties , thermal stability , and thermodynamic parameters of MoAlB,” vol. 144108, pp. 1–11, 2017.

[44] Didier Bernache - Assollant et Jean - Pierre Bonnet : Frittage : Aspects physicochimique partie 1 : Frittage en phase solide . AF6620 . Techniques de l'ingénieur

[45] Didier Bernache - Assollant et Jean - Pierre Bonnet : Frittage : Aspects physicochimique partie 2 Frittage en phase liquide . AF6621 . Techniques de l'ingénieur .

[46] Source : Tribologie des céramiques , Techniques d'ingénieur .

[47] Alexandra SOUCHET , Comportement tribologique d'une phase MAX : Transition et effets d'échelle sur différents Ti , SiC 2004 , Thèse de l'école centrale de lyon .

[48] Atkinson, H. & Davies, S. Fundamental aspects of hot isostatic pressing: an overview. Metall. Mater. Trans. A 31A, 2981–3000 (2000).

[49] El-Raghy, T. & Barsoum, M. W. Processing and Mechanical Properties of Ti₃SiC₂ : I , Effect of Grain Size and Deformation Temperature. J. Am. Ceram. Soc. 80, 2849–2854 (1999).

[50] M.Fontanille, Y.Gnanou, Chimie et physico-chimie des polymères Ed.Dunod,(2013),Paris .

[51] A.Dessarthe,et al. Plastiques, composites et élastomères dans les industries agro-alimentaires et connexe,Ed.CETIM,1996.

[52] M.Carrega et al. Matière plastique propriétés, mise en forme et application industrielles des matériaux plastiques, Ed.Dunod,(2012),Paris.

[53] M.Medkour, Polymères, synthèse macromoléculaire, Tome I, Office des publications universitaires(1982),Alger.

[54] S.Moua,étude des propriétés thermiques de mélange PVC.....

[55] A.Atmani, Comportement mécanique en traction monotone d'un polymère associé au carbonate de calcium(PEHD)/5502/CACO₃,mémoire de Master, université Badji Mokhtar Annaba(2017).

[56] A.METHIA, M.A.Rezzoug, Etude de la diffusion de l'irganox 1076 dans un polymère

recyclé à base de PEHD,mémoire de Master, université Abderhmane Mira Bejaia(2017).

[57] N.Gumez, préparation et étude de la stabilité thermique des polyuréthanes, université Ferhat Abas Sétif(2012).

Bibliographie

- [58] S.Etienne, L.David,introduction à la physique des polymères,Ed.Dunod(2012),Paris.
- [59] M.Carrega, Aide-mémoire matière plastique ,Ed.Dunod,(2009)Paris.
- [60] J.P.Trignon,et al. Précis matière plastique structure-propriétés, mise en œuvre, normalisation ,Ed.Nathan(1996),Paris.
- [61] Cercle National du Recyclage les emballages plastiques : de la fabrication à la valorisation
- [62] Thèse de doctorat Laarej Merad , Etude par spectroscopie Raman et modélisation d'une résine composite RTM , 31 janvier 2010 à l'université Abou Bakr BLKAID de Tlemcen .
- [63] Thèse de doctorat . Pongtorn PROMBUT , caractérisation de la propagation de délaminage des stratifiés composites multidirectionnels , le 27 septembre 2007 , université Toulouse III Paul Sabatie
- [64] A.Berkouk, étude mécanique et dynamique de composition polymérique à base de PVC,mémoire de Master université Biskra(2019).
- [65] Matériaux composite, Daniel GAY, 6 ème édition
- [66] D.Laouchedi,Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base de résine époxy et charge minérales,mémoire de magister,université de M'hamed Bougara-Boumerdes,(2014)
- [67] A. oussad, H. moali, elaboration et caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de pvc et farine de bois rouge et chêne zeen, memoire de master, universite mouloud mammeri de tizi-ouzou (2017).
- [68] Jérémie AUCHER, Etude comparative du comportement de composites à matrice thermoplastique outhermoturcissable, thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Rouen (2009).
- [69]-élaboration et caractérisation de matériaux composites pour l'aeronautique,soumia koudache,enp2016
- [70] P.E BOURBAN, L.CARISSON, et al.,matériaux composites à matrice organique constituant, procédés , propriétés, presse polytechniques et universitaires Romandes(PPUR) (2004).
- [71] Mémoire de Magister , ARIBI Chouaib , Etude comparative du des différents matériaux composites (différentes matrices) , université M'Hamed BOUGARA Boumerdes , 2011/2012 .
- [72] GLOSSAIRE DES MATERIAUX COMPOSITES CARMA Actualisation octobre 2006 1121
- [73] les polymères composites, cours de MDCII, unversité Sétif-1-.
- [74] C.BARRERE et F.DAL MASO, résine époxy réticulées par des polyamines : structure et

