



UNIVERSITE SAAD DAHLEB BLIDA 1
FACULTE DE TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT MECANIQUE

Pour l'obtention du diplôme de Master
Ingénierie des matières et des surfaces

Thème

**Élaboration de la phase Cr_2AlC par la méthode des
*Sels en fusion et application en soudage FSW.***

Promoteur :

Dr. Benamor Abdessabour

Réaliser Par:

Teggar Housseem

Bekdouche Nadia

2021/2022

Dédicace

Je dédie ce modeste travail à mes parents qui m'ont apporté un soutien inconditionnel, merci de me soutenir et m'épauler pour que je puisse atteindre mes objectifs. Merci pour le soutien financier et moral, si je suis ici aujourd'hui c'est grâce à vous.

A ma très cher sœur FARIZA qui est ma deuxième maman et son mari SAID qui est un vrai frère que j'admire beaucoup, A mon très cher frère MOHAMMED, A mon très cher frère HAKIM et sa femme SAMIA, et que ma joie est incomplète sans leur présence, et a toute ma famille qui sont une source de joie et de bonheur, qui m'ont toujours soutenu et encouragé durant mes années d'étude.

A ma sœur KAHINA qui nous a quittée très tôt.

A mon ami AMAR qui m'a beaucoup aidé.

A ma très chère voisine KENZA avec qui j'ai partagé mon enfance.

A mes très chères meilleures amies :

MASSILIA, SIHEM, SARA que j'ai rencontrées dès ma première année qui sont devenues de vraies sœurs par suite, A SAMIA, KAMILIA, OUIZA, NAWEL, DIHIA.

A NOUSSAIBA ma chère amie qui est toujours là pour moi, t'es un bonheur, merci pour ton soutien durant mes années d'études.

Et bien sûr le meilleur pour la fin A HOUDA, ALIA, HABIBA chanceuse de vous rencontrer, vous êtes de vraies sœurs merci pour les bons moments que nous avons eus ensemble

A mes camarades de promotion.

A mon binôme HOUSSEM.

BEKDOUCHE Nadia.

Dédicace

Je dédier ce modeste travail à ma famille qui s'est intéressée à mes études et à mes travaux de thèse.

Merci également à mes parents, A mon père qui m'a soutenu corps et âme durant tout mon parcours

Universitaire, A ma mère qui a toujours veillé à ce que je ne manque de rien et qui m'ont toujours soutenue tout au long de ma scolarité, Sans eux, je n'aurais probablement pas pu arriver à ce niveau d'étude.

A mon binôme Nadia.

HOUSSEMTeggar.

Remerciements

Nous remercions au premier lieu, le BON DIEU tout puissant de nous avoir donné le courage, la force pour élaborer ce travail.

Nos chers parents de nous avoir aidé pour arriver au terme de ce travail qui est le fruit de plusieurs années.

Ce travail ne serait pas aussi riche et n'aurait pas pu voir le jour sans l'aide et l'encadrement de Monsieur ABDESSABOUR BENAMOR, On le remercie pour la qualité de son encadrement exceptionnel, pour sa patience, et sa confiance, ses remarques et ses conseils, sa rigueur et sa disponibilité durant notre préparation de ce mémoire. Qu'il trouve ici le témoignage de notre profonde gratitude.

Nous adressons nos sincères remerciements au personnel de laboratoire L.E.R.T.I : MR HEDDAD, MR HAJI, MR CHIKER, Madame HIBBA... en particulier le professeur HAJI qui est le directeur de laboratoire.

Nous remercions également les enseignants de génie mécanique, qui ont contribué à notre formation.

On voudrait également remercier les membres du jury pour avoir accepté d'évaluer ce travail.

Enfin, Merci à toute personne ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail et d'avoir participé à faire de ces années, une expérience inoubliable et heureuse.

Abstract:

In this master's thesis, we studied the synthesis of Cr₂AlC MAX phase by the molten salt shielded synthesis method. Varying the temperature from 900°C up to 1200°C with a holding time of 1 hour, and 5°C/min heating rate revealed the KCl to be the best salt medium. Nearly pure Cr₂AlC phase was obtained at 1000°C for one hour holding time. The obtained powder was then used as reinforcing particulates in FSW (Friction Stir Welding) of two 2024-T3 aluminum sheets. The effect of tool rotation speed on the Cr₂AlC particles distribution inside the Al matrix was studied. Microstructural analysis revealed the effect of rotation speed on different metallurgical areas, and on the distribution of Cr₂AlC inside Al. The optimum configurationally parameters to have a free-defect welds are 1400 rpm and 8mm/min transverse speed.

سيرة ذاتية:

في اطروحة الماستر هذه ، درسنا تخليق مرحلة Cr₂AlC MAX بطريقة التوليف المحمي بالملح المنصهر. ان تغيير درجة الحرارة من 900 درجة مئوية الى 1200 درجة مئوية مع زمن احتجاز لمدة ساعة واحدة، و معدل تسخين 5 درجات مئوية/دقيقة أظهر أن KCl هو أفضل وسط ملحي. تم الحصول على طور Cr₂AlC النقي تقريبا عند 1000 درجة مئوية لمدة ساعة واحدة. تم بعد ذلك استخدام المسحوق الناتج كجسيمات تقوية في FSW (لحام ضجة الاحتكاك) لصفحتين من الالومنيوم T3-2024. تمت دراسة تأثير سرعة دوران الأداة على توزيع جسيمات Cr₂AlC داخل المصفوفة. كشفت تحليل البنية المجهرية عن تأثير سرعة التجفيف في المناطق المعدنية المختلفة ، وعلى توزيع Cr₂AlC داخل Al. الضوابط التكوينية المثلى للحصول على لحامات خالية من العيوب هي 1400 دورة في الدقيقة و سرعة عرضية 8 مم/دقيقة.

Résumé :

Dans ce mémoire, nous avons étudié la synthèse de la phase MAX Cr₂AlC par la méthode des sels en fusion, en utilisant deux sels différents (le chlorure de potassium KCl et le chlorure de sodium Na Cl). L'effet de la température de synthèse a été étudié allant de 900°C à 1200°C avec un taux de chauffage de 5°C/min et un temps de maintien d'une heure. La comparaison entre les deux sels a montré une bonne synthèse obtenue avec le KCl avec moins d'impureté à une température d'une heure de maintien. La phase Cr₂AlC obtenue avec ce dernier paramètre d'élaboration, a été appliqué dans un processus de soudage par friction malaxage (FSW : Friction Stir Welding) de deux tôles d'aluminium 2024-T3. L'effet de la vitesse de rotation de l'outil de soudage a été étudié sur la distribution de la phase Cr₂AlC dans les joints soudés. Les micrographies ont montré une bonne intégration de la phase Cr₂AlC lors du soudage. L'effet de la vitesse de rotation sur les différentes zones métallographique du soudage ont été interprétés et présentés ; ainsi, sur la distribution du renfort particuliers (Cr₂AlC) dans la zone malaxé. La vitesse de rotation 1400 tour/min a été la plus adéquate pour des joints soudés sans défauts microstructuraux.

LISTE DES FIGURES

LISTE DES FIGURES

Figure 1-1: Example of crystal structure and stacking sequence of MAX phases a) 523 Ti ₅ Al ₂ C ₃ , b) 312 Ti ₃ AlC ₂ , and c) 211 Ti ₂ AlC, with M = Ti, A = Al, et X=C	5
Figure 1-2 : (a) Structures cristallines des phases MAX ou n=1, 2, ou 3. Les atomes de l'élément M (en rouge), X (en noir) et A (en bleu). (b) L'empilement des couches atomiques des phases	7
Figure 1-3 : Images SEM de la structure en couches caractéristique et la réaction mécanique de Ti ₂ AlC, Cr ₂ AlC, Ti ₃ SiC ₂ et Ti ₃ AlC ₂	8
Figure 1-4 : (a) les pics de diffraction des rayons X, aux températures suivantes (a-500°C, b-700°C, c-850°C, d-1000°C, e-1200°C, et f-1250°C). (b) l'analyse DSC jusqu'à une température de 1250°C, avec un taux de chauffage de 5°C/min	12
Figure 1-5 : Synthèse de la phase MAX Ti ₃ AlC ₂ assisté par le NaCl atmosphère inerte à 900°C, 950°C, 970°C, et à 1000°C. (a) diffraction des rayons X, (b) imagerie MEB des poudres synthétisées.....	13
Figure 1-6 : Schéma explicatif de la méthode suivis par Dash <i>et al</i>	15
Figure 2-1 : Proportion des différents matériaux utilisés dans la conception des avions Airbus A340/330	21
Figure 2-2 : Durcissement de l'alliage AL-Cu-Mg (4%Cu) pour des températures proches de l'ambiante	25
Figure 2-3 : Diagramme ternaire AL-Cu-Mg(ASM73).....	26
Figure 3-1 : Représentation schématique des plaques et de l'outil de soudage	32
Figure 3-2 : Procédé de soudage sur le banc d'essai	33
Figure 3-4 : Métallographie démontrant l'asymétrie entre le côté avançant et le côté reculant	33
Figure 3-5 : Plaque soudées après le retrait des extrémités et un usinage de surface	35
Figure 3-6 : Différentes géométries d'épaulement (6)	36
Figure 3-7 : Type classique d'outil du TWI (4).....	36
Figure 3-8 : Machine typique pour le soudage par friction malaxage (4)	38
Figure 3-9 : Coupe transversale d'une soudure asymétrique de 6.35 mm représentant les zones typiques du soudage.....	41
Figure 3-10 : Microstructure de l'aluminium Al2024-T3 après soudage par friction malaxage.....	42
Figure 3-11 : Microstructure de l'aluminium Al2024-T3 après soudage par friction malaxage.....	43

LISTE DES FIGURES

Figure 3-12 : Profil de dureté mesure expérimentalement pour un rapport de vitesse (rotation /translation).....	44
Figure 3-13 : Diagramme de phase d'un alliage ternaire AlCuMg	45
Figure 3-14 : Image de zone GPB par cliché de diffraction associé.....	46
Figure 3-15 : Diagramme DSC d'un AL-Cu-Mg après mise en solution	46
Figure 3-16 : Image des précipitées S'en HREM et cliché de diffraction associé, AL-Cu-Mg 500h à 150°C (pic de dureté)	47
Figure 3-17 : Précipitées d'un alliage, AL-Cu-Mg vieilli 7 jours à 190°C (champ sombre)	47
Figure 3-18 : Structure cristallographique de la phase S' et S (Mondolfon1976).....	48
Figure 3-19 : Evolution de la dureté en fonction du temps pour différentes températures	49
Figure 3-20 : Evolution de la conductivité électrique en fonction du temps. Echantillon recuit après remise en solution (carré), essais de torsion à chaud (triangles), échantillon extrudé puis recuit (rend)	49
Figure 3-21 : Représentation semi-quantitative de l'interaction entre la précipitation et la recristallisation (Jones 2003)	51
Figure 3-22 : Figure montrant le Fed Friction Stir Technologie	52
Figure 3-23 : Principe du FFS démontrée par abdollahzadeh et al.....	53
Figure 3-24 : Images MEB d'un alliage 6061 soude et renforcée par FFS / 5% massique SiC et 10% massique TiB2	54
Figure 4-1: Effet des renforts : SiC et TiB2 sur la micro-dureté des joints soudés d'un alliage 6061	55
Figure 4-2: Profils de micro-dureté le long de la section transversale de FSW à un et à plusieurs passages spécimens avec et sans SiC (CS, SP5, MP1, MP2, spécimens MP3)...	58
Figure 4-3: Poudres utilisées pour la synthèse du Cr ₂ AlC	62
Figure 4-4: Balance analytique de précision ADAM.....	63
Figure 4-5: Mortier et pilon.....	63
Figure 4-6: Poudre homogénéisée.....	64
Figure 4-7: La pastilleuse utilisé	65
Figure 4-8 : Compacteurs de l'atelier capacité maximale 50 tonnes.....	65
Figure 4-9 : La pastille entourée par le sel dans le dispositif.....	66
Figure 4-10 : Une pastille encapsulée avec l'un de nos sels	66
Figure 4-11 : Une capsule entourée par le KCl.....	67

LISTE DES FIGURES

Figure 4-12 : Un four à moufle (NABERTHERM B180).....	68
Figure 4-13: L'enlèvement du sel	69
Figure 4-14 : Represente les etapes de filtration	69
Figure 4-15: Les échantillons filtré dan l'étuve MEMMERT	70
Figure 4-16: Echantillon Cr ₂ AlC après séchage	71
Figure 4-17: Tôle d'aluminium 2024.....	71
Figure 4-18 : Découpage de tôle d'aluminium 2024.....	72
Figure 4-19 : Fraiseuse universel 250*1000.....	73
Figure 4-20 :Procédure de bridage	74
Figure 4-21 :Estimation du vide entre les plaques.....	75
Figure 4-22:Addition du renfort en ceramiques (eutectique+Cr ₂ AlC)	75
Figure 4-23 :Des échantillons du 2024-T3 après FSW	77
Figure 4-24 :Preparation d'onrobage et des support en résine.....	79
Figure 5-1 : mesurèrent des acides pour la préparation du Keller	80
Figure 5-2 : préparation du killer pour l'attaque chimique	81
Figure 5-3 : Diffraction des rayons X de la phase Cr ₂ AlC synthétisé dans un bain de NaCl sous différentes températures de synthèses (Noir : 900°C, rouge : 1000°C, bleu : 1100°C et vert : 1200°C).....	84
Figure 5-4 : Diffraction des rayons X de la phase Cr ₂ AlC synthétisé dans un bain de KCL sous différentes températures de synthèses (Noir : 900°C, rouge : 1000°C, bleu : 1100°C et vert : 1200°C).....	85
Figure 5-5:microstructure du métal de base 2024.....	86
Figure 5-6:Microstructure d'un joint soudé par FSW sans ajout du renfort Cr ₂ AlC, avec une vitesse de rotation Vr= 1120 tr/min, et une vitesse d'avance Va= 8mm.....	87
Figure 5-7 : microstructure de la zone non affecte du joint soudée (métal de base).....	88
Figure 5-8: Microstructure d'un joint soudé (le noyau) par FSW sans ajout du renfort Cr ₂ AlC, avec une vitesse de rotation Vr= 1120 tr/min, et une vitesse d'avance Va= 8mm.....	89

LISTE DES FIGURES

Figure 5-9: Microstructure d'un joint soudé (la zone affectée thermiquement) par FSW sans ajout du renfort Cr2AlC, avec une vitesse de rotation $V_r= 1120$ tr/min, et une vitesse d'avance $V_a= 8$ mm.....	90
Figure 5-10 : Vue panoramique d'une microstructure d'un joint soudé par FSW avec ajout du renfort Cr2AlC, avec une vitesse de rotation $V_r= 1400$ tr/min, et une vitesse d'avance $V_a= 8$ mm.....	90
Figure 5-11 : Interface entre le joint soudé (AA2024/Cr2AlC) et la zone non malaxée (AA2024) d'un joint soudé par FSW avec ajout du renfort Cr2AlC, avec une vitesse de rotation $V_r= 1400$ tr/min, et une vitesse d'avance $V_a= 8$ mm.....	91
Figure 5-12:Partie inférieur du joint soudé (AA2024/Cr2AlC) par FSW avec ajout du renfort Cr2AlC, avec une vitesse de rotation $V_r= 1400$ tr/min, et une vitesse d'avance $V_a= 8$ mm.....	92
Figure 5-13:Vue panoramique d'une microstructure d'un joint soudé par FSW avec ajout du renfort Cr2AlC, avec une vitesse de rotation $V_r= 1120$ tr/min, et une vitesse d'avance $V_a= 8$ mm.....	93
Figure 5-14 :Grossissement du carré rouge représenté dans la figure 5-12.....	93
Figure 5-15 : Partie inférieur du joint soudé 2024-Cr2AlC ($V_r=1120$ tr/min, $V_a= 8$ mm/min). Zone du noyau.....	94

LISTE DES FIGURES

LISTE DES TABLEAUX

LISTE DED TABLEAUX

Tableau 2-1 Proprietes physic-chimique de l'aluminium	18
Tableau 2-2 designation des alliages d'aluminium	19
Tableau 2-3Composition chimique (%massique) de l'alliage 2024	24
Tableau 2-4 Propriétés mécaniques typiques de l'alliage 2024 (Rm,Rp0.2 et A sont des données obtenues à l'aide d'essais de tracction	29
Tableau 4-1 : conditions tribologiques utilisés pour les trois systèmes composites.....	61

TABLE DES MATIERES

TABLE DES MATIERES

Introduction générale	2
CHAPITRE I : PHASES MAX	
Introduction	5
1.2 Définition et historique	6
1.3 La structure cristalline	6
1.4 Liaisons atomiques	7
1.5 Les propriétés des phases MAX	8
1.5.1 Propriétés mécaniques	8
1-5-2 Les propriétés thermiques	10
1-5-3 Propriétés tribologiques	10
1-5-4 Les propriétés thermiques	11
1-5-5 Les propriétés électriques	11
Conclusion	16
CHAPITRE II : LES ALLIAGES D'ALUMINIUM	
Introduction	18
2 L'aluminium et ses alliages	18
2.1 Propriétés physico-chimiques de l'aluminium	18
2.2 Désignation numérique	19
2.3 Signification des désignations	19
2.4. Etats métallurgiques	20
2.4.1. Etats fondamentaux	20
3. Alliages de la série 2000	21
1-microstructure et propriétés mécaniques	21
I.1. Les alliages d'aluminium Al-Cu	22
I.1.1. Propriétés générales	22
I.1.2. Durcissement structural	23
I.2. L'alliage d'aluminium 2024 T3	24
I.2.1. Microstructure de l'alliage	25
I.2.2. Propriétés mécaniques	29

TABLE DES MATIERES

CHAPITRE III : LE SOUDAGE PAR FRICTION MALAXAGE(FSW).

Introduction	31
1.1 Paramètres du soudage par friction malaxage	35
1.1.1 : Outils de soudage	36
1.2 : Mécanismes physiques du procédé et microstructure	38
1.2.2 Écoulement du matériau	39
1.2.3 Microstructure	39
B : Précipitation homogène dans l'alliage 2024	44
B-1 Phases d'équilibre	44
b-2 précipités initialement présents dans l'alliage 2024 t3	45
A : Formation des zone GPB , B : dissolution des zone GPB , C : Dissolution des zone GPB2 OU S'', D : Formation de la phase S'(S) et E : Dissolution de la phase S'(S) (Jena 1989)....	47
B-3 Précipités initialement présents dans l'alliage 2024 T6	47
S'(S). Le pic D est donc associé à la précipitation de la phase S'(S) et le pic E à sa dissolution.	
B-3-1 Structures cristallographiques des phases S' et S	47
D : Interactions précipitation, déformation, recristallisation	48
D-1 Influence des dislocations sur la cinétique de précipitation	48
D-2 Interaction entre la restauration et la précipitation	50
D-3 Interaction entre la précipitation et la recristallisation	50
D-4 Synthèse	51
3.2.1.2. Effet du nombre de passages de TQF sur la micro-dureté de FSWed échantillons..	57
Conclusion	59
CHAPITRE IV : PARTIE EXPERIMENTAL	
Introduction	61
3.2 Elaboration	61
3.3 Mode opératoire	61
3.3.1 Pesage	62
3.3.2 Broyage	63
3.3.3 Compactage	64
3.3.4 L'encapsulation	65

TABLE DES MATIERES

3.3.5 Frittage	67
3.3.6 Récupération des poudres	69
3.3.7 Filtration	69
3.3.8 Rinçage	70
1 choix de matériaux	71
2 Découpage de la tôle	72
3 PROCEDURES EXPERIMENTALES	72
4 Paramètres opératoires du soudage SFM.....	73
4-1 Déroulement du soudage	73
4-2 Bridage	74
4.2 Paramètres utilisés	74
5-Mise en solution	77
6-Caractérisation de la soudure	78
7- Microscopie optique	78
7-1-Enrobage	78
7-2- Pré-polissage et polissage de finition	79
7-3- L'attaque chimique	80
7-4-Microscopie optique	81
8- Méthodes d'essais mécaniques	81
8- Essai de micro-dureté	82
Chapitre V:	
Introduction	84

CHAPITRE I

PHASES MAX

CHAPITRE I: PHASES MAX

Introduction :

Les phases MAX représentent un grand groupe de couches ternaires en carbure et en nitrure composés. Leur formule générale est $M_{n+1}AX_n$, où $n = 1-3$, M est un métal de transition, A est un élément du groupe A, et X est soit du carbone, soit de l'azote.

Les phases MAX combinent les propriétés des métaux (bonne conductivité électrique et thermique, usinabilité, faible dureté, résistance aux chocs thermiques, et tolérance aux endommagements) avec celles de la céramique (module élastique élevé, résistance à haute température à l'oxydation et à la corrosion).

Les publications sur les phases MAX ont considérablement augmenté ces dernières années. Un développement tardif a l'intérêt accru pour les phases MAX est la possibilité par laquelle ceux-ci peuvent être sélectivement gravés au MXE en supprimant l'élément du groupe A. Dans une vue d'optimiser les propriétés pour des applications prospectives, les protocoles de certaines des phases MAX de carbure et de nitrure les plus courantes sont revus. Caractérisation de leurs propriétés physiques, mécaniques et de corrosion/les propriétés d'oxydation sont également discutées. Les développements récents ont révélé le potentiel d'une application pratique ultérieure et ont conduit à des stratégies pour synthétiser de nouvelles phases MAX en utilisant le frittage sans pression, frittage au plasma par étincelles ou voies de sels fondus.

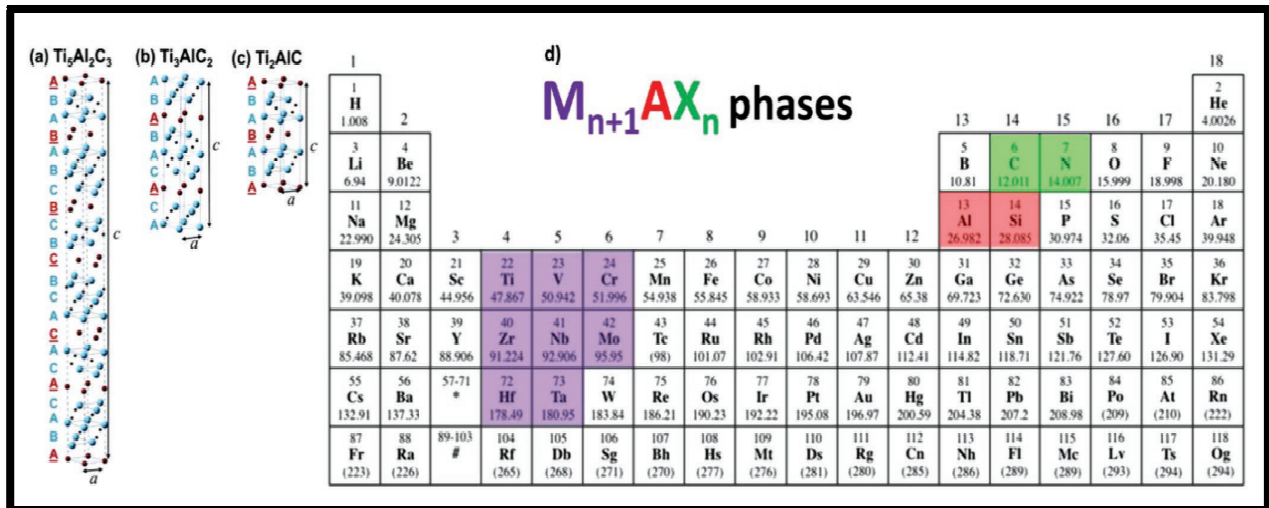


Figure 1: Example of crystal structure and stacking sequence of MAX phases a) $523 \text{ Ti}_5\text{Al}_2\text{C}_3$, b) $312 \text{ Ti}_3\text{AlC}_2$, and c) $211 \text{ Ti}_2\text{AlC}$, with $M = \text{Ti}$, $A = \text{Al}$, et $X = \text{C}$

1.2 Définition et historique :

La scène MAX a deux histoires ; la première remonte aux années 60 (1960) Jeitchko et Nowotny et ses coéquipiers ont pu synthétiser jusqu'à 100 le nouveau stade est appelé stade de Hagg ou stade H [1], [2], [3]. Cependant ils a l'époque, il n'attirait pas l'attention de la communauté scientifique. ça dépend en 1997, ou M. W. Barsoum et son groupe de recherche [4], à l'Université de Drexel, US, capable de passer la synthèse HP, étape MAX pressée à chaud Ti_3SiC_2 en vrac. La caractérisation de cette étape a révélé un ensemble de caractéristiques intéressantes qui ont attiré l'attention de la communauté scientifique. A ce jour, seulement environ 5000 articles ont été trouvés dans la littérature phase Ti_3SiC_2 . Aujourd'hui, il y a des dizaines de matériaux 2D nouvellement signalés, du graphène monoélémentaire[5] ou des pnictogènes en couches[6], Plaques 2D comportant plusieurs éléments, tels que le métal de transition dichalcogénides[7] ou trichalcogénides phosphoreux métalliques. [8]

Ces matériaux ont en commun qu'à l'intérieur de la même couche, les atomes sont liés par covalence et à leur tour l'individu feuilles sont faiblement empilés par van der Waals forces. Ils peuvent être exfolié de masse en feuilles individuelles par différents haut-vers le bas méthodes, dont les feuilles 2D montrent un écart de bande électronique, optique, catalytique et des propriétés électrochimique. [9,10] Il est curieux de noter que la majorité de ces matériaux 2D actuels sont, en fait, upcycles. Regard en arrière le graphène monocouche a été cultivé dans les années 1960[11] quelques couches MoS_2 dans les années 1980, [12] et le phosphore noir en couches a été le premier préparé en 1914.

1.3 La structure cristalline :

La phase $\text{M}_{n+1}\text{AX}_n$ ou (phase max) est une phase en couches avec un réseau Hexagones dans le groupe spatial $P63/mmc$. La figure 1.2 a montré trois Structures possibles pour les phases MAX ou $n = 1, 2$ ou 3 . Les atomes de l'élément M (dans Rouge) forment un octaèdre groupé M_6X avec l'atome X au milieu. Ses groupes sont séparés par des couches monoatomiques d'atomes Empilement de la couche atomique de l'élément A. La phase MAX est plus claire Sur la figure 2b, on peut bien définir le nombre n qui compose sa formule Chimique [13].

1.4 Liaisons atomiques :

La phase MAX représente trois types de liaisons atomiques, à savoir : Covalent, ionique et métallique. Différences structurelles La cristallographie et la densité des liaisons atomiques font une différence Propriétés telles que : Conductivité, Rigidité, dureté, Comportement Tribologie, etc.

- Liaison covalente : est la liaison la plus forte dans la structure cristalline Phase MAX, qui apparaît comme une liaison entre les atomes M et X.
- Liaison ionique : dans les céramiques telles que TiC et TiN, il a été démontré A. Neckel [14] On ne trouvera jamais de céramique avec 100 % de propriétés covalent. Donc, évidemment, les blocs M-X forment également un lien ion. D'autre part, on suppose également que la liaison entre les atomes M-A est propriétés ioniques. Les obligations M-A sont des obligations faibles par rapport aux obligationscovalent M-X, donnant à la phase MAX des propriétés anisotropes [15].
- Liaisons métalliques : elles existent dans la phase MAX entre les atomes M-M, qui est généralement responsable d'une bonne conductivité et La température de la phase MAX [16].

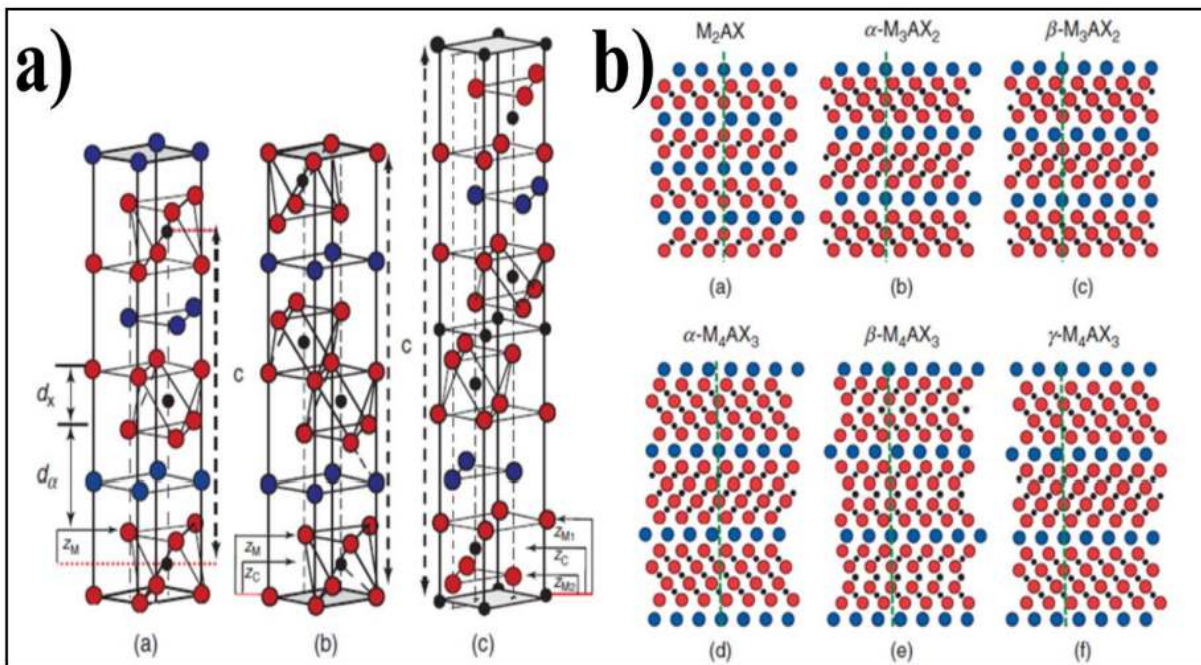


Figure 2 : (a) Structures cristallines des phases MAX ou $n=1, 2,$ ou 3 . Les atomes de l'élément M (en rouge), X (en noir) et A (en bleu). (b) L'empilement des couches atomiques des phases [16].

1.5 Les propriétés des phases MAX :

Les phases MAX ont plusieurs similitudes avec leurs phases MX correspondantes, plus certaines propriétés des métaux usuels. Ce qui fait leurs particularités.

1.5.1 Propriétés mécaniques :

La réponse mécanique des phases MAX a été en grande partie exploré, et est probablement la propriété la plus intrigante. En règle générale, les solides en couches ne présentent pas les cinq glissements indépendants systèmes nécessaires à la ductilité.[17] Toutefois, dans les phases MAX les dislocations du plan basal (DBP) sont abondantes, mobiles et peuvent se multiplier à température ambiante. Le fait de confiner les dislocations aux plans basaux provoque la formation de bandes de plis (Kink Band), une caractéristique des phases MAX (Figure 3). Des mécanismes ont été acceptés pour décrire la réponse mécanique, mais un nouveau mécanisme référencé comme étant des points d'ondulation a récemment été proposé et a généré débat dans la communauté[18]. Contrairement aux bouleversements, ripplifications n'ont pas de vecteur Burgers et pas de polarité, mais sont basés sur le flambage des surfaces à Van der Waals couches.[19],[20],[21] Les phases MAX présentent un module Young élevé avec des valeurs autour de 300 GPa, mais sont relativement doux avec dureté entre 3 et 7 GPa.

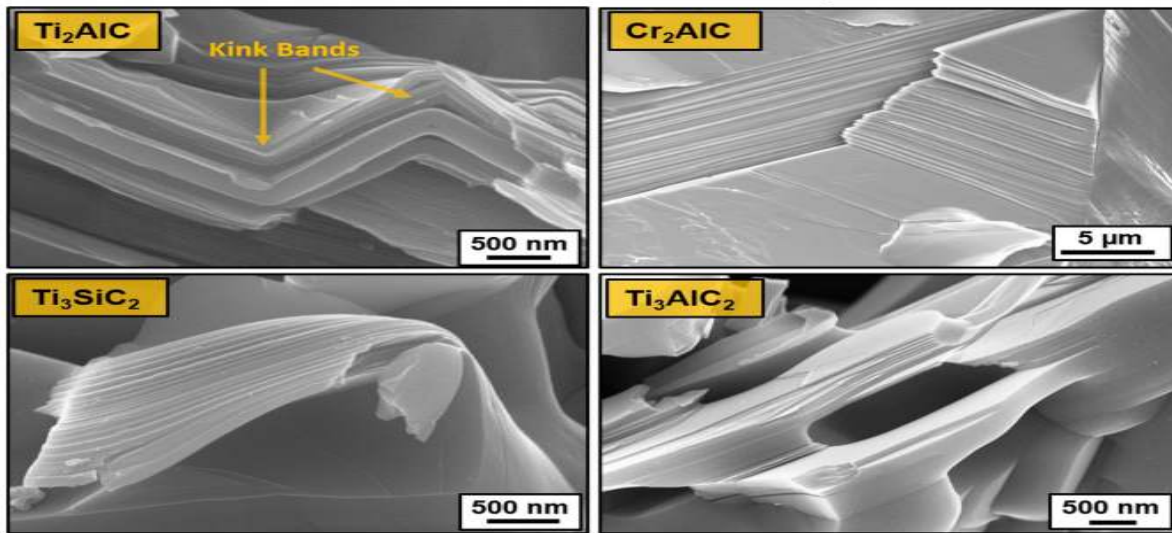


Figure 3 : images SEM de la structure en couches caractéristique et la réaction mécanique de Ti_2AlC , Cr_2AlC , Ti_3SiC_2 et Ti_3AlC_2

Fait intéressant, les phases MAX présentent un comportement non linéaire, hystérétique, élastique, qui est inhabituelle pour les composés rigides. Par exemple, polycristalline Ti_3SiC_2 chargé cycliquement en compression jusqu'à 1 GPa à température ambiante, récupération complète lors de l'enlèvement de la charge, tout en dissipant environ 25% (0,7 MJm⁻³) de la mécanique énergie.[22] La ténacité à la rupture (KIC) est l'une des propriétés qui a suscité le plus d'intérêt en raison de tout à fait respectables valeurs.[23],[24] Typiquement, KIC des phases MAX polycristallines varie de 5 à 8 MPa·m^{1/2}, bien que des valeurs plus élevées aient été rapportées pour certaines compositions, telles que Ti_3SiC_2 et Nb_4AlC_3 . [25] La valeur la plus élevée signalée jusqu'à présent concerne les Nb_4AlC_3 , atteignant un KIC de 17,9 et 11,5 MPa·m^{1/2} lorsque la charge a été appliquée perpendiculairement ou parallèlement à la base avions. [26] la réponse mécanique à température élevée est particulièrement intéressante en raison de la transition fragile à plastique (BPT) autour de 1000°C-1100°C, selon la composition et microstructure. En dessous du BPT ils sont cassants comme de la céramique, mais au-dessus, les phases MAX sont plastiques, avec des défaillances de déformation à 25 % à de faibles taux de déformation.[27],[28],[29] la défaillance est principalement causée par l'accumulation de dommages sous forme de cavitations, de pores, de micro-rayures et de délamination.[30],[31],[32] On a signalé une résistance au fluage pour Ti_3SiC_2 ,[33],[34]

Ti₂AlC,[35] Ti₃AlC₂,[36] et récemment pour Cr₂AlC,[37] et Ti₂AlN.[38] Primaire, secondaire et tertiaire le fluage a lieu dans la plage de température comprise entre 1000 et 1300 °C, avec des énergies d'activation comprises entre 400 et 550 kJ/mol, et les exposants de contrainte (n) de ~2, indiquant un mécanisme de fluage contrôlé par le glissement de la limite du grain. Les observations de TEM suggèrent la formation de nombreuses failles d'empilement, des dislocations qui sont principalement confinées dans les plans basaux, et des défauts lenticulaires non-planaires originaux.[39] En outre, les phases MAX ne sont pas sensibles aux chocs thermiques, où la résistance résiduelle d'as-les échantillons trempés diminuent progressivement sans défaillance catastrophique. Cet effet a été observé pour Cr₂AlC,[40],[41] Ti₃SiC₂,[42],[43],[44] Ti₃AlC₂,[45],[46] Ti₄AlN₃,[47]V₂AlC,[48]et Ti₃GeC₂.[49] Fait intéressant, un choc thermique « anormal » comportement a été détecté pour la plupart de ces compositions à des températures supérieures à 900 °C, où la force échantillons trempés augmente avec la température. Les mécanismes sont encore en débat, mais corrélé à l'auto-guérison effets des phases MAX et des contraintes de compression sur surface de l'échantillon causée par la formation d'une couche d'oxyde[50].

1-5-2 Les propriétés thermique :

Les phases MAX sont considérées comme de bons conducteurs thermiques, avec conductivités entre 12 et 60 W m⁻¹K⁻¹ .[51] la réponse thermique est largement décrite ailleurs[52] y compris les contributions des électrons et des phonons en fonction de la température, de l'effet rattler, du rôle des défauts, de la densité d'états des phonons, capacités calorifiques et températures de Debye. Comme pour la réponse électrique, certaines phases MAX présentent des conductivités thermiques plus importantes que leurs métaux de transition correspondants. [53] la réponse thermique est la somme de l'électron (K_e) et du phonon(K_{ph}) conductivités, où chaque contribution dépend de plusieurs facteurs tels que la température, la composition (principalement élément « A »), granulométrie, phases secondaires/impuretés et concentration de défauts.[54],[55],[56] Dans l'ensemble, les phases MAX sont bons conducteurs de phonons en raison des liaisons M-X, et en particulier la composition contenant Al en raison de la diffusion plus faible puisqu'il est léger et mobile. De plus, la contribution des phonons est sensible à la valeur "n", où la distribution est plus large comme suit 211 > 312 > 413. Concernant la réponse à haute température (1300 K), Ti₂AlC présente une des conductivités

thermiques les plus élevées grâce à son K_{ph} élevé. Ces données expérimentales sont en bon accord avec le calcul de Ph en utilisant la théorie de Debye.[57]

1-5-3 Propriétés tribologiques :

La structure en couches suggère une bonne réponse tribologique. Le premier travail publié en 1996 a rapporté une sensation de lubrification,[58] et quelques années plus tard un coefficient ultra-bas de frottement (μ) a été mesuré pour les plans basaux Ti_3SiC_2 [59]-[60][61]-[62] à l'aide d'un microscope à force latérale.[63] Cependant, les résultats rapportés plus tard dans des échantillons polycristallins ont des valeurs moins attrayantes. Une revue exhaustive a été publiée par Gupta et al,[64] qui ont également effectué plusieurs enquêtes. [65],[66],[67],[68] En général à température ambiante, l'usure (WR) était relativement élevé et dépendait presque linéairement de la distance de glissement, tandis que le μ initial était faible ($<0,2$) mais a augmenté rapidement à des valeurs plus élevées ($>0,4$). Certainement, la réponse tribologique dépend de plusieurs facteurs de la microstructure (granulométrie, pureté, porosité, etc.) le compteur (métal, céramique, dureté, etc.) et les conditions d'essai (température, atmosphère, vitesses, pression, lubrification, etc.). [69],[70],[71],[72] En outre, la réponse tribologique des phases MAX polycristallines est contrôlée par réactions tribochimiques complexes.[73] à des températures élevées, la réponse tribologique est meilleure, où le μ initial est élevé ($>0,6$) mais diminue avec le temps jusqu'à l'état d'équilibre (0,4-0,6) et les RT sont généralement faibles ($<10^{-5}$ mm³/Nm). [74] [75] les performances tribologiques ont été améliorées par l'ajout des phases secondaires telles que Al_2O_3 , BN, B_4C , SiC, SiC haché fibres, Ti_5Si_3 , et Ag.[76],[77],[78],[79],[80] Particules en céramique améliorer la résistance à l'usure en raison de leur dureté plus élevée et décentralisation des contraintes de cisaillement sous le compteur, pendant ce temps, l'ajout de particules métalliques modifie les réactions tribochimiques. En outre, les phases MAX ont été récemment ajoutés comme particules de renforcement dans les métaux [81],[82] et Polymères. [83],[84] Les composites présentent des μ et des RT plus faibles en raison de l'atténuation de l'usure abrasive et de la modification des réactions tribochimiques.

1-5-4 Les propriétés thermique.

1-5-5 Les propriétés électrique.

Etat de l'art sur la synthèse des phases MAX et MAB par la méthode des sels en fusion :

Lors de la synthèse des phases MAX et MAB, l'utilisation de milieux inertes est cruciale pour assurer la protection des poudres actives contre l'oxydation (Ar(g), N(g), etc.). Cependant, le coût de synthèse de ces matériaux est relativement élevé en raison de plusieurs facteurs : le prix élevé de certains métaux de transition, le coût des gaz inertes, le coût élevé des fours à atmosphère contrôlée à l'échelle industrielle, et le coût associé de la consommation d'énergie thermique. Il était déjà connu que dans la synthèse d'autres céramiques, l'utilisation d'un ou plusieurs sels lors de la finition facilite le frittage réactif et réduit les températures de formation. À cette fin, Xiao et al. [1] ont étudié l'effet de KCl sur la réactivité des poudres initiales (Cr, Al et C) pour la formation de Cr₂AlC sous atmosphère inerte (argon). Les résultats XRD et DSC sont présentés dans la figure ci-dessous (Figure II.1).

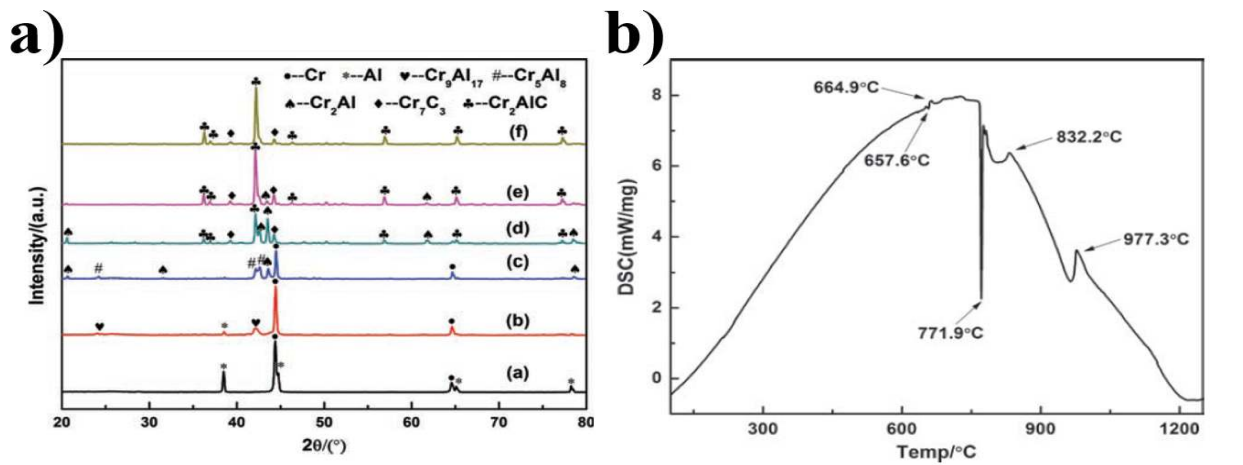


Figure 4 : (a) les pics de diffraction des rayons X, aux températures suivantes (a-500°C, b-700°C, c-850°C, d-1000°C, e-1200°C, et f-1250°C). (b) l'analyse DSC jusqu'à une température de 1250°C, avec un taux de chauffage de 5°C/min.

Ce qui est percevable est que la phase Cr₂AlC apparaît dans le pic de diffraction des poudres frittés à 1000°C, avec deux impuretés majeurs (Phases intermétalliques : Cr_xAl_y et le Cr_xC_y). Il a été conclu dans ce travail que la réaction entre le Cr_xAl_y et les carbures de chrome Cr_xC_y. Les analyses DSC ont révélés que la température de début de formation de la phase MAX Cr₂AlC sous un bain de KCl est à 970°C (Figure II.2). Tian et al. [2] ont étudié l'effet combiné de

deux sels en fusion (KCl+NaCl) sur la pureté finale de la poudre synthétisée. Les résultats ont démontrés qu'à une température de 1200°C la phase Cr_2AlC est synthétisé avec une très bonne pureté sous atmosphère contrôlée. Il faut noter qu'auparavant, pour synthétiser cette phase, il faut des températures dépassant les 1300°C. Le NaCl (chlorure de sodium) a ainsi été utilisé en 2018, ou Galvin *et al.* [3] ont reporté que la phase MAX débute sa formation à partir de 900°C, cette phase qui a été longtemps connus que c'est impossible de la synthétisé au-dessous de 1250°C, la figure II.2 montre les résultats DRX et analyse MEB de leur étude.

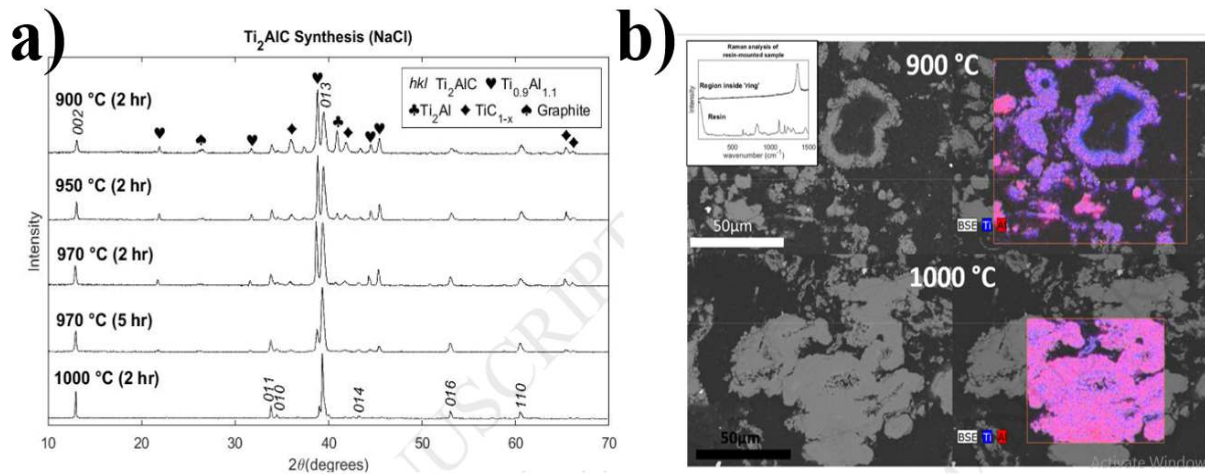


Figure 5 : Synthèse de la phase MAX Ti_3AlC_2 assisté par le NaCl atmosphère inerte à 900°C, 950°C, 970°C, et à 1000°C. (a) diffraction des rayons X, (b) imagerie MEB des poudres synthétisées.

Prenant exemple sur la phase MAX V_2AlC ou sa synthèse débute à 1400°C sous atmosphère inerte, cette phase a été facilement synthétisée en présence du NaCl dans les poudres initiales où la température de son début de formation a été réduite à 1050°C [4].

Jusqu'à la découverte étonnante de Dash *et al.* [5] en 2019, la synthèse des phases MAX toujours se faisait sous atmosphère inerte, ou le coût d'élaboration restait élevé malgré les tentatives multiples d'abaisser sa température de formation. Dash *et al.* [5] lors de leur études ou ils voulaient connaître l'effet d'un autre sel en fusion (qui est le KBr, bromure de potassium) sur la synthèse des phases MAX, ils ont accidentellement oublié d'injecter le gaz inerte lors de la synthèse du Ti_3SiC_2 . Etonnamment, les chercheurs de cette équipe s'attendaient à trouver le TiO_2 comme résultat car les poudres sous atmosphère riche en O_2 va oxyder les poudres, alors que leur

résultat été une phase presque pure de Ti_3SiC_2 . C'est là ou par accident ils ont trouvé que le KBr jouait un rôle protecteur contre l'oxydation lors de la synthèse des phases MAX. Après cette découverte, peut-être on aura plus besoins d'utiliser l'argon comme gaz protecteur en dessous de température d'ébullition du KBr, car il représente un bon et non-couteux alternatif, dises les chercheurs de cette équipe allemande.

Pour expliquer la méthode de synthèse par KBr sans utiliser un gaz protecteur, un schéma bien détaillé a été présenté dans la figure II.3. Trois phase ont été synthétisé (Ti_3SiC_2 , Ti_2AlN et le $MoAlB$) où le KBr a aussi diminué la température de formation de ces dernières.

D'après cette étude, on peut citer les avantages de l'utilisation du KBr comme suit :

- La synthèse où ça nécessite une protection par un gaz inerte n'est plus un problème.
- La température de formation des phases MAX et MAB est abaissé, comparant sous la présence de gaz protecteur.
- Le KBr est soluble dans l'eau, et son enlèvement est facile et recyclable.
- La taille finale des poudres est très fines.

Limites du KBr :

- La température d'ébullition du KBr est de $1275^{\circ}C$, et pour cela on ne peut pas l'utiliser en dessus de cette température.

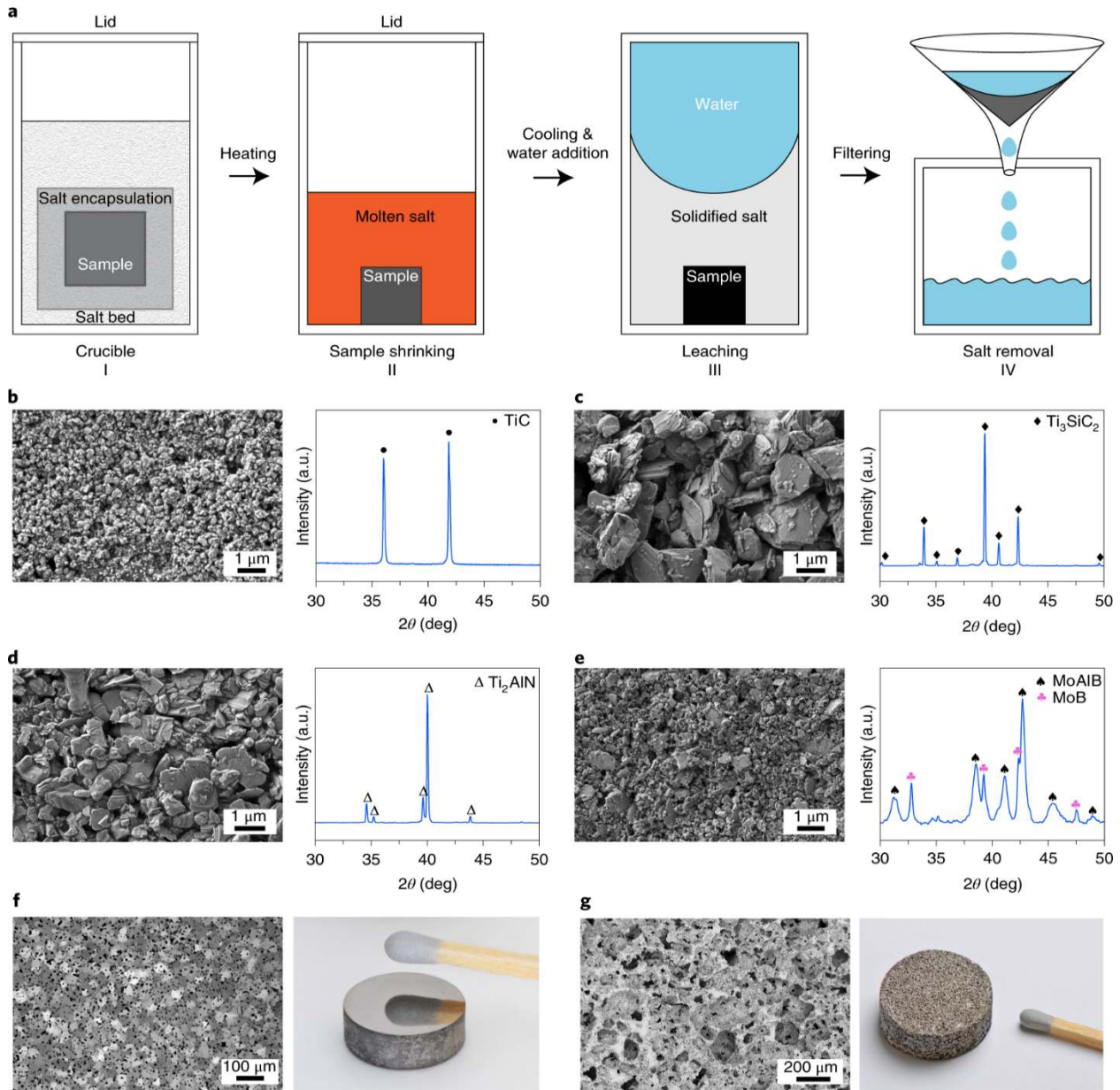


Figure 6 : Schéma explicatif de la méthode suivis par Dash *et al.* [5].