Bibliographie

propriétés, revue de l'institut du pétrole , vol.52,N°3,mai-juin 1997 France.

[75] P. BARDONNET, Propriétés des résines époxydes Résines époxydes (EP) -Composants et propriétés, Réf : A3465 v1,10 août 1992.

[76] Mémoire de fin d'étude d'ingénieur d'état en Aéronautique . Mr. ANTRI Abdallah et Mr. BENKHEDIMALLAH Mehdi . Analyse de la densité de fissuration dans les matériaux composites Stratifiés croisés 0m 90nis , UNIVERSITE SAAD DAHLEB -BLIDA 2009/2010.

[78] Nesrine Hentati, Matériaux composites à matrice organique pour garnitures de frein : analyse des liens entre le procédé d'élaboration, la microstructure, les propriétés et le comportement tribologique : analyse des liens entre le procédé d'élaboration, la microstructure, les propriétés et le comportement tribologique, thèse de doctorat, école centrale de Lille (2014).

[79] Jacques CINQUIN, Les composites en aérospatiale, technique de l'ingénieur (2002), Réf : AM5645 v1.

[80] Patrick PARNEIX, Dominique LUCAS, Les structures composites en construction navale militaire (2000), Réf : AM5665 v1.

[81] Jean LUYCKX, Composites à fibres de carbone dans le génie civil, technique de l'ingénieur (1999), Réf : AM5620 v1.

[82] Maurice REYNE ,Les composites dans les sports et les loisirs, Date de publication : 10 juil. 1998 ,Réf : AM5630 v1.

[83] J.Denape , J.Y.P .. P. Stempfle , Tribologie dans les transports , de l'analyse à l'échelle du contact à la fiabilité des systèmes mécanique . 2006 : Presse Polytechnique et Universitaires de Romandes

[84] Source : Tribologie des céramiques , Techniques d'ingénieur .

[85] Denape . J.Y.P. , P. Stempfle , Tribologie dans les transports , de l'analyse à l'échelle du contact à la fiabilité des systèmes mécanique . 2006 : Presse Polytechnique et Universitaires Romandes .

[86] Avel . J .. Lubrifiants pour moteurs thermiques Techniques de l'ingénieur BM 2750 .

[87] Martin , J. - M .. Etude du mecanisme d'action d'un additif anti - usure en régime delubrification Imite Aspects chimiques dans le cas des organodathosphates métalliques .

1978. These del Université Claude Bemard - Lyon I Lyon

[88] G. W. Suchowiak . A. W Batchelor , Engineering Tribology BH (Butterworth Heinemann) . 2001 [89] Source Engineering tribology . GW . Stachowiak . A. W. Batchelor , Butterworth Heinemann

[90] Khorramian , B.A. et al Review of antiwcar additives for crankcase oils . Wear . 1993.169

Bibliographie

(1) : p . 87-95

[91] Sheasty J.S.T.A. Caughlin , and J1 Habech . Observation of the antiwear activity ofzine dhaikyldithophosphate additives . Wear 1991 150 (1-2) p . 247-257

[92] Colombi, P., Zanola, P., Bontempi, E. & Depero, L. E. Modeling of glancing incidence X-ray for depth profiling of thin layers. Spectrochim. Acta - Part B At. Spectrosc. 62, 554–557 (2007).

[93] Thibault, S. Modifications des propriétés physico-chimiques et de la microstructure de 156 l'aluminium après nitruration par implantation d'ions multichargés. Thèse Dr. Univ. CAEN (2009).