De l'autre cote on a la méthode de Maharshi ou il a utilisé l'encapsulation sans mélanger les poudres avec le sel.

Dans son article, il a produit de MoAlB, Poudres Fe₂AlB₂ et Mn₂AlB₂ en utilisant des traitement réactifs et une version modifiée de la méthode de Dash et al .

Conclusion :

La phase MAX est un matériau avec une structure en couches à l'échelle nanométrique. Ils partagent les mêmes propriétés mécaniques, thermiques, électriques et Bien que la composition chimique soit différente. Beaucoup de propriétés avantageuses des phases MAX sont attribuées à leur phase MAX De même, même si ce dernier est un matériau dur et rigide, moins Résistant aux chocs thermiques, et ils ne tolèrent pas la présence de défauts Différent de l'étape MAX. Leurs excellentes propriétés mécaniques sont attribuées à leurs mécanismes de déformation spécifiques, principalement par Formation de bandes de pli. La synthèse de l'étage MAX est possible, Le frittage réactif est réalisé par différents procédés, où le produit peut-être sous forme de poudre ou en vrac.

CHAPITRE II
LES ALLIAGES
D'ALUMINIUM

CHAPITRE II : LES ALLIAGES D'ALUMINIUM

Introduction :

L'aluminium représente le troisième élément de l'écorce terrestre en quantité, après l'oxygène et le silicium. Ce métal est connu depuis le début du 19ème siècle, et fût longtemps considéré comme un métal précieux en raison de la difficulté de réduction de l'oxyde d'aluminium, une forme sous laquelle il est présent dans la nature. C'est en 1886 que Héroult en France et Hall aux Etats-Unis découvrirent simultanément le procédé d'électrolyse de l'oxyde d'aluminium dissous dans un bain de cryolithe en fusion. Cette découverte a permis le développement de l'aluminium, qui est devenu aujourd'hui le principal métal non ferreux industriel.

En tonnage, la production d'aluminium ne représente que 2% environ de celle des aciers.

Cependant, ce métal et ses alliages occupent la seconde position dans l'utilisation des matériaux métalliques. L'aluminium doit cette place à un ensemble de propriétés qui en font un matériau remarquable.

Il existe deux grandes familles d'alliages d'aluminium, soit les alliages susceptibles ou non susceptibles au durcissement structural. Dans le cas des alliages d'aluminium propices au durcissement structural tels les séries 2xxx, 6xxx et 7xxx, les propriétés mécaniques augmentent par la précipitation de seconde-phases distribuées dans la matrice. Lorsqu'il y a présence de précipités, le glissement devient plus difficile pour une contrainte donnée ce qui permet l'augmentation de la résistance mécanique du matériau.

2 L'aluminium et ses alliages :

2.1 Propriétés physico-chimiques de l'aluminium :

Point de fusion :	$f = 660 \text{ }^\circ\text{C}$	Structure cristalline :	CFC
Masse volumique :	$\rho = 2700 \text{ kg/m}^3$	Résistivité électrique :	$\rho = 0,0265 \text{ } \mu\Omega \cdot \text{m}$
Conductivité thermique :	$\lambda = 237 \text{ W m}^{-1}\text{K}^{-1}$	Coefficient de dilatation :	$\alpha = 23,1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ linéique (à 20 °C)
Propriétés mécaniques à 20°C (Al pur)			
$R_m =$	70 à 80 MPa	$R_e =$	10 à 20 MPa (très sensible à l'écroutissage)
$A \% =$	50 à 60 %	$E =$	70 000 MPa

CHAPITRE II : LES ALLIAGES D'ALUMINIUM

Tableau2-1 Propriétés physico-chimiques de l'aluminium .

2.2 Désignation numérique :

Conformément aux directives de l'aluminium, les alliages d'aluminium sont désignés à l'aide d'un système numérique de quatre chiffres. Ces quatre chiffres identifient la composition chimique de l'alliage. Ce groupe de quatre chiffres est parfois suivi d'une lettre indiquant une variante nationale. Il est à noter que la norme européenne EN 573-1 indique que cet ensemble de quatre chiffres doit être précédé pour les alliages destinés à être corroyés par le préfixe EN, les lettres «A» (aluminium), «W» (pour les produits corroyés) et un tiret «-». La notation complète est rarement utilisée.

2.3 Signification des désignations :

- Le premier chiffre indique l'élément d'alliage principal.
- Le deuxième chiffre indique une variante de l'alliage initial. Souvent il s'agit d'une fourchette plus petite dans un ou plusieurs éléments de l'alliage. Décennies
- Les troisième et quatrième sont des numéros d'ordre et servent à identifier l'alliage. La seule exception est la série 1000 ces deux chiffres indiquant le pourcentage d'aluminium.

<i>Série</i>	<i>Désignation</i>	<i>Élément d'alliage principale</i>	<i>Phases</i>
<i>Série 1000</i>	1xxx	99% d'aluminium au minimum	-
<i>Série 2000</i>	2xxx	Cuivre (Cu)	Al ₂ Cu - Al ₂ CuMg
<i>Série 3000</i>	3xxx	Manganèse (Mn)	Al ₆ Mn
<i>Série 4000</i>	4xxx	Silicium (Si)	-
<i>Série 5000</i>	5xxx	Magnésium (Mg)	Al ₃ Mg ₂
<i>Série 6000</i>	6xxx	Magnésium (Mg) et Silicium (Si)	Mg ₂ Si
<i>Série 7000</i>	7xxx	Zinc (Zn)	MgZn ₂
<i>Série 8000</i>	8xxx	Autres éléments	-
<i>Série 9000</i>	-	Non utilisé	-

Tableau 2 –2 désignation des alliages d'aluminium .

2.4. Etats métallurgiques :

2.4.1. Etats fondamentaux :

On peut obtenir des alliages d'aluminium sous divers états : recuits, écrouis, ou trempés et vieillis.

On désigne le plus souvent ces différents états par des symboles. Ces désignations

s'appliquent aussi bien aux alliages corroyés qu'aux alliages de fonderie. On distingue cinq états fondamentaux symbolisés comme suit:

-F : état brut de livraison : ce symbole s'applique aux produits fabriqués par déformation plastique sans que soient particulièrement maîtrisés les taux de durcissement ou d'adoucissement par déformation ou traitement thermique éventuel.

- O : état recuit : c'est l'état le plus ductile. Il est généralement obtenu par le traitement dit de recuit, ce traitement n'étant suivi d'aucun écrouissage, même par planage ou dressage.

- H : état écroui et éventuellement partiellement adouci : ce symbole s'applique aux produits durcis par déformation avec ou sans maintien ultérieur à une température suffisante pour provoquer un adoucissement partiel du métal.

-W : état trempé non stabilisé : c'est un état métallurgique instable : il s'applique aux alliages qui ont subi une mise en solution suivie de trempe et qui continuent d'évoluer à la température ambiante.

-T : état durci par traitement thermique : les traitements thermiques considérés sont des combinaisons de tout ou une partie des traitements de mise en solution, trempe, maturation, revenu avec application éventuelle de déformations plastiques.

3. Alliages de la série 2000:

1 microstructure et propriétés mécaniques :

L'aluminium est le second métal le plus utilisé à travers le monde du fait notamment de sa légèreté ainsi que de sa très bonne tenue à la corrosion dans de nombreux milieux. Il fait en effet partie des matériaux les plus légers avec une masse volumique de 2700 kg.dm⁻³. Cette propriété fait de l'aluminium et de ses alliages des matériaux très plébiscités dans le milieu aéronautique et plus particulièrement dans la conception des avions (à hauteur de 73% sur l'A340 comme indiqué dans la Figure 1

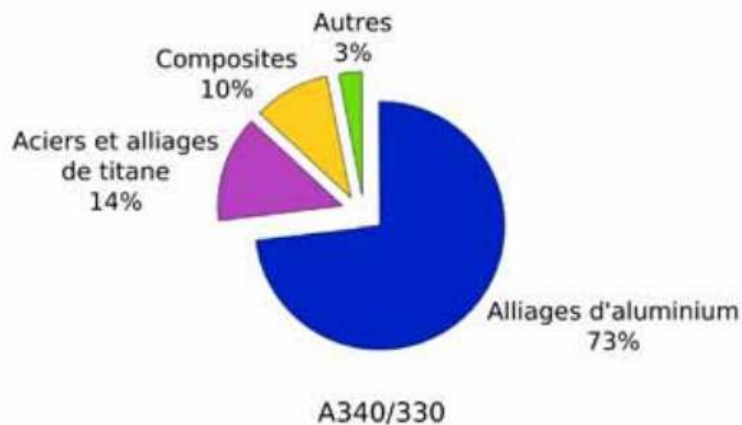


Figure 2-1 Proportion des différents matériaux utilisés dans la conception des avions Airbus A340/330

Afin d'améliorer certaines propriétés comme les propriétés mécaniques, l'aptitude à la mise en forme ou la soudabilité, différents alliages d'aluminium ont été développés. La désignation de l'alliage dépend de l'élément d'alliage principal. Les différents alliages d'aluminium de corroyage peuvent être divisés en deux groupes distincts :

- Les alliages à durcissement par écrouissage qui subissent plusieurs étapes de mise en forme à chaud et éventuellement à froid, associées à des recuits intermédiaires ou finaux.

CHAPITRE II : LES ALLIAGES D'ALUMINIUM

Série	Eléments d'alliage
1000	Al ~99%
3000	Al-Mn
5000	Al-Mg
8000	Al – autres éléments que Cu, Mn, Si, Mg et Zn

les alliages à durcissement structural .

Série	Eléments d'alliage
2000	Al-Cu et Al-Cu-Mg
6000	Al-Mg-Si
7000	Al-Zn-Mg et Al-Zn-Mg-Cu

Il existe également des alliages de fonderie comme les alliages de la série 4000 (AlSi).

I.1. Les alliages d'aluminium Al-Cu

L'addition de Cu en tant qu'élément d'alliage principal est liée à la recherche de meilleures propriétés mécaniques pour les alliages d'aluminium. En effet, cela permet la précipitation d'une phase durcissante améliorant ainsi les propriétés mécaniques générales de l'alliage tout en gardant un matériau relativement léger. En revanche, du fait de cette composition chimique et de la microstructure associée notamment, les alliages d'aluminium de la série 2xxx présentent traditionnellement une résistance à la corrosion relativement faible comparativement à celle de l'aluminium pur.

I.1.1. Propriétés générales

Les alliages Al-Cu de la série 2xxx peuvent être classés en plusieurs familles suivant leur utilisation. Les alliages pour déformation plastique prennent en compte les alliages possédant une bonne résistance à la corrosion, une bonne aptitude à la mise en forme par emboutissage et au soudage (ex. l'alliage 2117 2,2-3% Cu et 0,2-0,5% Mg, % en poids). Les alliages à résistance

mécanique élevée qui contiennent un pourcentage de cuivre de l'ordre de 4% sont caractérisés par une bonne tenue à chaud mais une soudabilité et une tenue à la corrosion faible. Parmi ces alliages, l'alliage 2024 est utilisé dans des applications concernant les transports aéronautiques et la mécanique. La dernière famille est celle des alliages pour décolletage. Pour cette application, des additions de bismuth et/ou plomb sont effectuées pour obtenir des copeaux cassants.

I.1.2. Durcissement structural

Le durcissement structural des alliages Al-Cu permettant d'augmenter les propriétés mécaniques du matériau est obtenu par un traitement se divisant en trois étapes :

- dans un premier temps, l'alliage est porté à une température supérieure à la température du liquidus pendant une durée suffisante pour atteindre l'équilibre thermodynamique et donc obtenir une mise en solution totale des atomes de soluté ;
- ensuite, l'opération de trempe (refroidissement rapide de l'alliage) empêche la décomposition de la solution solide avec formation de précipités d'équilibre grossiers. On obtient une solution solide sursaturée en soluté où les atomes de soluté sont positionnés de manière aléatoire aux nœuds du réseau à faces cubiques centrées de l'aluminium (on parle alors de solution solide de substitution);
- Après la trempe, lorsqu'un maintien en température est réalisé, un important durcissement de l'alliage est observé. Cette étape est appelée étape de revenu. Le durcissement obtenu est fonction du temps et de la température de maintien. C'est un phénomène de précipitation résultant de la décomposition de la solution solide sursaturée au cours du maintien isotherme qui est à l'origine du durcissement de l'alliage.

Ce traitement permet la formation de précipités appelés précipités durcissant qui se forment soit pendant la trempe à l'eau, soit lors du traitement de revenu de manière contrôlée. Cependant, deux autres classes de particules intermétalliques peuvent être observées et distinguées en fonction de leur mode de formation, car les alliages contiennent un nombre important d'éléments d'alliages (ajoutés volontairement afin de modifier certaines propriétés du matériau) ou d'impuretés :

CHAPITRE II : LES ALLIAGES D'ALUMINIUM

– Les dispersoïdes qui se forment par précipitation à l'état solide. Une fois formées, ces particules ne peuvent pas être complètement dissoutes mais leur fraction volumique, leur taille ainsi que leur distribution peuvent être modifiées par des traitements thermomécaniques ;

– Les particules intermétalliques grossières : les impuretés (comme le fer et le silicium) présentes dans tous les alliages commerciaux sont au départ dans la solution liquide mais elles vont se combiner avec d'autres éléments et se séparer lors de la solidification pour former des particules grossières intermétalliques. Elles peuvent être cassées lors des traitements thermiques mais ne peuvent pas être remises en solution.

I.2. L'alliage d'aluminium 2024 T3 :

L'alliage 2024 est un alliage dont les principaux éléments d'alliage sont le cuivre et le magnésium. Sa composition chimique est présentée dans le Tableau 3:

<i>% (en masse)</i>	<i>Al</i>	<i>Cu</i>	<i>Mg</i>	<i>Mn</i>	<i>Fe</i>	<i>Si</i>
2024	Base	4,4	1,5	0,6	0,2	0,1

Tableau 2–3 Composition chimique (%massique) de l'alliage 2024

Le traitement thermique T3 correspond à une mise en solution à 495°C (+/- 5°C), une trempe à l'eau, des déformations plastiques (allongement par traction de l'ordre de 1 à 2 %) afin d'augmenter le nombre de germes de précipités durcissants et d'entraîner une relaxation des contraintes, et pour finir, un traitement de revenu de quatre jours à 25°C. La Figure 3 présente l'effet d'un revenu à température ambiante (maturation) à différentes températures proches de l'ambiante sur le durcissement d'un alliage Al-Cu-Mg.

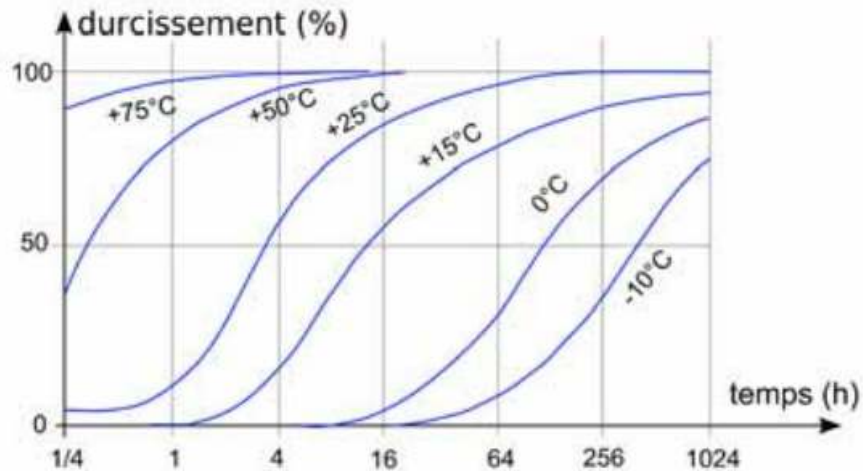


Figure 2-2 Durcissement de l'alliage AL-Cu-Mg (4%Cu) pour des températures proches de l'ambiante .

Après quatre jours à température ambiante (25°C), l'alliage a quasiment atteint son maximum de durcissement.

I.2.1. Microstructure de l'alliage :

Comme cela a déjà été écrit précédemment, le cuivre est ajouté à l'aluminium de manière à obtenir une phase durcissante et par conséquent de meilleures propriétés mécaniques. L'addition de magnésium à l'alliage Al-Cu entraîne également une augmentation significative des propriétés mécaniques de l'alliage lors de l'étape de maturation. L'addition de silicium et de manganèse favorise la formation de composés quaternaires. Par dispersion, ces derniers améliorent les propriétés de la matrice.

La plupart des alliages industriels Al-Cu-Mg, y compris l'alliage 2024, contiennent un excès de cuivre par rapport à la coupe quasi binaire Al-Al₂CuMg (les alliages dont le rapport des teneurs en cuivre et en magnésium est de 2,2 appartiennent au système approximativement quasi binaire Al-Al₂CuMg). La Figure I-3 présente une partie du diagramme ternaire Al-Cu-Mg.

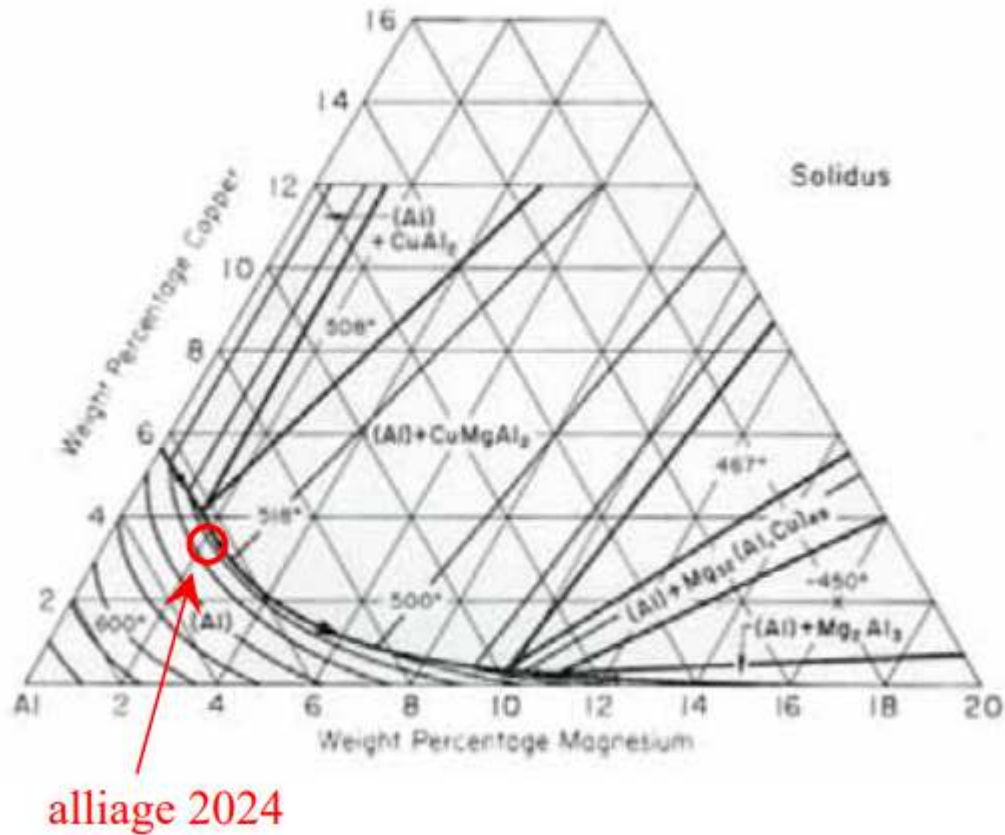
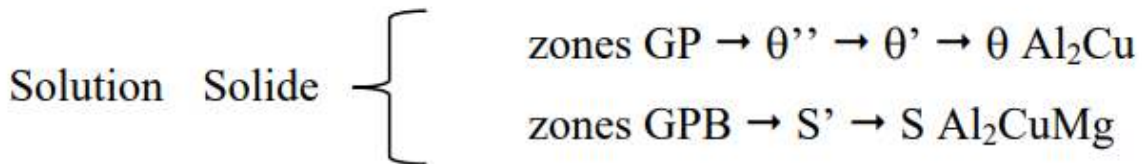


Figure2–3Diagramme ternaire AL-Cu-Mg(ASM73)

L'alliage 2024 T351 présente donc, suite au traitement de durcissement structural, une séquence de coprécipitation mixte :



Les zones GP, dites de Guinier-Preston, sont composées de disques plans parallèles aux plans (100) de la matrice. La phase θ'' est une phase cohérente avec la matrice et qui précipite sous forme de plaquettes parallèles aux plans {100} de la matrice. La phase θ' est une phase semi cohérente avec la matrice précipitant également sous forme de plaquettes. La phase θ est le composé d'équilibre Al₂Cu, qui est totalement incohérent avec la matrice. L'alliage tend toujours

CHAPITRE II : LES ALLIAGES D'ALUMINIUM

vers l'état d'équilibre mais, suivant le traitement de revenu, la décomposition est plus ou moins complexe. Pour une température de revenu inférieure à 200°C, la décomposition de la solution solide sursaturée s'arrête à θ'' ou θ' ; pour des températures supérieures, on peut obtenir directement θ' . Lors d'un traitement de maturation à température ambiante, on n'obtient que les zones GP.

La présence de 1,5% de Mg dans l'alliage induit la précipitation de nouvelles phases. Les zones GPB (Guinier-Preston-Bagaryatsky), appelées ainsi pour les différencier des zones GP, correspondent à un arrangement à courte distance d'atomes de Cu et Mg. Les phases S'' et S' sont des phases de transition respectivement cohérente et semi-cohérente avec la matrice (S'' n'est pas indiquée dans la séquence de précipitation car son existence même est sujette à Solution Solide zones GP θ'' θ' θ Al₂Cu zones GPB S' S Al₂CuMg alliage 2024 Chapitre I . Synthèse bibliographique 17 controversée). La phase S ou Al₂CuMg est une phase à l'équilibre, incohérente avec la matrice et qui précipite sous forme de plaquettes.

Dans une étude sur les phénomènes de dissolution associés aux particules de phase S, Buchheit et al, mentionnent l'absence de particules de phase θ dans l'alliage 2024 T3. Il est précisé que pour les alliages ayant des compositions chimiques similaires à celles de l'alliage 2024, la formation de phase θ au cours de la solidification ou du traitement thermique est possible. En outre, le rapport des phases θ et S est très faible dans les alliages Al-Cu-Mg lorsque le rapport des concentrations Cu:Mg est compris entre 4:1 et 1,5:1 (dans le cas de l'alliage 2024, le rapport Cu:Mg est compris entre 4:1 et 2:1). Il est aussi intéressant de constater que de nombreux articles ne mentionnent pas de séquence de co-précipitation mais uniquement une séquence de précipitation Al₂CuMg .Compte tenu des traitements thermomécaniques subis par le matériau, il existe d'autres phases présentes dans l'alliage et observables à différentes échelles.

A l'échelle du microscope optique, il est possible d'observer les particules intermétalliques grossières. L'alliage 2024 contient des particules plutôt sphériques riches en Cu et en Mg qui correspondent à la phase S ou Al₂CuMg. Elles ont une taille moyenne de l'ordre de 5 μ m. On peut également observer des particules de forme irrégulière riches en Cu, Fe et Mn. Ces particules ont une taille moyenne de 30 μ m et occupent une fraction surfacique de 2,8% alors que la fraction surfacique couverte par les particules Al₂CuMg n'est que de 1% environ [Gui98b]. Dans le cadre d'une étude de la corrosion par piqûres sur l'alliage 2024 T3 à l'aide de l'analyse

CHAPITRE II : LES ALLIAGES D'ALUMINIUM

"nuclearmicroprobe", Boag et al, ont confirmé la présence de particules intermétalliques du type Al-Cu-Mn-Fe avec une taille moyenne de 20 μm , et de particules de type Al_2CuMg de taille inférieure aux précédentes.

De plus, les travaux réalisés par Buchheit et al, ont montré la présence de 61.3% de Al_2CuMg (phase S), 12.3% de $\text{Al}_6(\text{Cu,Fe,Mn})$, 5.2% de $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ et 4.3% de $(\text{Al,Cu})_6\text{Mn}$ dans l'alliage 2024 (en termes de fraction surfacique couverte par les particules intermétalliques). Cependant, 17% de phases intermétalliques restent inclassables. Cet article met également en évidence l'absence d'une zone appauvrie en Cu autour des particules de phase S.

En outre, on note la présence de dispersoïdes en plaquettes $\text{Al}_{20}\text{Mn}_3\text{Cu}$ dont la taille moyenne est d'environ 200 nm. Ces dispersoïdes ont une distribution homogène dans la matrice et sont présents au niveau des joints de grains. Néanmoins, le voisinage des particules intermétalliques grossières est dépourvu de dispersoïdes. Cette zone sans dispersoïde est appelée « precipitate free zone » ou PFZ. Des analyses EDX ont montré que cette zone contenait 10 à 20% de Cu en moins que le reste de la matrice [Gui98b].

Dans une étude portant sur les relations existant entre la corrosion par piqûres et la corrosion inter -granulaire de l'alliage 2024, Zhang et Frankel [Zha03a] ont réalisé une caractérisation microstructurale de l'alliage à l'état T3. La microscopie électronique en transmission (MET) révèle la présence de précipités durcissant de phases GP et S dans l'alliage 2024 T3. Il révèle également la présence de particules en forme de baguettes contenant Al, Cu et Mn (probablement $\text{Al}_3\text{Mn}_{20}\text{Cu}_2$) dans les grains. De nombreuses particules en forme de bâtonnets ont été identifiées au niveau des joints de grains. Après caractérisation EDS (spectroscopie dispersive en énergie), il s'avère que ces particules ont différentes compositions chimiques : Al_2Cu (concentration en Mg très faible), Al_2CuMg ou $\text{Al}_3\text{Mn}_{20}\text{Cu}_2$ (sans Mg). Les particules riches en Cu et Mn sont introduites dans le matériau afin de contrôler la recristallisation ainsi que la croissance des grains. Quelques particules AlCu-Mn-Fe ont également été identifiées au niveau des joints de grains. Cependant, les auteurs n'ont pas observé de PFZ le long des joints de grains, c'est-à-dire la présence d'une zone dépourvue de précipités et appauvrie en Cu du fait de la précipitation de particules riches en Cu aux joints de grains.

I.2.2. Propriétés mécaniques :

L'alliage 2024 T351 possède de meilleures propriétés mécaniques que l'aluminium pur mais nettement inférieures à celles de certains aciers. Il présente également une bonne ténacité et une bonne résistance à la propagation des criques. A l'état T3, ses principales applications concernent la construction aéronautique. Le Tableau 4 référence les valeurs des principales propriétés mécaniques de l'alliage 2024 T351 .

<i>Alliage</i>	<i>Etat</i>	<i>R_m</i> <i>(MPa)</i>	<i>R_{p0,2}</i> <i>(MPa)</i>	<i>A</i> <i>(%)</i>	<i>Dureté</i> <i>(HB)</i>
2024	T351	470	325	20	120

Tableau 2-4 Propriétés mécaniques typiques de l'alliage 2024 (R_m,R_{p0.2} et A sont des données obtenues à l'aide d'essais de traction)

Etant donné la présence de nombreuses particules secondaires, la rupture d'un alliage d'aluminium sain est de type ductile avec la formation de cavités .

CHAPITRE III
LE SOUDAGE PAR
FRICTION
MALAXAGE(FSW).

Introduction :

Le soudage par friction malaxage (friction stirwelding) est un nouveau procédé d'assemblage mis au point par TWI (The Welding Institute) en 1991. L'originalité de ce procédé consiste à souder à l'état solide, ce qui supprime les défauts liés à la solidification et conduit à des contraintes internes faibles par rapport au soudage classique (soudage laser ou à l'arc). Le soudage par point par friction malaxage (FSSW) est une technologie de soudure comporte un processus semblable à FSW est appliqué en général pour l'aluminium dans des environnements de fabrication d'automobile. Une étude expérimentale de ce procédé fait l'objet de cette thèse appliquée sur un alliage du type 2024-T3 pour évoluer les effets des paramètres de soudage (FSSW) (vitesse de rotation, vitesse de plongée, le temps de malaxage). Un modèle mathématique basé sur la méthode MLR (Multiple LinearRegression) est développé afin de réduire le nombre d'essais expérimentaux nécessaire à l'optimisation du procédé de soudage par FSSW. Un plan d'expérience à été utilisé en vue de mettre en évidence les facteurs les plus importants. Il a ainsi été montré que ces paramètres sont plus influents et jouent un rôle important dans le choix de la qualité des points de soudure.

Mots clés : FSW, vitesse de rotation , rotation de l'outil, pion de l'outil, température, renfort, céramiques additifs .

Soudage par friction malaxage avec des additives en céramiques :

A l'heure où la plupart des matériaux composites essentiellement structuraux sont faits d'une matrice à base polymère, les matériaux composites à matrice métallique ou céramique offrent de nouvelles perspectives en termes de performances et de durabilité. Le présent exposé s'attache plus particulièrement à retracer les possibilités offertes par de nouvelles méthodes de mise en œuvre telles que la friction-malaxage, aussi bien en termes d'amélioration des propriétés mécaniques des matériaux composites que des fonctionnalités inédites qui peuvent leur être conférées, parmi ces composites on utilise comme renfort des céramiques tels :Cr₂AiC.

Principe du SFM :

Le principe du procédé de SFM est assez simple. Un outil cylindrique doté d'un épaulement et d'une tige centrale est pressé contre le matériau à souder et la tige plonge dans des plaques jusqu'à ce que l'épaulement soit en contact avec la surface des celles-ci, tel que présenté

aux figures 1 et 2. La tige qui pénètre le matériau est généralement filetée et a une longueur similaire à l'épaisseur des plaques à souder pour bien « mélanger » ou « déformer » la matière sur toute l'épaisseur. Lors du soudage, la friction entre épaulement de l'outil en rotation et les plaques génère de la chaleur ce qui augmente la température du métal. De ce fait, le métal devient naturellement plus apte à être déformé. La tige centrale taraudée crée un vortex alors que l'épaulement crée un écoulement circulaire et contient le matériau sous l'outil, ce qui permet de le déformer plastiquement à haute température. Les déformations produites et les températures atteintes reformatent localement la microstructure des matériaux assemblés en une seule matrice. Une soudure est donc réalisée lors du passage de l'outil.

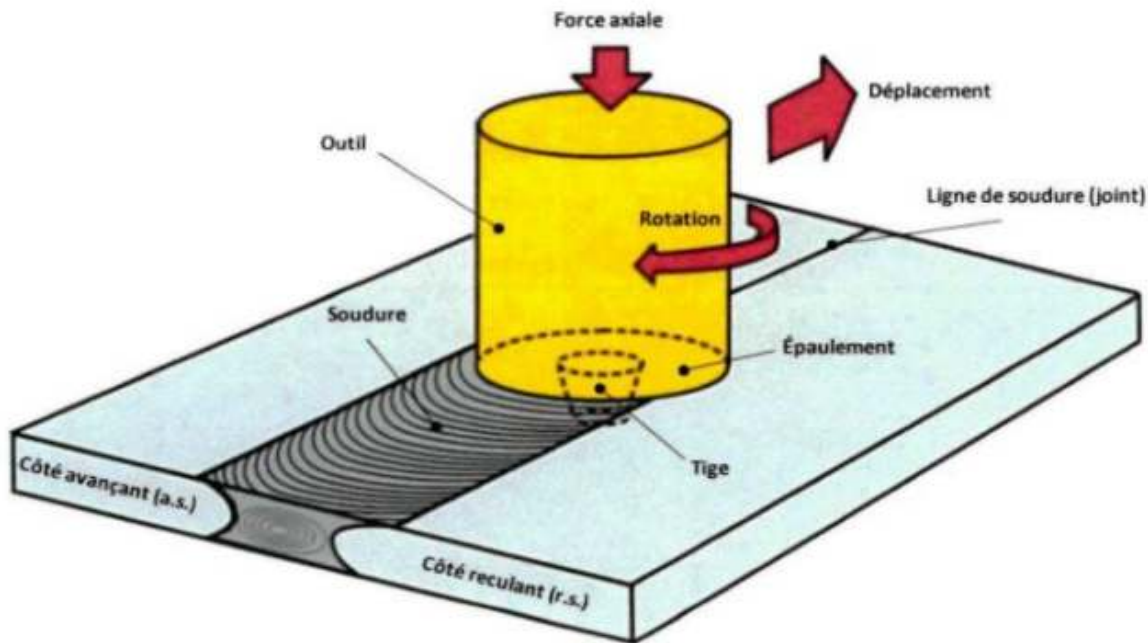


Figure3–1 Représentation schématique des plaques et de l’outil de soudage

Le soudage s'effectue en trois étapes distinctes. La première étape consiste à plonger lentement l'outil rotatif dans le matériau jusqu'à ce que l'épaulement soit appuyé sur la surface. La deuxième étape consiste à faire la soudure elle-même. L'outil, toujours en rotation, se déplace le long de la ligne de soudure à une vitesse d'avance constante. Finalement, lors de la troisième étape, l'outil en rotation est retiré de la pièce.



Figure 3-2 procédé de soudage sur le banc d'essai

Un côté avançant (c.a.) « *advancingside* » et un côté reculant (c.r.) « *retreatingside* » peuvent être observés au joint de soudure dû à la rotation et la translation de l'outil . En effet, du côté avançant, la vitesse tangentielle induite par la rotation de l'outil est dans le même sens que la vitesse de translation de ce dernier, on parle alors de travail en avalant tandis que pour le côté reculant, les deux vitesses (tangentielle et longitudinale) sont opposées, on parle alors de travail en opposition. Cela provoque une asymétrie dans l'écoulement du matériau qui influence la microstructure et généralement les propriétés mécaniques de ce dernier. Une analyse métallographique permet d'observer facilement cette asymétrie comme le présente la figure 3.



Figure 3-3 Métallographie démontrant l'asymétrie entre le côté avançant et le côté reculant

CHAPITRE III : LE SOUDAGE PAR FRICTION MALAXAGE

En plus de ne nécessiter aucun métal d'apport et de ne pas chauffer le matériau à une température supérieure au point de fusion, le soudage par friction malaxage comporte beaucoup d'avantages. Selon The Welding Institute, ce procédé:

- > permet d'éviter les problèmes d'ordre métallurgique encourus avec le soudage traditionnel (porosités, fissurations, surfusion, coalescence des grains, etc.);
- > offre une possibilité d'améliorer les propriétés mécaniques des soudures ;
- > permet de réaliser des soudures dans diverses positions (horizontale, verticale, etc.);
- > diminue la zone affectée thermiquement ;
- > élimine la production de fumée toxique ;
- > élimine les risques de « flash » (arc brillant produit lors du soudage à l'arc) ce qui facilite le travail des utilisateurs ;
- > permet de réaliser plusieurs soudures avec les mêmes outils car les outils ont une durée de vie supérieure à ceux utilisés avec des méthodes dites traditionnelles ;
- > est facile à opérer sur une machine à commande numérique, nécessite moins de personnel technique que les procédés fortement automatisés ;
- > permet d'obtenir une soudure de belle apparence comparativement aux autres techniques de soudage ;
- > réduit fortement l'impact sur l'environnement étant donné qu'aucun métal d'apport n'est utilisé et qu'aucune fumée toxique n'est dégagée. Il s'agit aussi d'un procédé moins énergivore ;
- > génère peu de distorsion pour des pièces longues et de faibles épaisseurs ;
- > le procédé peut être moins rapide que les soudages par fusion pour les installations industrielles quoiqu'il ne nécessite qu'une seule passe même pour les fortes épaisseurs de matériau à souder.

Certains défauts peuvent cependant être éliminés. Par exemple, l'extrémité des plaques peut être coupée et cette action, combinée à un usinage en surface, donne l'apparence d'une pièce unique non soudée.



Figure 3—4 plaque soudées après le retrait des extrémités et un usinage de surface

1.1 Paramètres du soudage par friction malaxage :

Le procédé de soudage par friction malaxage est très différent des procédés de soudage conventionnels étant donné qu'aucun métal d'apport et qu'aucune source de chaleur externe ne sont utilisés. Il nécessite toutefois des équipements plus imposants que le soudage à l'arc ou au plasma et autant de précision au niveau du contrôle de ses paramètres. En effet, ceux-ci varient selon l'épaisseur, le type de matériau et le type de soudure à réaliser. Les quatre principaux paramètres de soudage sont :

- > la géométrie de l'outil ;
- > la vitesse de rotation de l'outil ;
- > la vitesse d'avance de l'outil
- > la position de l'outil. Évidemment, ces paramètres varient selon plusieurs facteurs. Il est donc nécessaire de bien comprendre leurs effets pour obtenir une soudure de qualité.

1.1.1 : Outils de soudage :

L'outil de soudage est sans doute l'élément le plus déterminant du procédé de soudage par friction malaxage. Il influence directement le malaxage et les déformations produites dans le matériau pendant le procédé. Au moment de son invention, l'outil consistait à un épaulement superposant une tige cylindrique lisse. Ainsi, comme il s'agit d'une géométrie simple et facile à représenter dans un modèle numérique, la plupart des simulations réalisées utilisent ce type d'outil. Cependant, plusieurs utilisateurs ont inventé et breveté des outils avec des géométries différentes afin d'améliorer la résistance de la soudure, de souder différents matériaux, des composants de différentes épaisseurs ou dans différentes configurations géométriques. Ainsi sont apparues les tiges avec nervures hélicoïdales, des géométries de sections variables, des épaulements nervurés et concaves, sans oublier les profils à deux et même trois gorges (voir figures 5 et 6).

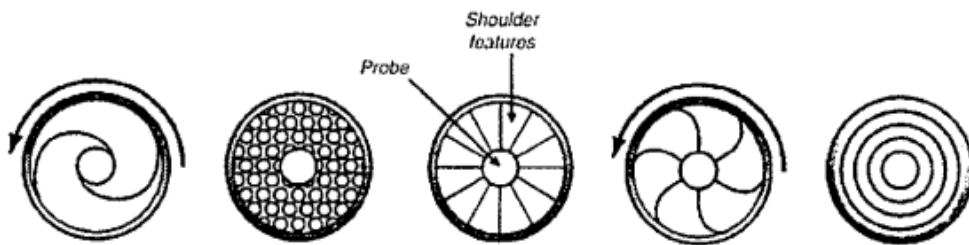


Figure 3-5 Différentes géométries d'épaulement (6)



Figure 3-6 Type classique d'outil du TWI (4)

CHAPITRE III : LE SOUDAGE PAR FRICTION MALAXAGE

Évidemment, la géométrie et le matériau de l'outil utilisé pour le soudage dépendent du type de la soudure à exécuter. La tige pénétrante doit avoir une longueur similaire à l'épaisseur de la pièce à souder. Elle doit être ni trop courte ni excéder l'épaisseur de la pièce. De plus, le sens des filets, lorsqu'ils sont présents, doit permettre un écoulement du matériau vers le bas afin d'éviter l'apparition d'un vide sous la tige (« wormhole »). Quant à épaulement, il doit entrer en contact avec la surface de la pièce afin de provoquer un frottement suffisant pour entraîner le matériau (malaxage), d'assurer la bonne pénétration de la tige et de bloquer les reflux du matériau soudé vers le haut. L'épaulement est souvent de forme concave pour éviter les débordements de matériau de part et d'autre de l'outil. De plus, en raison du frottement provoqué par cet épaulement, le matériau de l'outil doit être plus résistant à haute température que le matériau soudé. Par exemple, pour souder d'aluminium, les outils sont généralement fabriqués en acier dur comme le 4340. La vitesse de rotation, la vitesse d'avance et la force axiale sont demeurées les mêmes pour chaque essai réalisé. Les auteurs concluent que la tige taraudée cylindrique est la plus efficace. Les soudures n'avaient aucun défaut et l'apparition de grains plus fins dans la zone dynamiquement recristallisée s'est répercuté par l'amélioration de la dureté et des propriétés en traction. En ce qui concerne épaulement, celui offrant un rapport de diamètre de trois (diamètre épaulement / diamètre de la tige) s'est avéré le meilleur choix puisque la chaleur générée était ni trop grande ni trop faible. Les grains obtenus dans la zone soudée étaient donc plus fins et les propriétés de traction tout comme la dureté des soudures étaient supérieures. Finalement, l'outil fabriqué à partir d'acier à haute teneur en carbone a offert les meilleurs résultats.

Equipment :

Tous les appareils dotés d'un mandrin rotatif pourraient servir à faire du soudage par friction malaxage. Il requiert toutefois que celui-ci puisse fournir une force axiale assez importante pour réussir les soudures. Même si ce paramètre est rarement contrôlé, l'appareil doit être en mesure d'insérer l'outil dans le métal et de maintenir sa position. Ainsi, les machines d'usinage à commande numérique et les robots industriels sont aussi efficaces que les véritables

machines conçues strictement pour ce procédé. t

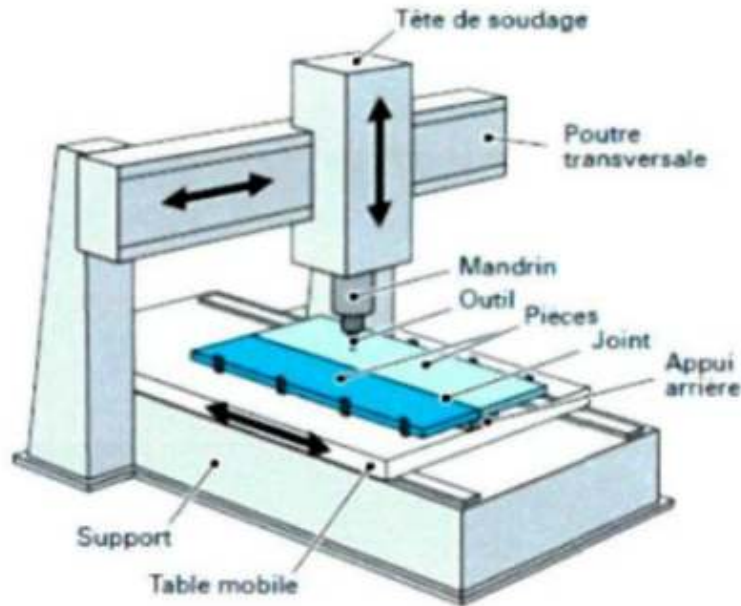


Figure 3-7 Machine typique pour le soudage par friction malaxage (4)

Cependant, peu importe le type d'appareil utilisé, il est primordial que les pièces à souder soient fixées solidement afin d'éviter les déplacements et de minimiser les déformations de celles-ci causés par les forces importantes du mandrin et des réactions aux appuis. Certaines machines utilisent un système de maintien par vacuum alors que la plupart des autres utilisent un système mécanique ou hydraulique.

1.2 : Mécanismes physiques du procédé et microstructure :

Le procédé de soudage par friction malaxage provoque de grandes déformations plastiques et d'importantes augmentations de température. Il en résulte une évolution de la microstructure du matériau qui influence les propriétés de celui-ci. Il est alors nécessaire de comprendre les changements au niveau des propriétés mécaniques et thermiques du matériau pour optimiser les paramètres de soudage et la résistance des soudures.

Au cours des années, plusieurs chercheurs ont tenté de modéliser mathématiquement les parties thermiques et mécaniques (contrainte et déformation) du procédé de soudage par friction malaxage. Des mesures expérimentales ont été réalisées pour déterminer les déformations mécaniques et les profils thermiques ont d'ailleurs été obtenus. Un survol de ces recherches est présenté ci-dessous pour les éléments suivants :

- > distribution de température;
- > écoulement du matériau;
- > microstructure.

1.2.2 Écoulement du matériau :

La dynamique du procédé fait en sorte que le matériau se déplace lors du passage de l'outil. L'augmentation de la température (légèrement en dessous du point de fusion) amollie le matériau ce qui permet de le déformer plus facilement et de le comparer à un fluide visqueux qui s'écoule autour d'un cylindre en rotation. Cet écoulement est entièrement lié à la géométrie d'outil ce qui rend très difficile la généralisation de ce mécanisme.

Plusieurs essais avec des vitesses de rotation différentes ont été réalisés et leurs conclusions ont été les suivantes :

- > pour des vitesses de rotation élevées, la matière tourne plusieurs fois autour de l'outil et se fait également transporter par celui-ci. Un mouvement vertical significatif est aussi observé ;
- > pour de basses vitesses de rotation et d'avance, un faible mélange de matière est observé à l'échelle macroscopique.

1.2.3 Microstructure :

Les multiples études concernant la métallurgie démontrent que les propriétés du matériau varient en fonction de l'historique de température auquel il a été soumis. En effet, le matériau cherche toujours à minimiser son énergie interne ce qui le force à réduire la taille de ses grains lorsqu'il subit une déformation, une hausse de température ou les deux.

Pour un temps de chauffage relativement court, les propriétés du matériau demeurent semblables (hormis la résistivité électrique) puisque celui-ci ne fait que réaligner ses dislocations. L'énergie interne du système est minimisée lors de cette étape appelée polygonisation. Cependant, lorsque la température devient supérieure à celle requise pour la polygonisation, un second phénomène se produit : la recristallisation. À ce niveau, de nouveaux joints de grains apparaissent progressivement jusqu'à l'obtention de nouveaux grains. Si la recristallisation est minime, les propriétés mécaniques demeurent presque identiques. Toutefois, celles-ci diminuent rapidement si le temps de maintien à haute température est suffisant pour permettre la croissance des grains.

CHAPITRE III : LE SOUDAGE PAR FRICTION MALAXAGE

Ces deux phénomènes sont présents dans la zone dynamiquement déformée, aussi appelée « nugget », lors du soudage par friction malaxage, puisque le matériau est soumis à de grandes déformations à haute température. Par contre, la recristallisation n'est pas complète et aucune croissance de grain n'a lieu. Il faut aussi préciser que, dans ce cas-ci, le terme recristallisation ne fait pas allusion à la présence d'une phase liquide dans le matériau car celui-ci demeure toujours en phase solide pendant le procédé de SFM. Finalement, dans cette zone recristallisée, une amélioration locale des propriétés du matériau est observée et celles-ci peuvent parfois être semblables à celle du matériau de base (la microstructure demeure néanmoins différente).

Au-delà de cette zone, il y a la zone affectée thermiquement « ZAT » qui est produite par une élévation des températures mais sans aucune déformation. Au-delà d'une certaine température, la microstructure en est affectée. Bien que la structure des grains soit semblable à celle du matériau de base, l'état de précipitation est très différent. Cette modification amène une baisse des propriétés mécaniques (dureté et résistance) qui n'est pas souhaitable. C'est pour cette raison que les études cherchent à minimiser l'apport de chaleur au matériau afin de diminuer le volume de matière affecté thermiquement. En bref, plus intrant de chaleur est minime, plus le matériau conserve ses propriétés de base. Ainsi, il est primordial de porter attention sur la distribution de la température et les changements microstructuraux dans le matériau pour comprendre ce mécanisme. Plusieurs études de microstructures ont été réalisées afin de visualiser les effets thermiques et mécaniques produits lors du procédé. À partir d'une coupe transversale d'une soudure et d'une visualisation macroscopique et/ou microscopique, il est possible de distinguer les trois zones caractéristiques du soudage par friction malaxage en plus du matériau de base. Ces zones sont présentées à la figure 8

> BASE : Matériau de base non affecté par la soudure;

> ZAT : Zone affectée thermiquement. Cette zone subit une élévation de température en ne subissant aucune déformation mécanique ;

> ZATM : Zone affectée thermo-mécaniquement. Le matériau dans cette zone subit des déformations mécaniques en plus d'une élévation de température ;

> NOYAU : Zone déformée et dynamiquement recristallisée, communément appelée par son nom anglais « nugget ». Dans cette zone, la matière est déplacée par le passage de l'outil. C'est la zone qui subit de fortes déformations à haute température (ce qui lui confère des grains entièrement

nouveaux et plus petits.

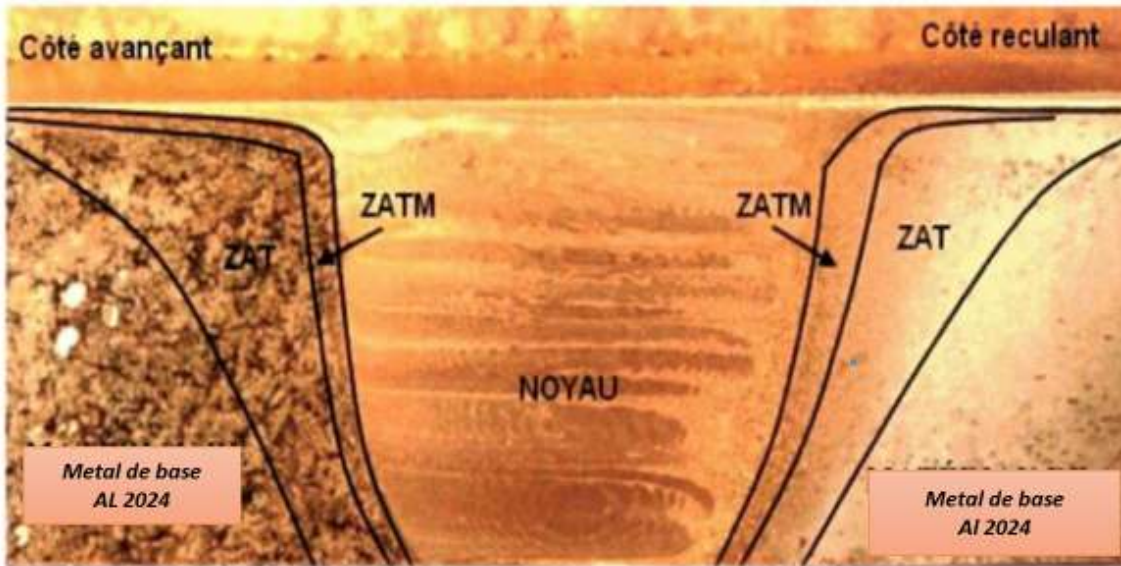
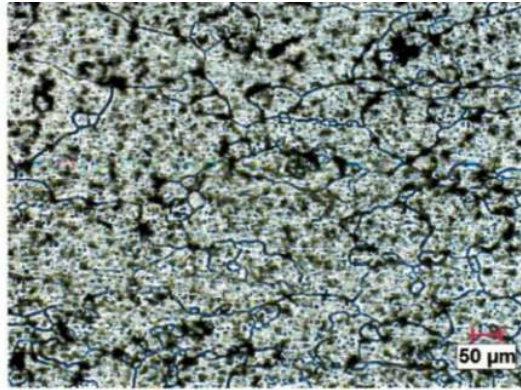
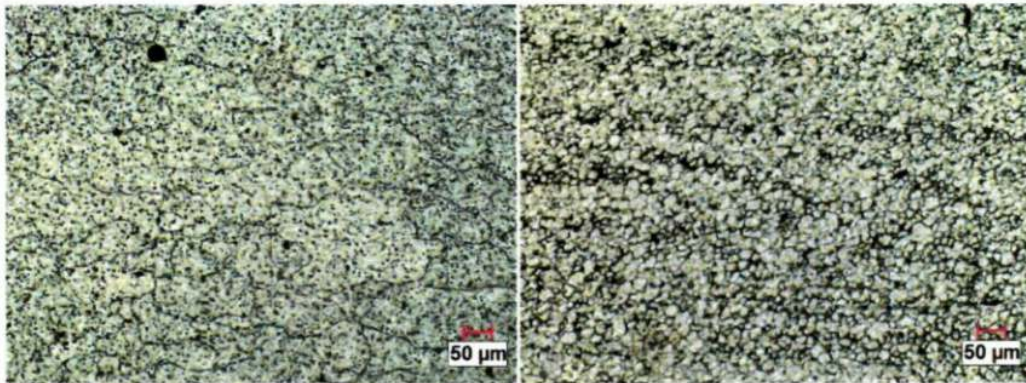


Figure 3-8 Coupe transversale d'une soudure asymétrique de 6.35 mm représentant les zones typiques du soudage.

Les figures 16 et 17 montrent la différence de la taille des grains entre le matériau de base» la ZAT, la ZATM et la zone dynamiquement recristallisée pour les alliages d'aluminium A1 2024-T3. Puisque la zone dynamiquement recristallisée subit de grandes déformations mécaniques et une montée en température, de nouveaux grains plus fins apparaissent, tel que décrit précédemment. Quant à la ZAT, les grains sont relativement similaires à ceux de la base alors qu'en s'approchant de la ZATM, les grains deviennent plus petits et orientés verticalement en raison des contraintes subies par le matériau. Dans le matériau de base, cet élément est situé aux joints de grains de façon allongé et rectangulaire tandis que dans le noyau.



A) Matériau de base



B) zone affectée thermiquement

C) Noyau

.Figure 3-9 Microstructure de l'aluminium AI2024-T3 après soudage par friction malaxage

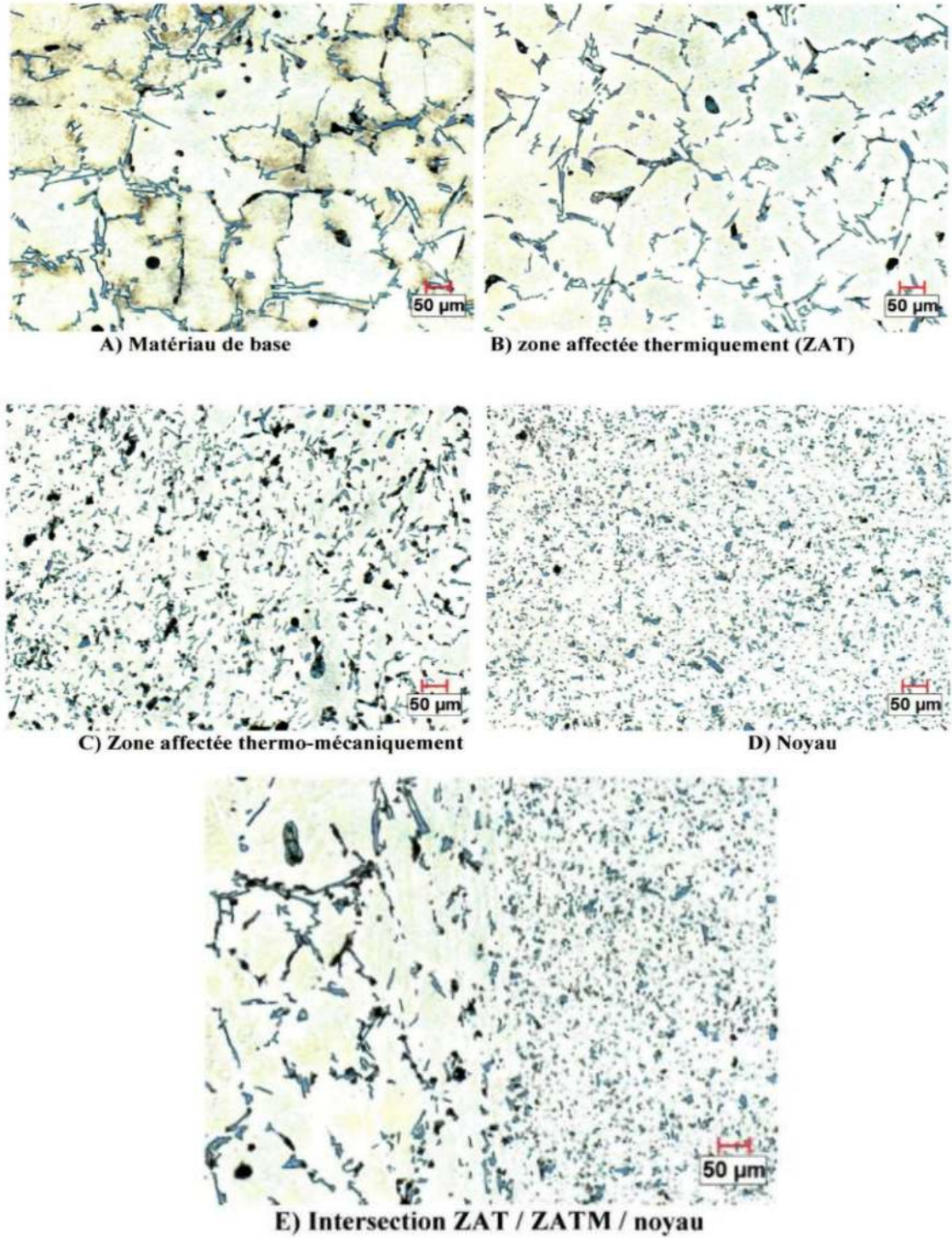


Figure 3-10 Microstructure de l'aluminium Al2024-T3 après soudage par friction malaxage.

En égard à ce qui précède, des études ont été réalisées afin d'obtenir un profil de micro-dureté sur une droite perpendiculaire à la soudure. Les profils de micro-dureté obtenus expérimentalement démontrent qu'il y a une légère dissymétrie entre le côté avançant et le côté reculant tel qu'illustré sur la figure si dessous .

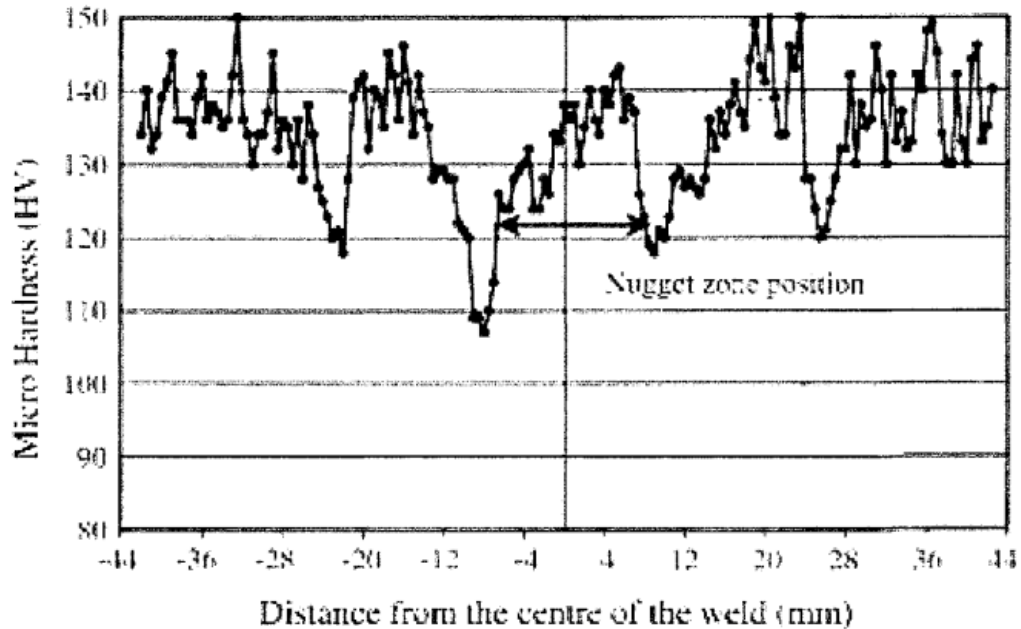


Figure 20 – profil de dureté mesure expérimentalement pour un rapport de vitesse (rotation /translation) .

B : Précipitation homogène dans l'alliage 2024 :

Nous ferons ici une description succincte des différentes phases observées dans nos matériaux d'étude. Une approche plus détaillée de la précipitation dans l'alliage 2024 se trouve en annexe.

B-1 Phases d'équilibre :

La phase durcissant qui précipite dans les alliages AlCuMg dépend de la quantité de cuivre et du rapport massique cuivre/magnésium ainsi que des paramètres de vieillissement. Si ce rapport est supérieur à 8, l'agent durcissant est alors Al₂Cu. Dans un alliage avec un rapport compris entre 4 et 8 deux types de précipités sont activés (Al₂Cu et Al₂CuMg). Entre 4 et 1,5 seul Al₂CuMg

contrôle les propriétés ; en dessous de cette proportion les propriétés dépendent de Al_6CuMg_4 . Pour notre étude nous avons utilisé un $Al-3,98Cu1,48Mg$ (pds %), par conséquent ce rapport est proche de 2,7 et la phase d'équilibre est la phase S Al_2CuMg .

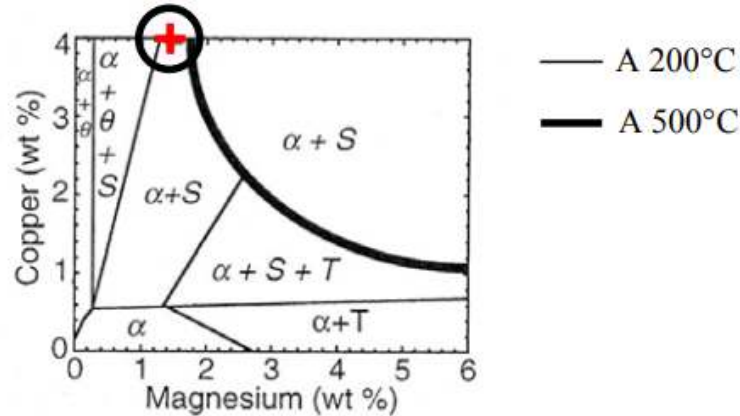


Figure 3-11 diagramme de phase d'un alliage ternaire $AlCuMg$.

La croix donne la position de notre alliage

La première séquence de précipitation de la phase S fut établie par Bagaryatskii [Bagaryatskii 1952a et b] : Solution solide sursaturée $\alpha \rightarrow$ zones GPB \rightarrow Phase S'' \rightarrow Phase S' \rightarrow Phase S avec zones GPB pour zones de Guinier-Preston-Bagaryatskii. Ce nom fut donné par Bagaryatskii pour différencier les amas d'atomes observés dans les alliages ternaires $AlCuMg$, des zones Guinier-Preston se formant dans les alliages binaires $Al-Cu$. Cette séquence de précipitation est encore très controversée, on se reportera à l'annexe 1 pour le détail des mécanismes proposés. Au cours de notre étude nous nous sommes intéressés à deux états initiaux de l'alliage 2024, l'état T3 et l'état T6.

b-2 précipités initialement présents dans l'alliage 2024 t3 :

A maturé à température ambiante après une trempe, par conséquent il est durci par des zones GPB. Ces zones GPB se forment à une température proche de 80°C et se dissolvent à 200°C. Leur structure n'a pas été définitivement établie mais il est généralement admis qu'elles se

composent d'un arrangement d'atomes de Cu et de Mg (Fig.13).

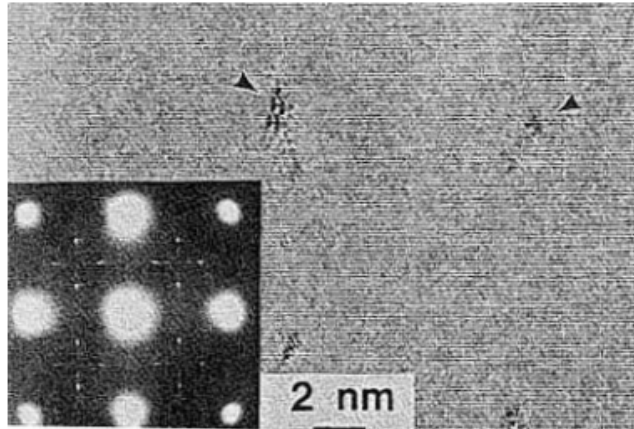


Figure 3-12 Image de zone GPB par cliché de diffraction associé.

Les zones GPB ne sont pas observables par MET conventionnelle, c'est pourquoi une étude complémentaire par DSC (Différentiel Scanning Calorimétrie) a été menée. Sur la courbe de DSC d'un alliage Al-Cu-Mg trempé après mise en solution, le pic A est apparenté à la formation des zones GPB et le point B a leur dissolution. L'origine du point C est encore controversée. Pour certains auteurs [Bagaryatskii 1952 a et b] [Cuisiat 1984] [Ratchev 1998] [Zahra 1998] [Charaï 2000] il serait lié à la dissolution d'une phase métastable S". D'autres auteurs [Silcock 1960] [Wilson 1965] [Jena 1989] [Shih 1996] [Ringer 1997a et b et 1998] ne remarquent pas de précipités S" mais une simple mise en ordre des zones GPB que l'on nomme parfois GPB2. Par conséquent, le point C serait lié à la dissolution des zones GPB2. Dans notre étude, nous apparenterons les points B et C à la dissolution d'une seule phase que nous appellerons zones GPB.

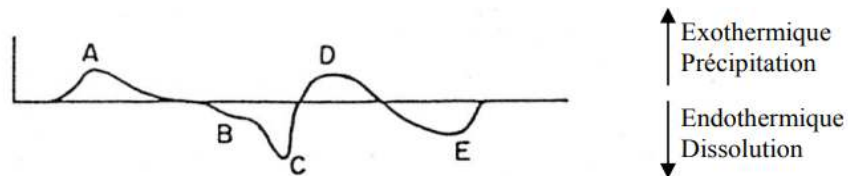


Figure 3-13 Diagramme DSC d'un AL-Cu-Mg après mise en solution .

A : Formation des zone GPB , B : dissolution des zone GPB , C : Dissolution des zone GPB2 OU S'', D : Formation de la phase S'(S) et E : Dissolution de la phase S'(S) (Jena 1989)

B-3 Précipités initialement présents dans l'alliage 2024 T6 :

L'alliage 2024 T6 a été traité thermiquement afin d'atteindre le pic de dureté. La phase durcissant de cet état est la phase S'(Fig. 15 et 16). Nous voyons sur le diagramme de DSC (Fig.I.14) qu'il n'existe pas deux pics distincts pour la précipitation de la phase S' semi-cohérente et pour la précipitation de la phase S incohérente (pic D). Le pic D en DSC serait lié à la précipitation de la phase S' puis à sa mise en ordre aboutissant à la phase S. Quasiment tous les auteurs considèrent que la phase S' est une version un peu distordue de la phase S. Gupta [Gupta 1987] montre que les structures cristallographiques des phases S' et S sont les mêmes et que seuls les paramètres de maille sont légèrement différents. Par conséquent, les états S' et S étant de nature très proche ils sont souvent regroupés sous la nomination S'(S). Le pic D est donc associé à la précipitation de la phase S'(S) et le pic E à sa dissolution.

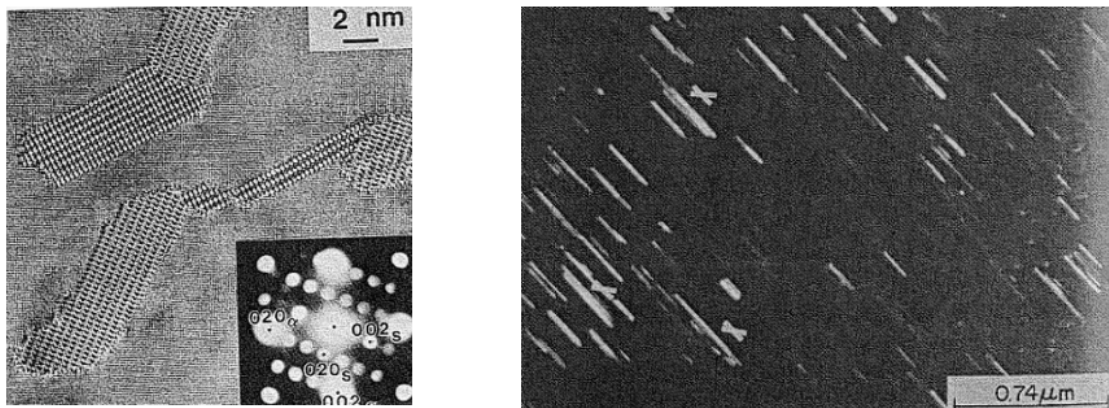


Figure 3-14 Image des précipités S' en HREM et cliché de diffraction associé, AL-Cu-Mg 500h à 150°C (pic de dureté)

Figure 3-15 précipités d'un alliage, AL-Cu-Mg vieilli 7 jours à 190°C (champ sombre) .

B-3-1 Structures cristallographiques des phases S' et S :

Plusieurs modèles ont été proposés pour définir la maille cristallographique de la phase S'(S). Cependant, de nombreux auteurs (Perlit 1943) (Mondolfo 1976) (Majimel 2002)

(Radmilovic1999) s'accordent à dire que la maille est orthorhombique de groupe d'espace cm et de paramètres de maille $a=0,4nm$ $b=0,923nm$ et $c=0,714nm$ avec une variation maximale de $8.10^{-3} nm$ entre les modèles (Fig.17). La maille se composerait de 16 atomes avec la répartition $Al:Cu:Mg = 2:1:1$. Les principales controverses entre ces auteurs portent sur les positions atomiques du cuivre et du magnésium. D'autres auteurs [Yan 1990] [Cuisiat 1984] présentent une variation du groupe d'espace et du nombre d'atomes par maille, cependant différentes études comparatives [Pérez 1997] [Wolverton 2001] confortent le premier type de modèle.

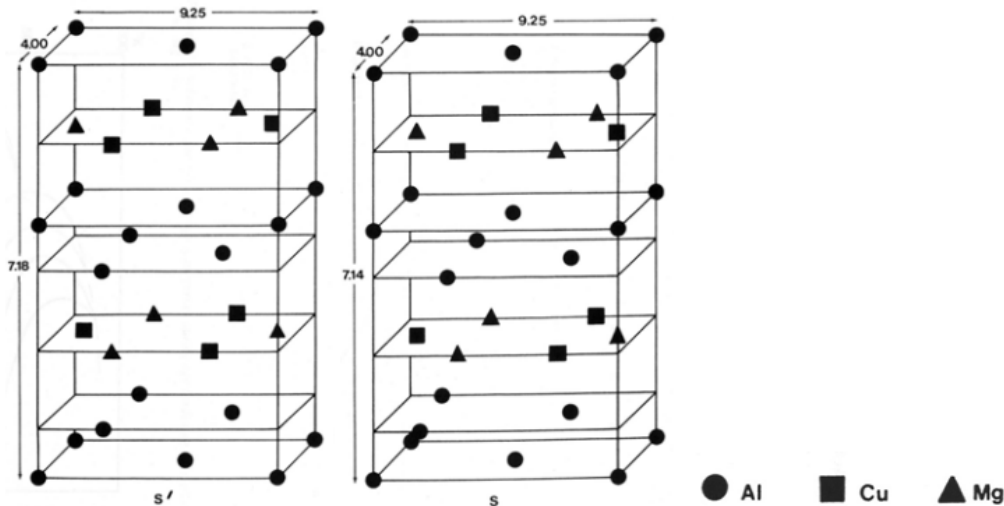


Figure 3-16 Structure cristallographique de la phase S' et S (Mondolfon1976)

D : Interactions précipitation, déformation, recristallisation :

Durant le soudage les mécanismes de restauration, de recristallisation et de précipitation sont mis en jeu. Ces phénomènes peuvent être dynamiques ou statiques mais aussi interagissent les uns avec les autres. Cette partie développera brièvement les interactions possibles entre ces mécanismes pour des alliages durcis par la phase S.

D-1 Influence des dislocations sur la cinétique de précipitation :

Bardi et co-auteurs [Bardi 2002] se sont intéressés à la précipitation dynamique de la phase S, dans un alliage 2024, par des essais de torsion à chaud. Cette étude fait intervenir les interactions entre les dislocations, la restauration et la précipitation. Afin d'accommoder la différence de taille entre les atomes d'aluminium et les atomes de solutés, les éléments d'alliage

ségrégent sur les dislocations, ce qui facilite la germination de précipités. Durant le chauffage et la stabilisation en température de l'essai de torsion, il n'y a pas de germination. La précipitation prend place uniquement lors de la déformation à chaud avec une cinétique très rapide à cause de la forte densité de dislocations. A basse température, il se forme des zones GPB et de la précipitation fine et cohérente. A haute température, c'est la forme métastable S' voire la forme stable S qui précipite, ce qui induit une augmentation de la conductivité électrique et une chute de la dureté. Nous voyons que le comportement d'un matériau déformé puis recuit et d'un matériau déformé à chaud est différent. Le matériau déformé puis recuit précipite de façon semi-cohérente, voir incohérente, immédiatement en induisant une haute conductivité électrique. Par contre le matériau déformé à chaud, à la même température, ne précipite que des zones GPB. En effet, dans le premier cas, la densité de dislocations est très importante dès le début du recuit ce qui accélère et favorise la précipitation hétérogène. Dans le cas du matériau déformé à chaud, il y a moins de dislocations et la température n'est pas assez haute, ce sont donc les zones GPB qui germent de façon homogène.

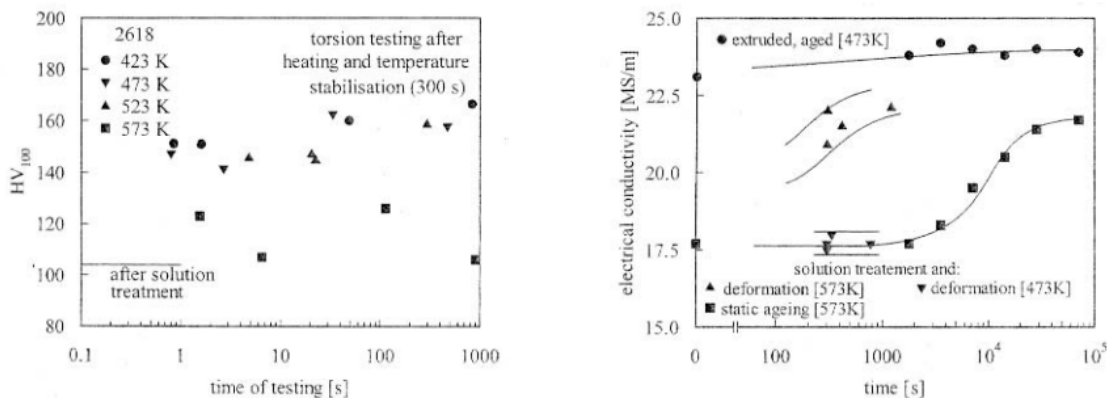


Figure 3-17 Evolution de la dureté en fonction du temps pour différentes températures .

Figure 3-18 Evolution de la conductivité électrique en fonction du temps . Echantillon recuit après remise en solution (carré) ,essais de torsion a chaud (triangles) , échantillon extrudé puis recuit (rond) .

Ferragut et Somoza [Ferragut 1999] ont montré, dans un alliage 2024, que plus la déformation est grande avant recuit plus le pic de dureté, induit par la précipitation fine de S'(S), est atteint rapidement.

D-2 Interaction entre la restauration et la précipitation :

Les dislocations s'accumulent jusqu'à ce que la force motrice emmagasinée déclenche la restauration. A ce moment là, un équilibre se crée entre la formation et l'annihilation des dislocations. Le mécanisme est plus complexe quand l'alliage présente de la précipitation dynamique. Si ces précipités sont suffisamment fins, ils vont ancrer les dislocations qui deviennent peu mobiles, ce qui freine la restauration. En croissant, ces précipités ont un effet d'ancrage moins efficace et la restauration devient de nouveau possible. En conclusion, nous avons vu que la déformation avait tendance à accélérer la cinétique de précipitation de la phase S, qui à son tour peut ralentir fortement la restauration. La microstructure dépend donc de la cinétique de création et d'annihilation des dislocations ainsi que de la cinétique de la germination et de la croissance des précipités.

D-3 Interaction entre la précipitation et la recristallisation :

La restauration induit la migration de sous joints de grains qui s'enrichissent en dislocations. Ce phénomène induit l'augmentation de l'angle de désorientation des sous joints de grains qui finissent par devenir des joints de grains. Par la suite, la recristallisation remplace la restauration. Jones et Humphrey [Jones 2003] ont mis en évidence l'effet de la précipitation sur la recristallisation à partir d'un alliage Al déformé puis recuit (Fig.). A basse température (TA) la recristallisation est plus rapide, elle se termine avant le début de la précipitation. Par ailleurs, entre les deux températures A et B, la recristallisation et la précipitation sont en compétition. Les

mêmes conclusions ont été tirées par Ryu et Lee [Ryu 2002] sur un alliage 8011.

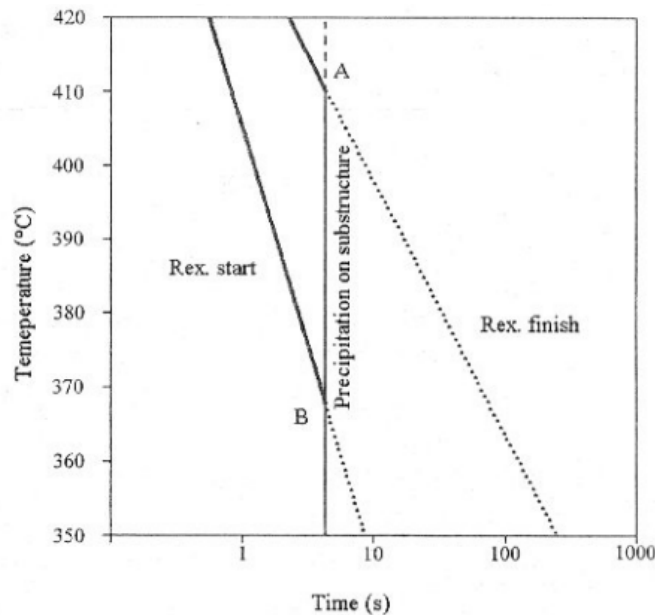


Figure 3-19 Représentation semi-quantitative de l'interaction entre la précipitation et la recristallisation (Jones 2003)

D-4 Synthèse :

La déformation à chaud d'alliages à durcissement structural se caractérise par la présence simultanée de la déformation, de la recristallisation et de la précipitation. La microstructure résultante est influencée par ces trois processus et leurs interactions complexes. Comme nous l'avons vu précédemment, la cinétique de précipitation peut être accélérée par la présence de défauts tels que les dislocations, les joints et sous joints de grains. Par conséquent, la restauration ralentit la précipitation et en contrepartie la précipitation bloque le mouvement des dislocations et donc la restauration. Une autre compétition similaire se produit entre la précipitation et la recristallisation. Dans ce cas, la précipitation bloque le mouvement des joints de grains et donc la recristallisation. De la même façon, la recristallisation diminue le nombre de dislocations et donc le nombre de sites de précipitation. De nombreux modèles ont été développés, décrivant les interactions complexes entre ces trois phénomènes, afin de prédire l'évolution de la microstructure après déformation à chaud.

CHAPITRE III : LE SOUDAGE PAR FRICTION MALAXAGE

Additifs en ceramiques lors du soudage FSW :

Principe :

Le principe de l'addition des céramiques lors du soudage FSW (Fed Friction Stir FFS technology) consiste à introduire une poudre en céramique comme renfort durant le soudage par friction malaxage. La figure suivante montre le principe le plus répandus pour utiliser cette technique.

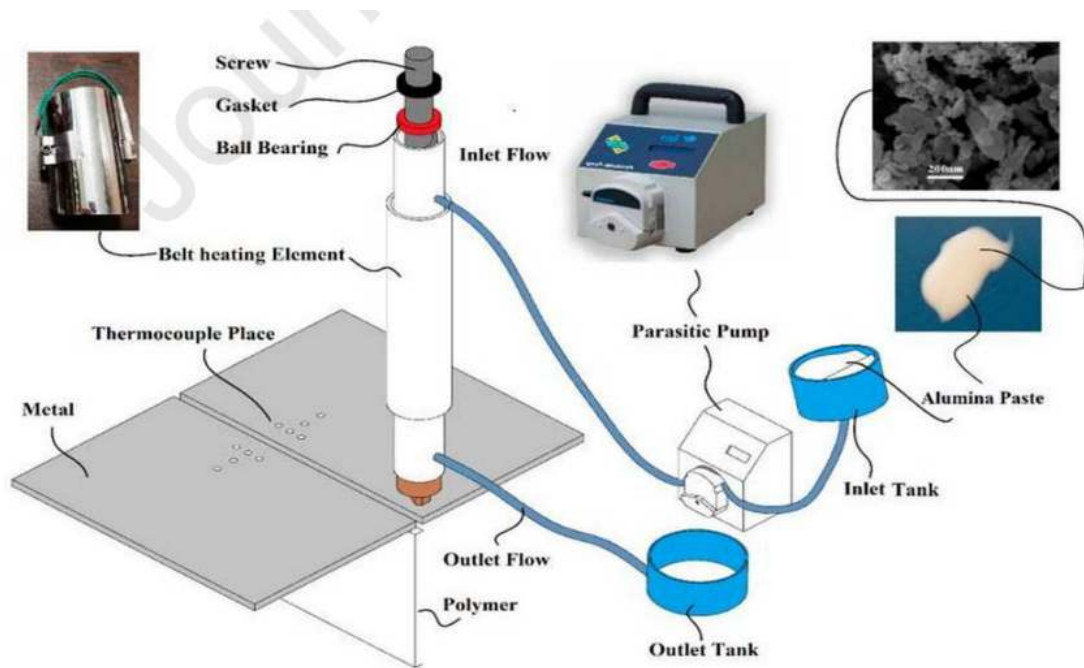


Figure 3-20 Figure montrant le Fed Friction StirTechnologie.

Le principe c'est d'introduire la céramique par le biais d'une pompe ou la céramique en poudre est mélangée avec un bon solvant , formant une pate. Cette pate est ensuite introduite par des canalisations avec une certaine pression lors du soudage FSW. Un espace bien définit doit être présent entre les deux pièces (tôles).

Autre méthodes d'introduction du renfort lors du FSW :

Abdollahzadeh et al, Ont utilisé une autre méthode lors de la fabrication de joints soudées par friction malaxage en introduisant des particules nanométriques en SiC (carbure de silicium). Le principe est d'usiner une raille a l'intérieur des deux tôles ou la poudre est insérer et compacte a main. Comme montrée dans la figure suivante.

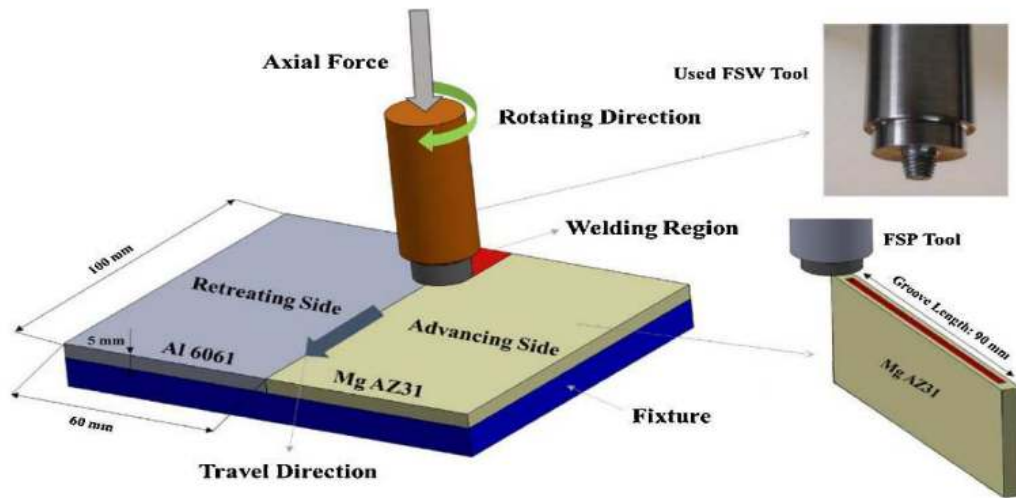
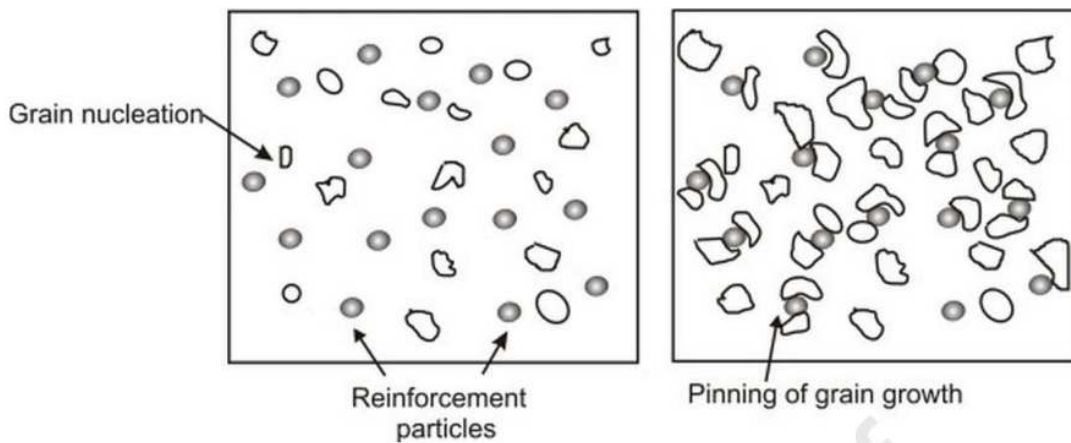


Figure 3-21. principe du FFS démontrée par abdollahzadeh et al.

Effet des renforts en céramiques sur la microstructure :

L'effet de la céramique lors de son introduction dans le FSW d'une tôle métallique est semblable à celui des composites à matrice métallique. On connaît deux effets sur la microstructure (les joints de grains) du métal : la première est le pinning effect sur les joints de grains ou ça génère le grossissement des grains et cependant, une microstructure à grains fins voit le jour. Le deuxième effet est le durcissement par mécanisme d'Orowan, ou le renfort particulaire va gêner le mouvement des dislocations lors du chargement (traction ou compression) ce qui engendrera une augmentation des propriétés mécaniques.



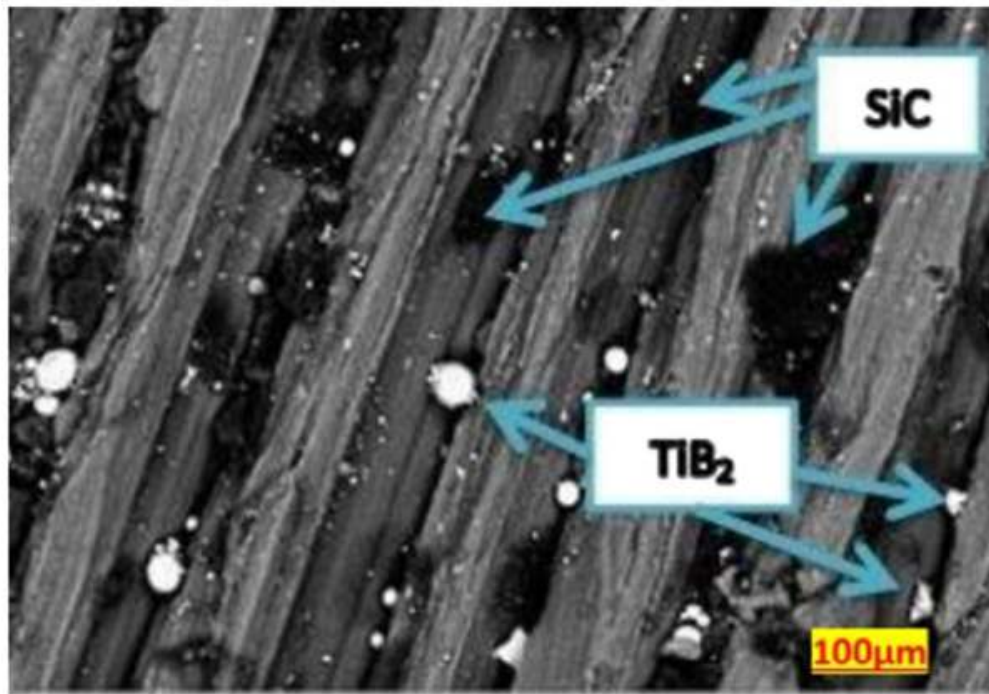


Figure 3-22 Images MEB d'un alliage 6061 soude et renforcée par FFS / 5% massique SiC et 10% massique TiB₂.

Ashraff Ali et al. ont soudées des tôles en aluminium série 6000 par FSW en introduisant deux céramiques en poudres comme renforts : le SiC et le TiB₂ (diborure de titane). La figure X montre une image par microscopie électronique balayage ou ça montre que les céramiques ont bien été intégrée dans la matrice d'Al 6061.

Effet des renforts sur la micro-dureté :

Dans la suite de l'étude d'Ashraff Ali et al. des analyses de micro-duretés sur les joints soudés ont montré une augmentation des valeurs de duretés dans la zone soudée où la céramique SiC et TiB₂ ont été présents dans la microstructure. Ceci a été expliqué par les deux mécanismes cités au paravent : pinning effect (raffinement de grain et le durcissement par mécanismes de contournement d'Orowan). La figure montre différents pourcentages du renfort, et son effet sur la micro-dureté, comme montrée dans la figure suivante :

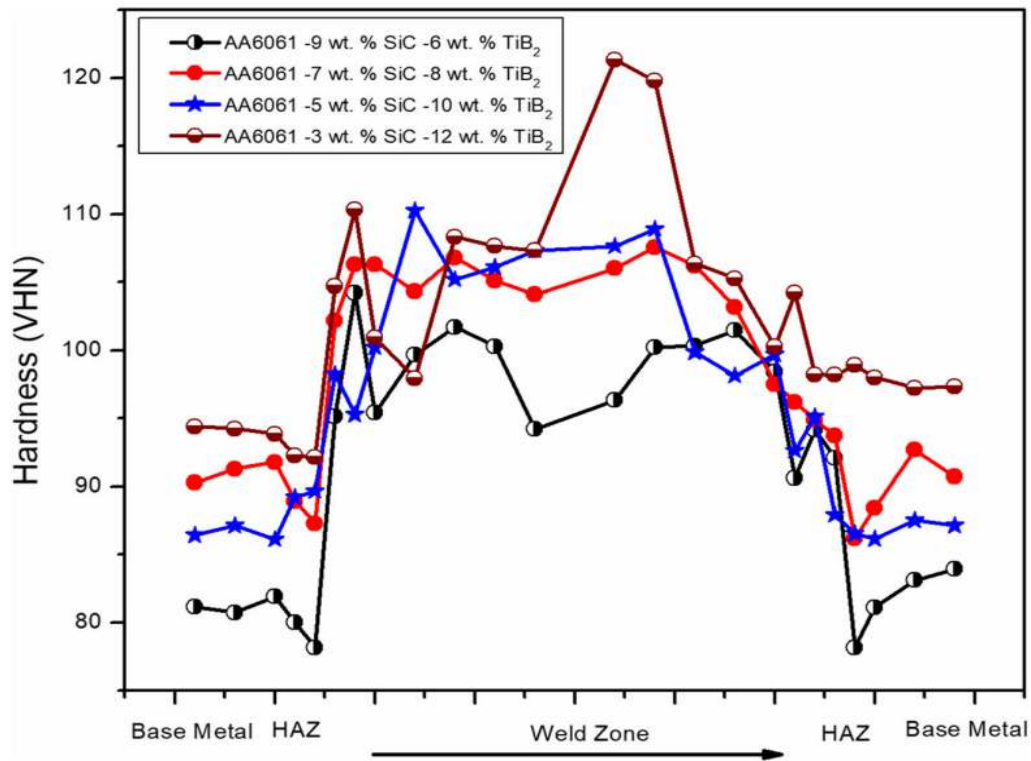


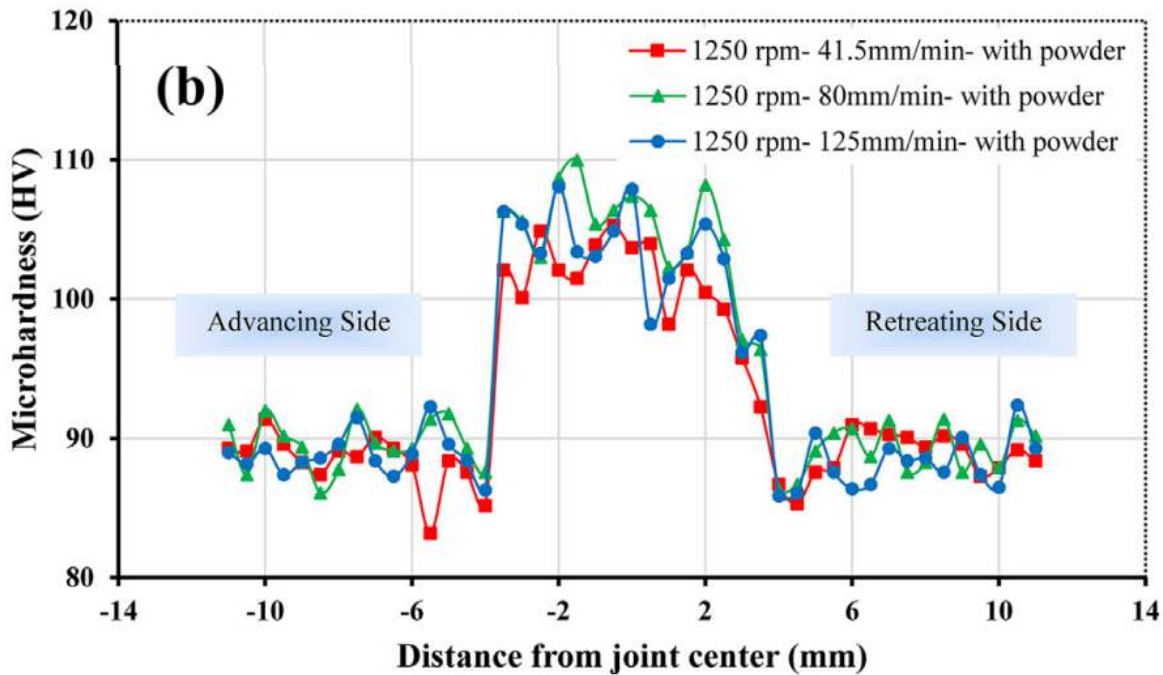
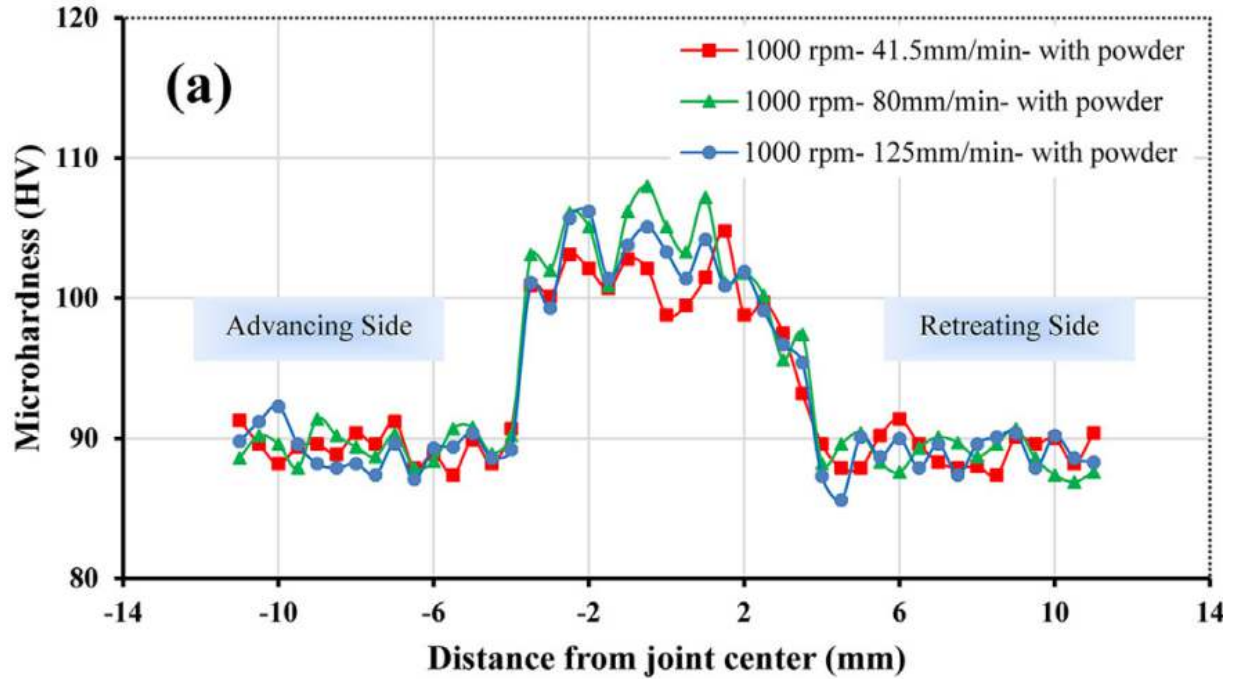
Figure 3-23 : effet des renforts : SiC et TiB₂ sur la micro-dureté des joints soudés d'un alliage 6061.

Effet de la vitesse rotationnelle et transversale sur la micro-durtie sur le métal de base et la zone soudée :

La mesure moyenne de micro-dureté de 30 points dans 5086-H34 aluminium était 89 2,2 HV. Le brassage de frottement soudage sans poudre (spécimen CS) a augmenté cette quantité à 96,5 HV. La fig. 1 présente le profil de micro-dureté pour SP1 à SP6 échantillons, qui ont été FSWed avec de la poudre SiC. Dans tous les composites des échantillons, les valeurs de micro-dureté étaient supérieures à celles de le métal de base et l'échantillon FSWed sans poudre SiC.

Micro-dureté des échantillons FSW contenant des particules SiC

concerne directement la taille du grain, la densité de dislocation, la teneur en particules, ainsi que l'apport de chaleur. Selon le célèbre Hall–Petch relation, la plus petite taille de grain se traduit par des valeurs de dureté p



En outre, les dislocations générées en raison de l'inégalité thermique coefficient d'expansion de la matrice et les résultats de la phase de renforcement dureté plus élevée. Les particules de renforcement, en fait, ont double effet sur la dureté. Le premier est dû à la nature dure de SiC particules et la seconde concerne l'effet des particules sur grain frontière épinglage.

Contrairement à cela, la réduction de la dureté pourrait ont lieu en raison de l'effet de recuit associé à l'apport de chaleur.

À vitesse de pointage constante, en augmentant la vitesse de rotation de 1000 à 1250 rpm, la micro-dureté moyenne du SZ a augmenté.

Cette augmentation pourrait être due à l'effet de la taille du grain, dislocation densité, et présence de particules de renforcement pour améliorer la valeur de dureté. À côté, SP2 et SP5 spécimens avec la vitesse de 80 mm/min ont montré une dureté plus élevée par rapport aux autres modèles à vitesses de parcours différentes, en raison de leur finesse granulométrie.

On remarque à la fig. 1 que les valeurs de micro-dureté côté de l'avancement sont légèrement plus élevés que le côté de la retraite, parce que le matériau s'écoule du retrait vers le côté avançant pendant FSW . Variation des valeurs de micro-dureté dans la zone d'agitation aux différentes caractéristiques microstructurales, taux de déformation à l'intérieur de la zone d'agitation et orientation différente des grains dans la zone de brassage, qui résultats anisotropie micro-dureté à travers le centre de la zone d'agitation. En outre, les fluctuations du profil de micro-dureté peut être dû à l'existence de régions riches en SiC et sans SiC.

3.2.1.2. Effet du nombre de passages de TQF sur la micro-dureté de FSWed échantillons :

La fig. 2 montre les variations de micro-dureté de FSWed échantillons avec ou sans particules SiC et utilisant nombre différent de passages à des vitesses de rotation et de 1250 tr/min et 80 mm/min. Avec déplacement de la direction de rotation entre les passes, l'emplacement du côté avancé et du côté en retrait variera de manière interchangeable et donc la microstructure et les variations de dureté des côtés avançant et reculant seront nivelé et donne un profil plus symétrique de micro-dureté. On peut voir à la Fig. 2 que l'augmentation du nombre de passages augmenté la micro-dureté des échantillons FSWed, de manière significative. Cette pe être expliquée par une meilleure distribution des particules SiC, réduit taille des grains et plus de dislocations générées

par rapport à autres spécimens FSW.

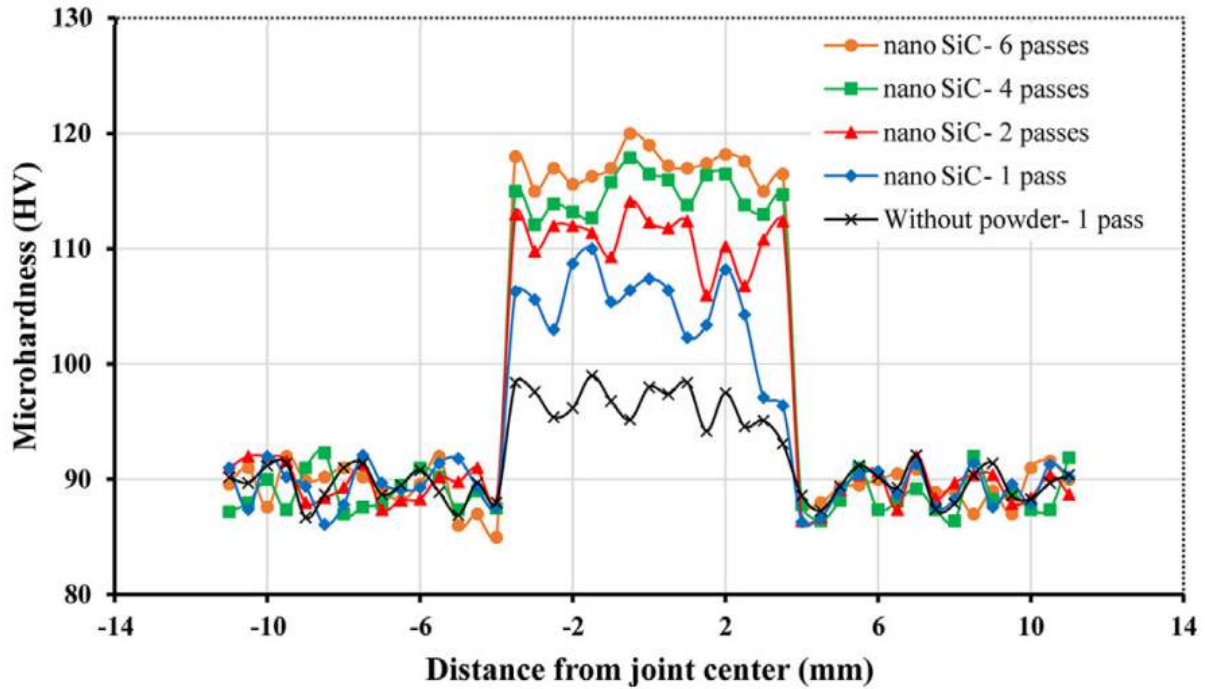


Figure 3-24 : Profils de micro-dureté le long de la section transversale de FSW à un et à plusieurs passages spécimens avec et sans SiC (CS, SP5, MP1, MP2, spécimens MP3).

Conclusion :

Le soudage par friction malaxage provoque un durcissement de l'alliage 2024 par l'introduction de dislocations à chaud et par la diminution de la taille des grains grâce à une recristallisation dynamique dans les zones fortement déformées (ZATM et noyau). Bien que l'alliage 2024 T3 ait un état initial proche de l'alliage 5251, le matériau connaît un fort adoucissement à travers la soudure. Cette chute de dureté est provoquée par une précipitation de type S'(S) de plus en plus grossière au fur et à mesure que l'on se rapproche du noyau. D'autre part, la température élevée atteinte dans le noyau entraîne une précipitation partielle et donc, de retour à température ambiante, une augmentation de la dureté par maturation.

Nous avons pu remarquer que l'état initial de la tôle n'avait aucune influence sur la microstructure des joints soudés dans les zones fortement déformées, ZATM et noyau, et ce pour les deux alliages. Dans ces zones, les conditions de déformation et de température sont telles qu'elles transforment complètement les structures jouant sur les propriétés des joints, taille de grains et densité de dislocations pour l'alliage 2024 et état de précipitation.

Chapitre IV

Partie expérimental

CHAPITRE IV : PARTIE EXPERIMENTAL

Introduction :

L'objectif de notre travail est de synthétiser la phase MAX Cr₂AlC sans avoir à utiliser une protection sous gaz d'argon (Ar).

Selon l'objectif de cette étude nous nous sommes penchés sur une nouvelle technique expérimentale que les chercheurs ont découvert en utilisant des sels nommé le KClNaCl et leur eutectique (NaCl_KCl) en l'an 2019, Dash et al. [5].

3.2 Elaboration :

L'élaboration des échantillons sera des poudres selon leur forme finale, la technique utilisée se fera dans un four à moufle dans une atmosphère sous air. Pour empêcher l'oxydation des poudres (produits initiaux), on va :

-Synthétiser la phase MAX Cr₂AlC par les sels suivants KCl et NaCl et leur eutectique (NaCl_KCl) à différents température et temps au laboratoire LERTI Université de Bida 1.

3.3 Mode opératoire :

Les caractéristiques de poudres utilisées pour la synthèse de la phase MAX Cr₂AlC sont regroupé dans le tableau suivant :

Elément	Taille de la poudre	Marque	Pureté
Cr	400mesh	BIOCHEM	99.0%
Al	25microns	BIOCHEM	98.0%
C	2 microns	PROLABO	99.99%

Tableau 4-1 : conditions tribologiques utilisés pour les trois systèmes composites.

CHAPITRE IV : PARTIE EXPERIMENTAL

Les figures suivantes montrent les poudres utilisées dans ce travail :



Figure 4-1 : Poudres utilisées pour la synthèse du Cr_2AlC .

3.3.1 Pesage :

Tout d'abord on a fait un mélange homogène de 5g des poudres ($n_{\text{Cr}}=2\text{mol}$, $n_{\text{Al}}=1\text{mol}$, $n_{\text{C}}=1\text{mol}$) pour la phase Cr_2AlC une balance de précision 0,0001g.

La figure suivante montre le mélange de poudres pesée :



Figure 4-2: balance analytique de précision ADAM

On ajoute une quantité de 5g une fois avec le KCl et une autre fois avec le NaCl et aussi avec l'eutectique (NaCl_KCl) .

On obtient à la fin :

- Trois mélange de Cr_2AlC avec les sels citez (KCL,NaCL,KCL_NaCL).

3.3.2 Broyage :

On a fait le broyage de chaque mélange en utilisant un mortier en agate, puis on les remets dans des boites et on ajoute des billes pour avoir une bonne homogénéité des poudres en les agitant, les poudres ont été homogénéisé pendant une période de 24 h.



Figure 4-3: Mortier et pillon.

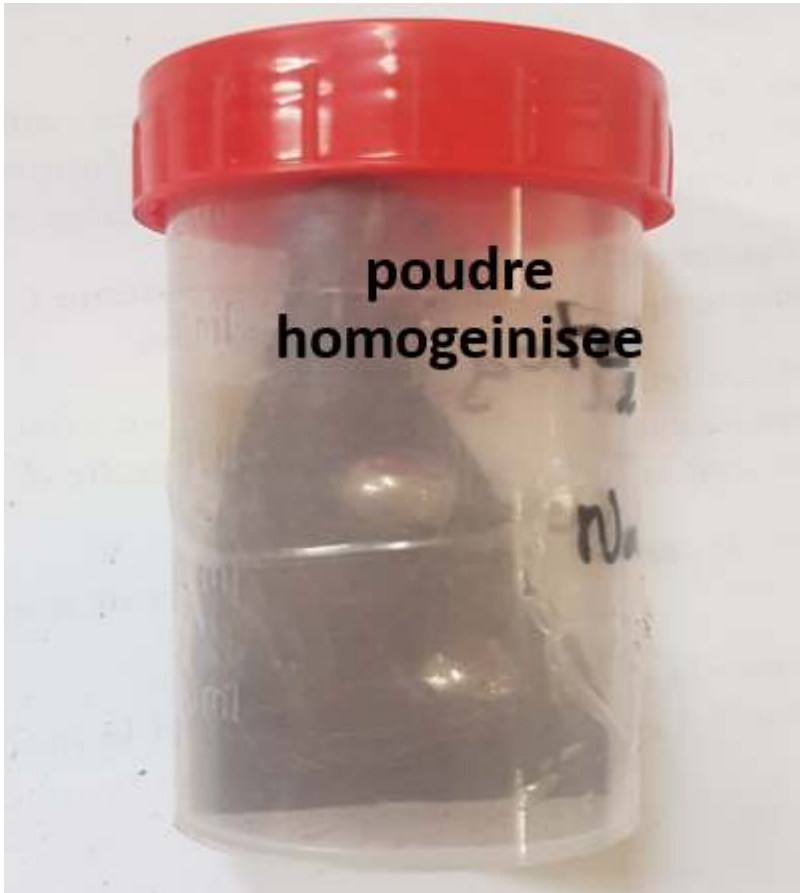


Figure 4-4:poudre homogeinisée.

3.3.3 Compactage :

Après avoir mélangé les poudres, ils ont été mis dans le dispositif de compactage (montré sur la figure 3.7), trois pastilles pour chaque température et temps et chaque sel ont été préparé.

La pastilleuse utilisée est montrée sur la figure suivante :

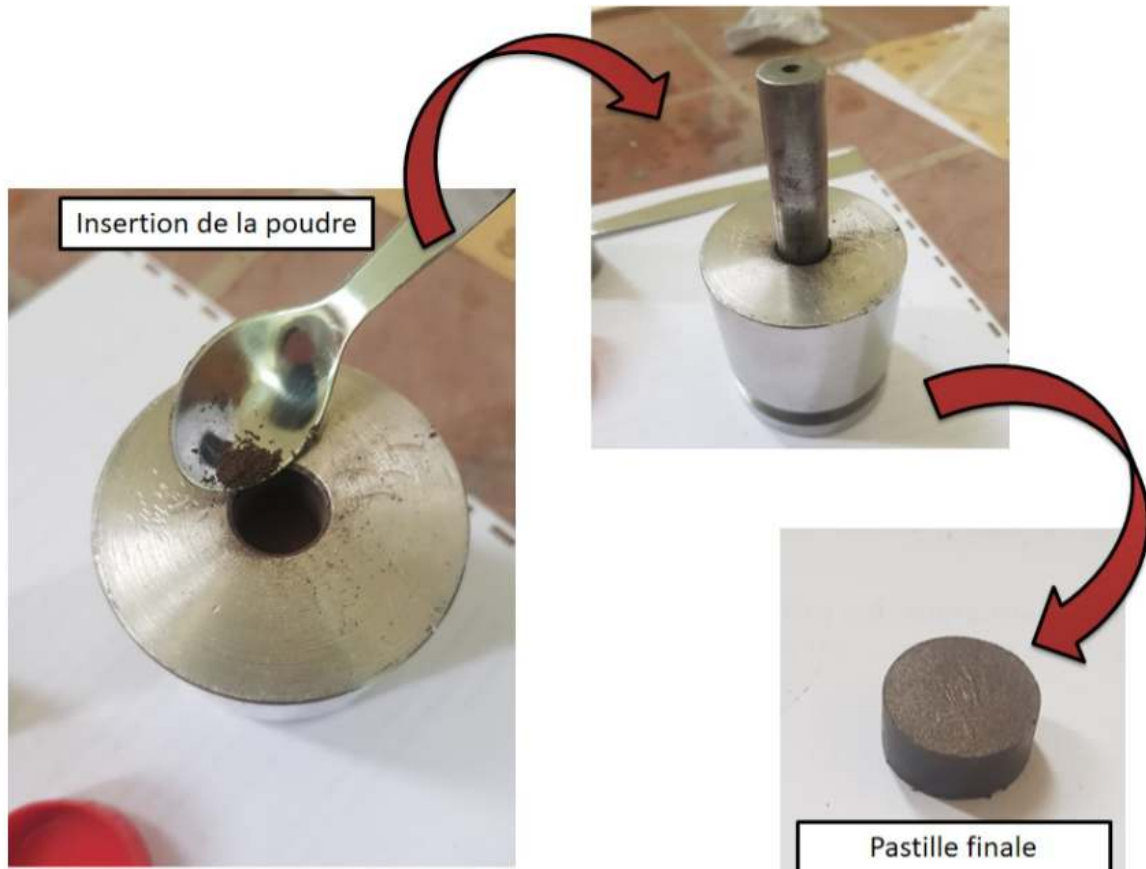


Figure 4-5 : La pastilleuse utilisé.

Figure4-6 : compacteurs de l'atelier capacité maximale 50 tonnes.

Après avoir mis la poudre dans le dispositif, la poudre a été compacté avec une pression de 10 tonnes.

3.3.4 L'encapsulation :

On met la poudre compacté dans le dispositif d'encapsulation avec les sels protecteurs utilisés ensuite on le pose dans la pastilleuse avec une pression de 10 tonnes comme montré dans la figure 3.9a. Les pastilles des poudres destinées au frittage doivent être encapsulé et entouré par le KCl puis NaCl ensuite l'eutectique (KCl_NaCl) de la manière suivante (figure 3.9):

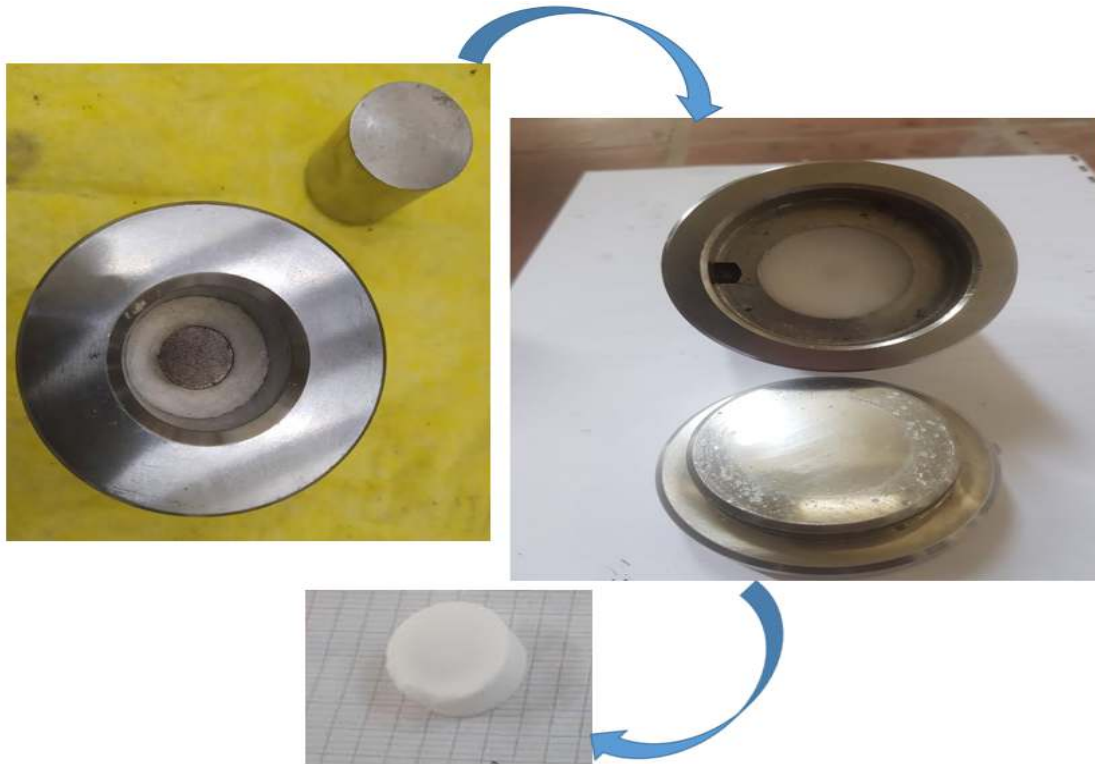


Figure4-7 : la pastille entourée par le sel dans le dispositif.

Une fois le compactage et l'encapsulation sont terminés, les échantillons seront prêts à être mis dans le four. La figure suivante montre les pastilles (poudres réactif) après encapsulation par nos sels.

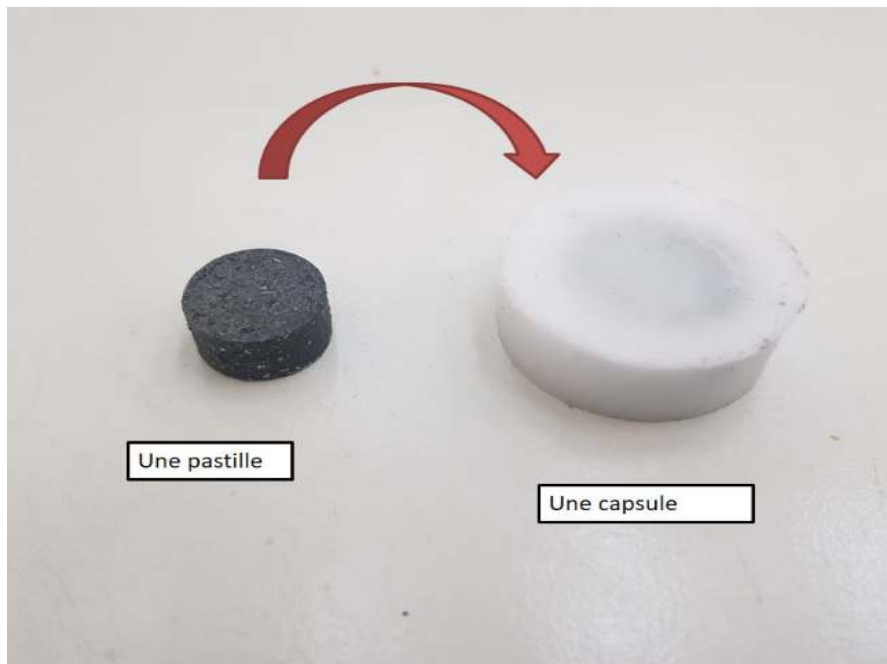


Figure 4-8 : une pastille encapsulée avec l'un de nos sels.

3.3.5 Frittage :

On immerge les capsules dans les sels qu'on a préparé à l'intérieur des creusées pour assurer une bonne protection contre l'oxydation à haute température. Les creusets doivent être remplis entièrement par le sel (en poudre) pour assurer une protection complète après que les sels deviennent liquides dans le four.

La figure suivante montre une capsule entourés par le KCl (exemple) dans le creusé



Figure 4-9 : une capsule entourée par le KCl

L'élaboration des échantillons dans le four se répartissent en différentes températures pour savoir à quelle température on atteint la phase prévisible, le taux de chauffage pour chaque température est de $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$:

- A 900° : le temps qui a été pour atteindre cette température été de 3h, ensuite un temps de maintien de 1h après on a laissé les échantillons refroidir dans le four.

CHAPITRE IV : PARTIE EXPERIMENTAL

- A 1000° : le temps qui a été pour atteindre cette température été de 3h 20 min, ensuite un temps de maintien de 1h après on a laissé les échantillons refroidir dans le four.
- A 1100° : le temps qui a été pour atteindre cette température été de 3h 40 min, ensuite un temps de maintien de 1h, après on a laissé les échantillons refroidir dans le four.
- A 1200° : le temps qui a été pour atteindre cette température été de 4h, ensuite un temps de maintien de 1h, après on a laissé les échantillons refroidir dans le four.

La figure suivante représente le four utilisé dans ces expériences, le four est un four à moufle (NABERTHERM B180).



Figure 4-10 :un four à moufle (NABERTHERM B180).

3.3.6 Récupération des poudres :

Pour récupérer les échantillons après refroidissement, les creusets seront immergés dans l'eau pour permettre que le sel se dissout. L'enlèvement des sels à l'aide d'une spatule en INOX.

La figure suivante montre l'enlèvement du sel après le refroidissement des échantillons



Figure 4-11: l'enlèvement du sel.

3.3.7 Filtration :

Les poudres sont récupérées après une agitation avec un agitateur magnétique afin de décomposer la poudre qui est en forme d'une pastille.

Ensuite un papier filtre est mis dans un entonnoir Buchner couplé avec une fiole.



Figure 4-12: represente les etapes de filtration .

3.3.8 Rinçage :

Les poudres après récupération doivent être lavées (mises dans un Becher remplis d'eau distillé, et ensuite mis sous agitation (agitateur magnétique, figure X), pendant 20 min). Cette étape a été reproduite deux fois, pour assurer le bon nettoyage des poudres des sels utilisés.

Une fois bien rincées, une dernière étape de filtration est nécessaire, les poudre sont séchées dans une étuve de marque MEMMERT, à une température de 80 °C pendant 24h.

Ensuite on les mise dans des tubes pour les apporté en examinassions

Les photossuivantes montrent les échantillons élaborés :



Figure 4-13 : leséchantillons filtré dan l'étuve MEMMERT

Figure 4-14: Echantillon Cr₂AlC après séchage.

Et comme dernière étape avec les poudre et les sels on a préparée 10g de Kcl et 10g de Cr₂AlC pour l'utiliser comme renfort entre les deux tôles d'aluminium 2024 T3 dans la procédure qui suit .

Partie expérimentale de friction malaxage de l'aluminium 2024 :



1 choix de matériaux :

Notre choix du matériau a été porté sur un alliage d'aluminium 2024 T3, qui est fréquemment utilisé dans la construction aéronautique. Ce choix est basé sur différents critères tels que la disponibilité de la matière première, etc...



Figure 4-15 : tôle d'aluminium 2024.

Les alliages d'aluminium industriels 2024-T3 sont notamment utilisés en tant que tôles fortes pour les voilures d'avions et le fuselage. Ces alliages comportent les éléments Zn, Mg et Cu comme principaux éléments d'addition. Leur utilisation est due à leurs caractéristiques mécaniques supérieures.

2 Découpage de la tôle :

Dans cette opération, on découpe la tôle en quatre parties à l'aide de la cisaille (disponible au niveau de l'atelier du département de mécanique).



Figure 4-16 : découpage de tôle d'aluminium 2024.

3 PROCEDURES EXPERIMENTALES :

L'opération du soudage par friction malaxage (FSW) a été faite au niveau de l'atelier de fabrication de département mécanique à l'Université SAAD DAHLEB de Blida.

La figure représente la machine-outil utilisée pour le soudage. Il s'agit d'une fraiseuse verticale FU 250 x 1000 /2. Elle est équipée d'une broche porte-fraise verticale et inclinable.



Figure 4-17: fraiseuse universel 250*1000.

Elle est employée soit pour le surfacage, soit pour l'exécution de rainures et de contours droits ou circulaires.

Les soudures ont été faites dans le même atelier.

4 Paramètres opératoires du soudage SFM:

4-1 Déroulement du soudage :

- Montage de l'outil de soudage sur la machine,
- Découpages et nettoyage des tôles à souder avec l'alcool puis les polir sur les surfaces et les bords,
- Positionner les tôles de telle façon que le bord à souder soit bien parallèle à l'avance du pion pendant le soudage,

- Vérifier la planéité des tôles,

-Fixer les deux tôles sur la table de la machine à l'aide d'un système de bridage et poser sur une tôle de Titane.

4-2Bridage :

Le bridage des pièces est constitué d'un ensemble « fer à cheval » - brides plaquant la cloche sur l'enclume, d'une vis et d'une rotule pour le serrage du palier latéral. La cloche est également bridée sur le support d'enclume pour bloquer la translation éventuelle de l'enclume dans sa rainure.

Le montage de soudage et le bridage doivent être dimensionnés pour tenir aux efforts de soudage. Cette démarche est similaire à celle employée en usinage pour la conception des montages d'usinage.



Figure 4-18:procédure de bridage.

4.2 Paramètres utilisés:

Le but de l'expérience faite c'est de déterminer l'effet du rapport : (vitesse de rotation/vitesse d'avance)et l'effet de renfort des céramiques additifs sur la qualités des

CHAPITRE IV : PARTIE EXPERIMENTAL

joints. Pour cela il est évident de fixer les autres paramètres (angle d'inclinaison, diamètre du pion et l'épaulement, et la plongée de l'outil).

Paramètre spécial(renfort des ceramiques additifs) :

Dans cette expérience le paramètre spécial et le renfort des céramiques additifs, ce processus est réalisé en laissant un vide estimé à 0,5 mm entre les deux plaques à sceller et en ajoutant une poudre composée de $KCl+NaCl$ (eutectique)+ Cr_2AlC {céramiques additifs} de l'intérieur du vide (zone de joint soudée), comme la figure montre.



Figure 4-19 :estimation du vide entre les plaques.



Figure 4-20: addition du renfort en ceramiques (eutictique+Cr₂AlC)

Les autres paramètres utilisés sont :

- L'angle d'inclinaison : 2° .
- Le diamètre de l'épaulement : $D = 18\text{mm}$.
- Le diamètre du pion : $d = 6\text{ mm}$.
- La longueur du pion : $L = 2.8\text{ mm}$.
- La forme du pion : conique fileté en Z200 trempé et revenu .
- La forme de l'épaulement : circulaire simple .
- la pénétration : 0,05 mm.

Il faut noté que ces paramètres sont fixes pour les six variantes soudés :

Trois variantes sans renfort des ceramiques additifs .

Trois variantes avec ceramiques additifs.

Prélèvement des échantillons:

CHAPITRE IV : PARTIE EXPERIMENTAL

Après les opérations de soudage des plaques d'aluminium, on prélève des échantillons pour contrôler la qualité du joint et appliquer des essais mécaniques (Caractérisation métallurgique, Micro-dureté).



Figure 4-21 :Des échantillons du 2024-T3 après FSW.

Des échantillons des six variantes ont été pris pour déterminer l'évolution de la microstructure ainsi que l'effet de la vitesse et l'effet de pénétration .

5-Mise en solution :

CHAPITRE IV : PARTIE EXPERIMENTAL

Dans notre travail, le matériau est porté à une température aussi élevée que possible, pour permettre la dissolution des éléments qui provoquent le durcissement. Pour éviter tout risque de fusion partielle, cette température doit rester inférieure à la température eutectique et à la température de fusion des phases intermétalliques éventuellement présentes, car une fusion partielle d'un composant de l'alliage rend l'échantillon inutilisable.

6- Caractérisation de la soudure :

Les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium 2024-T3 sont en partie liées à la nature et la proportion des éléments qui les composent. Tout processus activé thermiquement ou mécaniquement affecte globalement la morphologie microstructurale, entraînant des modifications des propriétés mécaniques de l'alliage.

La compréhension de la métallurgie du soudage exige l'analyse microstructurale, de effets de vitesses rotationnelles et transversales ainsi que qui le renfort des ceramiques additifs entraînent une modification microstructurale du matériau.

7- Microscopie optique :

Avant l'utilisation de la microscopie optique, une préparation des échantillons devait être établie au préalable de la manière suivante :

- Enrobage,
- Polissage,
- Attaque chimique.

7-1-Enrobage :

Les échantillons des matériaux aluminium variés peuvent être enrobés à froid ou à chaud.

Lors du choix d'une résine d'enrobage, il est important de s'assurer que la dureté de la résine est identique ou légèrement supérieure à celle du composant le plus dur dans la surface de l'échantillon.

Pour notre expérience, un enrobage à froid a été utilisé. Ce procédé ne nécessite pas de mise en pression. Il consiste à enrober un échantillon de la matière dans une résine en polyester transparent versé dans un moule récupérable pour permettre la fixation dans un

CHAPITRE IV : PARTIE EXPERIMENTAL

porte-échantillon ou de faciliter sa prise en main lors du polissage manuel. L'expérience s'est déroulée au niveau de notre Département de Mécanique.

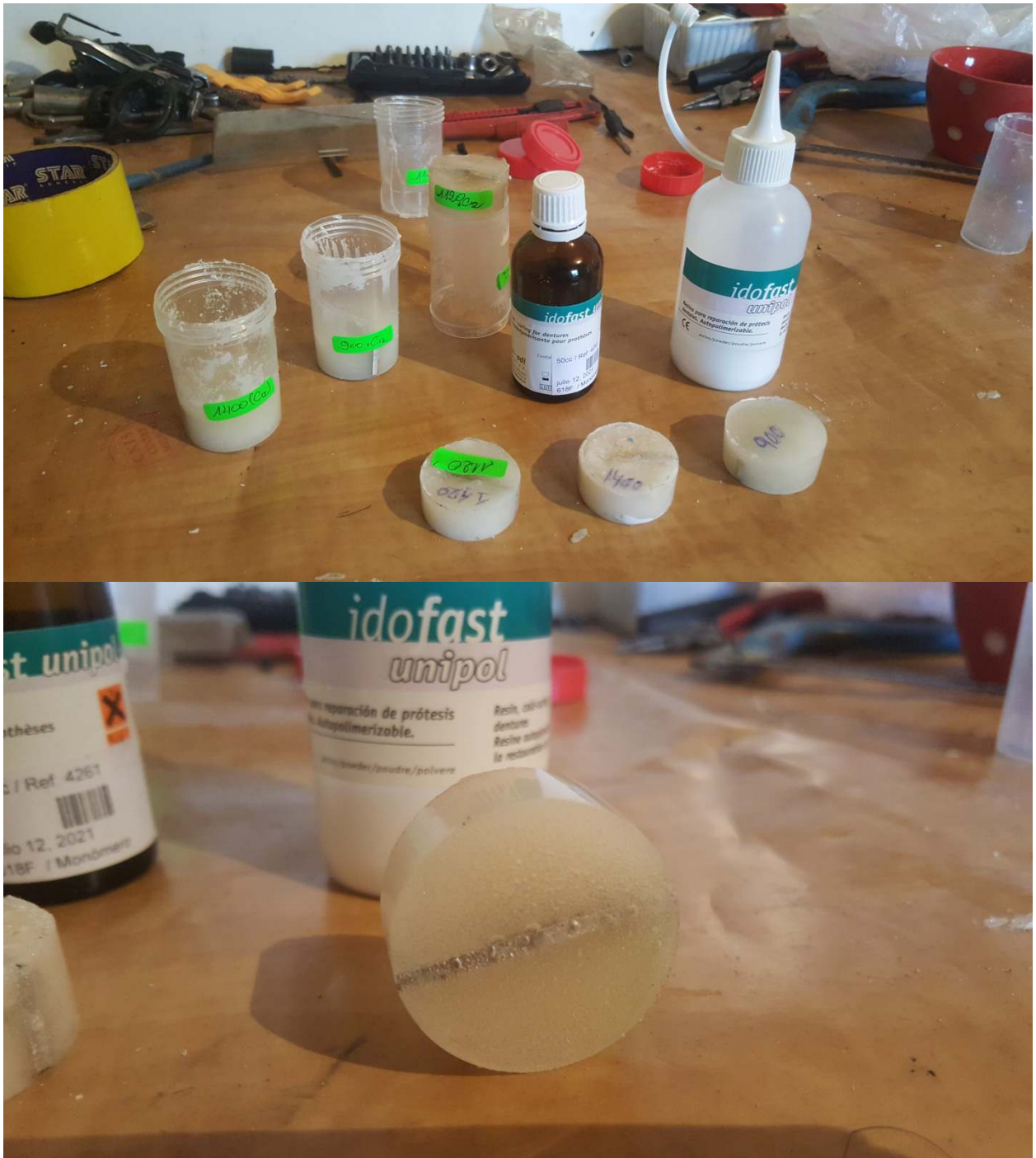


Figure 4-22 :preparation d'onrobage et des support en résine.

7-2- Pré-polissage et polissage de finition :

Cette opération a été réalisée sur une surfaceuse a disque abrasif (polisseuse). c'est une opération mécanique qui permet d'avoir un état de surface semblable à celui d'un miroir. Ce polissage a été effectué en plusieurs étapes avec des disques en papier abrasif en carbure de

CHAPITRE IV : PARTIE EXPERIMENTAL

silicium (de plus gros au plus fin : 80, 120, 180, 220, 320, 500, 800, 1000 et 1200) qui tourne avec une vitesse de 150 à 300 tr/min, cette opération a été faite sous aspersion d'eau pour éviter l'échauffement de l'échantillon.

Le polissage de finition a été réalisé avec la pâte diamanté sur un papier feutre afin d'avoir une surface à l'état miroir.

7-3- L'attaque chimique :

Le réactif chimique utilisé pour notre aluminium ces échantillons seront attaqués

Chimiquement par un réactif Keller constitué de :

- 1 ml d'acide fluorhydrique (HF),
- 2,5 ml d'acide nitrique (HNO₃),
- 1,5 ml d'acide chlorhydrique (HCl),
- 95 ml d'eau distillée (H₂O).

Les échantillons furent immergés durant 30 à 40 secondes, lavés à l'eau et séchés à l'aide d'un sèche-cheveux ordinaire.



Figure 4-23 : mesurèrent des acides pour la préparation du Keller.



Figure 4-24 : préparation du killer pour l'attaque chimique.

7-4-Microscopie optique :

L'utilisation d'un microscope optique de type Carl Zeiss ayant un agrandissement variant de 50 à 1000, Doté d'une caméra numérique au niveau de laboratoire de notre département nous a permis de prendre des micrographies de la microstructure dans le métal de base, la ZAT, ZATM, et le noyau pour les échantillons traités thermiquement et non-traités.

8- Méthodes d'essais mécaniques :

On utilise les essais mécaniques pour évaluer :

- La qualité d'un assemblage,
- Caractériser l'interaction entre un matériau et un procédé de soudage,
- Fournir des données quantitatives sur le comportement des assemblages soudés sans et avec le renfort des céramiques additifs

Pour notre cas, on a utilisé l'essai de dureté.

9- Essai de micro-dureté :

Pour les alliages d'aluminium de la série 2000 à durcissement structural, la dureté est minimale dans la zone soudée. Elle chute de façon significative dans la ZAT/ZATM . Ce phénomène est dû à la recristallisation dynamique qui a eu lieu, provoqué par l'accouplement d'une grande déformation plastique et un grand apport de chaleur, dans laquelle les grains possèdent des dislocations, des microcavités, et à la (dissolution, grossissement, et ré-précipitation) des précipités durcissant.

La mesure de la micro-dureté est employée généralement pour caractériser un matériau. Il s'agit de s'assurer de sa résistance mécanique et de vérifier l'absence de fragilité à la suite des traitements mécaniques ou thermiques subis. Des essais de micro-dureté Vickers (par un pénétrateur pyramidal en diamant) ont été réalisés sur des coupes transversales aux joints soudés afin d'établir des filiations sur l'ensemble des zones de soudure (Mb, ZAT, ZATM, NZ).

La micro-dureté Vickers est mesurée à mi- épaisseur des joints soudés, perpendiculairement à l'axe de soudage.

Chapitre V:

CHAPITRE V :

Introduction :

Dans ce chapitre nous allons présenter les résultats obtenus en deux parties : La première partie sera consacrée à la synthèse par les sels en fusion (en utilisant le chlorure de potassium KCl); la deuxième partie sera consacrée au soudage FSW de deux toles en aluminium 2024 T3 en intégrant la poudre de la phase MAX le Cr₂AlC choisit préalablement après identification des rayons X.

5.1. La synthèse de la phase MAX Cr₂AlC par NaCl et KCl :

La figure suivante représente les diffractogrammes des poudres synthétisé par différentes températures dans un bain du NaCl (chlorure de sodium):

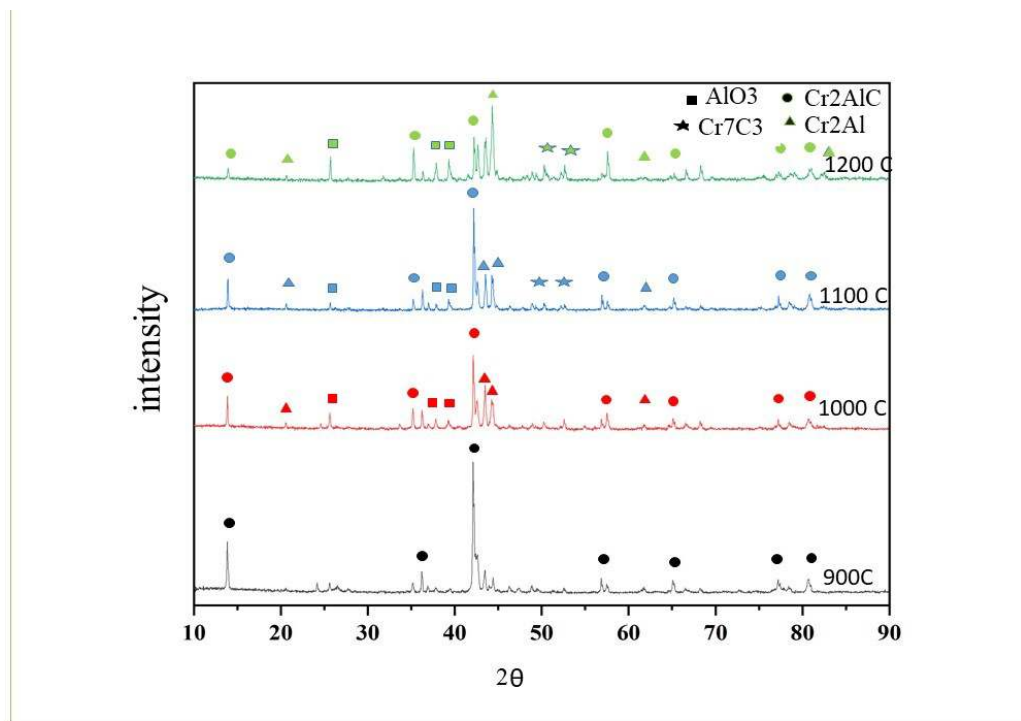


Figure 5-1 : Diffraction des rayons X de la phase Cr₂AlC synthétisé dans un bain de NaCl sous différentes températures de synthèses (Noir : 900°C, rouge : 1000°C, bleu : 1100°C et vert : 1200°C).

Les résultats obtenus montrent l'apparition d'une phase majoritaire qui est le Cr₂AlC ou en augmentant la température de 900°C jusqu'à 1200°C deux phases sont apparues, le Cr₂Al et le Cr₇C₃.

CHAPITRE V :

La figure suivante représente les diffractogrammes des poudres synthétisé par différentes températures dans un bain du KCl(Chlorure de Potassium) :

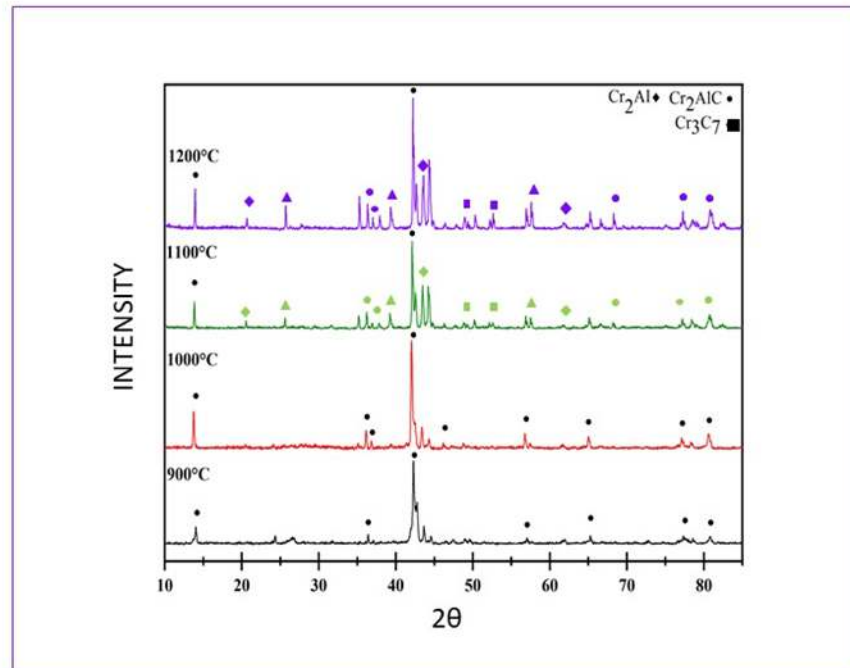


Figure 5-2: Diffraction des rayons X de la phase Cr₂AlC synthétisé dans un bain de KCl sous différentes températures de synthèses (Noir : 900°C, rouge : 1000°C, bleu : 1100°C et vert : 1200°C).

Les résultats obtenus montrent que la température 1000°C est la meilleure pour le sel KCl (Chlorure de Potassium), à cause de la présence de moins d'impuretés en le comparant aux échantillons synthétisés par le bain du NaCl. Plus le Cr₇C₃ et le Cr₂Al, la phase Al₂O₃ a été ainsi détecté dans les poudres synthétisé dans toutes les températures d'élaboration.

5.2. Soudage par friction malaxage :

La microstructure des coupes transversales des tôles d'aluminium 2024 après préparation métallographique et attaque chimique est représentée dans la figure suivante :



Figure 5-3: microstructure du métal de base 2024.

5.2.1. Différentes zones métallographiques des joints soudée :

La microstructure est caractérisée par des grains allongés à cause de l'historique du matériau utilisée. Cette microstructure est le signe typique d'une tôle d'aluminium lamine.

La figure suivante représente une Microstructure attaquée par le réactif Keller d'un joint soudé à 1120 tours par minute. La vue panoramique représente différentes zones notant : le noyau la ZAT ; la ZATM.



Figure 5-4 : Microstructure d'un joint soudé par FSW sans ajout du renfort Cr₂AlC, avec une vitesse de rotation $V_r= 1120$ tr/min, et une vitesse d'avance $V_a= 8$ mm.

5.2.1.a. La microstructure du métal de base :

La microstructure du metal de base de l'alliage 2024 est caracterisee par des grains allongee selon la direction du laminage des toles. Apres FSW il semble que la microstructure a reste inaffectee par la chaleur lors de sa dissipation durant l'operation.

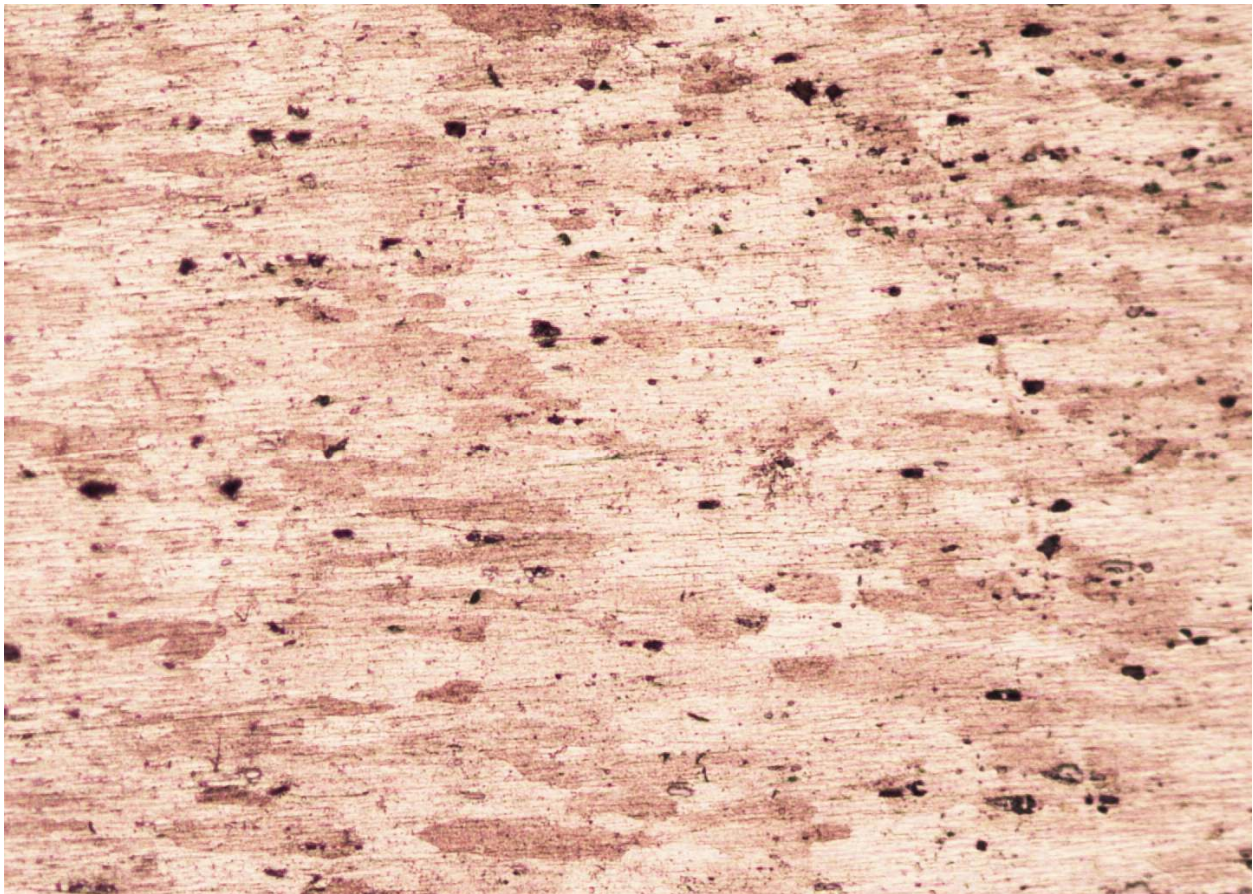


Figure 5-5: microstructure de la zone non affectee du jointsoudée (métal de base).

X10

5.2.1.b. La microstructure du noyau :

La microstructure des coupes transversales des joints soudée (dans le centre du joint), par une vitesse de rotation 1120 tr/min sont représentée dans la figure. La microstructure est caractérisée par des grains fins et équiaxes. Ceci est due à la déformation plastique accouplée à la chaleur lors du procédé FSW, ceci résulte en une recristallisation dynamique ou une création des sous joints de grains, d'où une microstructure fine et équiaxe.

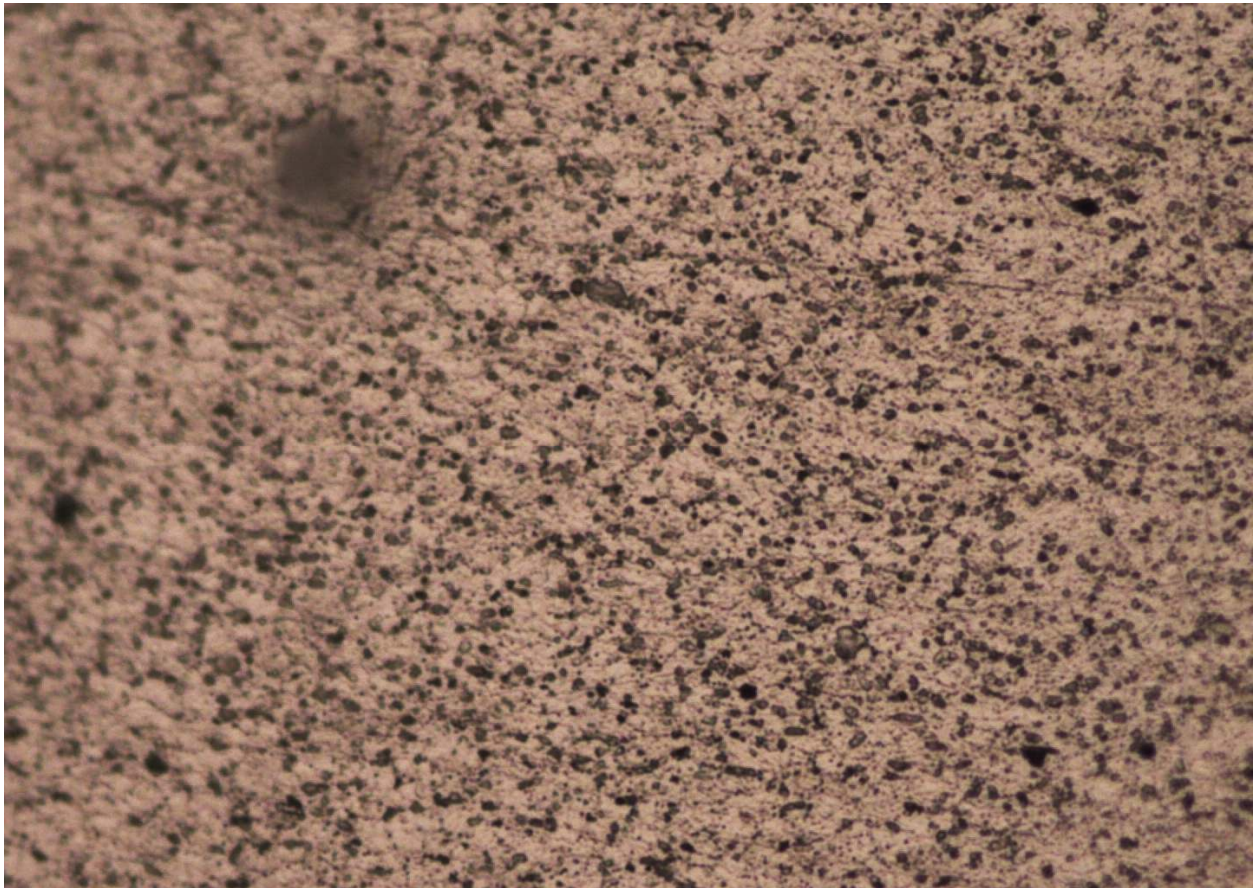


Figure 5-6 : Microstructure d'un joint soudé (le noyau) par FSW sans ajout du renfort Cr₂AlC, avec une vitesse de rotation $V_r = 1120$ tr/min, et une vitesse d'avance $V_a = 8$ mm.

5.2.1.c. La microstructure de la zone affectée thermiquement :

CHAPITRE V :

La microstructure est représentée par un grossissement de grain qui est du la chaleur crée par la friction de l'outil FSW.

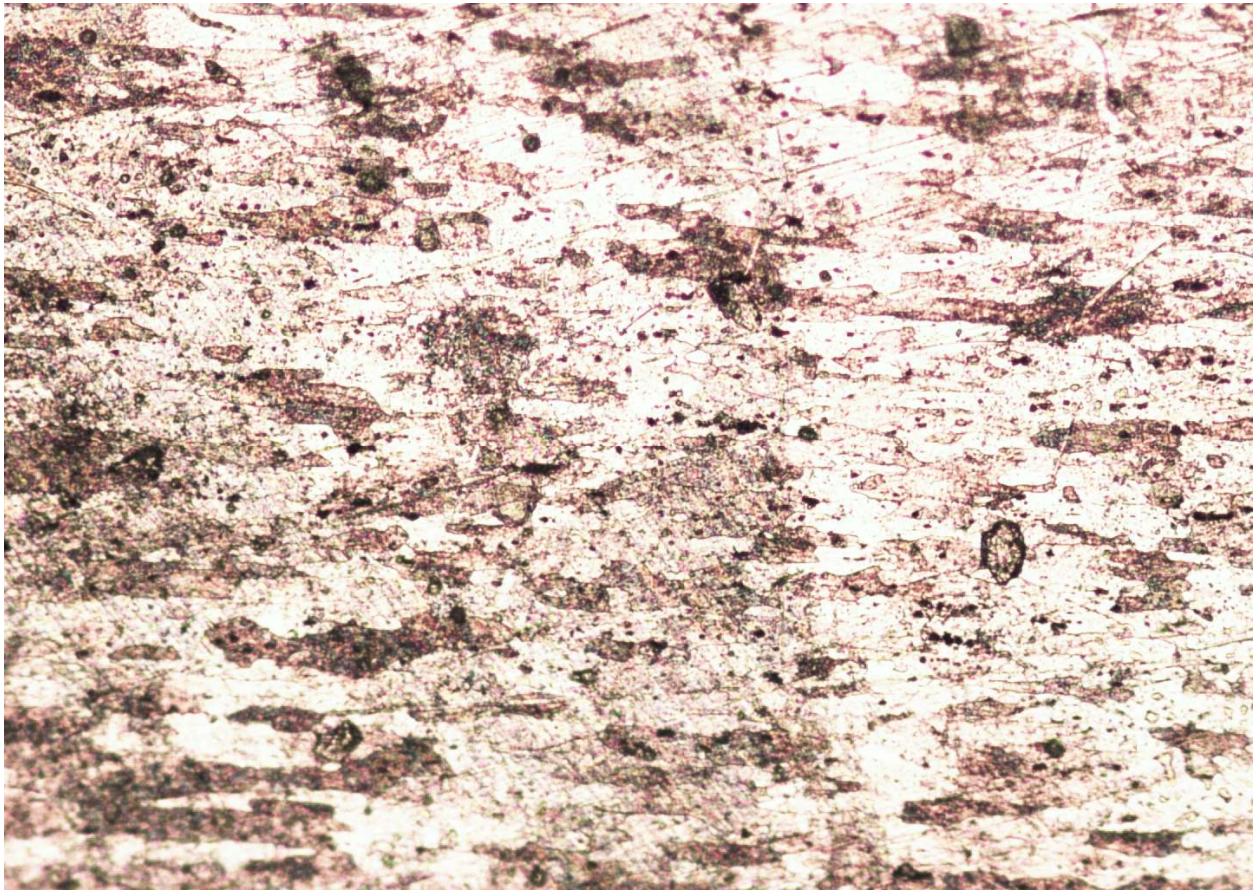


Figure 5-7 : Microstructure d'un joint soudé (la zone affectée thermiquement) par FSW sans ajout du renfort Cr₂AlC, avec une vitesse de rotation $V_r= 1120$ tr/min, et une vitesse d'avance $V_a= 8$ mm.

Concernant l'effet de la vitesse de rotation une constatation a été faite dans les zones soudees. On a remarquee que la taille des grains dans la ZAT diminue en allant du noyau vers le metal de base. En augmentant la vitesste de rotation, la taille de la ZAT a augmentée considérablement en changeant la vitesse de rotation de l'outil de 900 tr/min a 1400 tr/ min.

5.2.2. Les joints soudés par FSW avec intégration du renfort Cr₂AlC :

La microstructure suivante représente une vue panoramique d'un joint soudé avec une vitesse de rotation de 1400 rpm. Les micrographies montrent un bon malaxage du renfort particulaire Cr₂AlC sans défauts apparents (micro-vides, fissures, manque de pénétration)

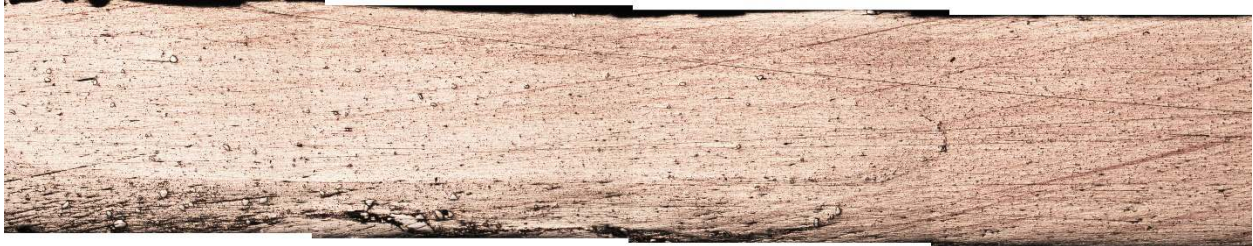


Figure 5-8 : Vue panoramique d'une microstructure d'un joint soudé par FSW avec ajout du renfort Cr₂AlC, avec une vitesse de rotation $V_r = 1400$ tr/min, et une vitesse d'avance $V_a = 8$ mm.

La figure 67 montre l'interface entre la zone du malaxage avec le métal de base AA2024-T3. Il est clair que l'interface entre le joint soudé (composite AA2024/Cr₂AlC) et la matrice d'Al 2024 ne présente aucun défaut, ni fissuration avec une bonne adhérence et une continuité de matière.

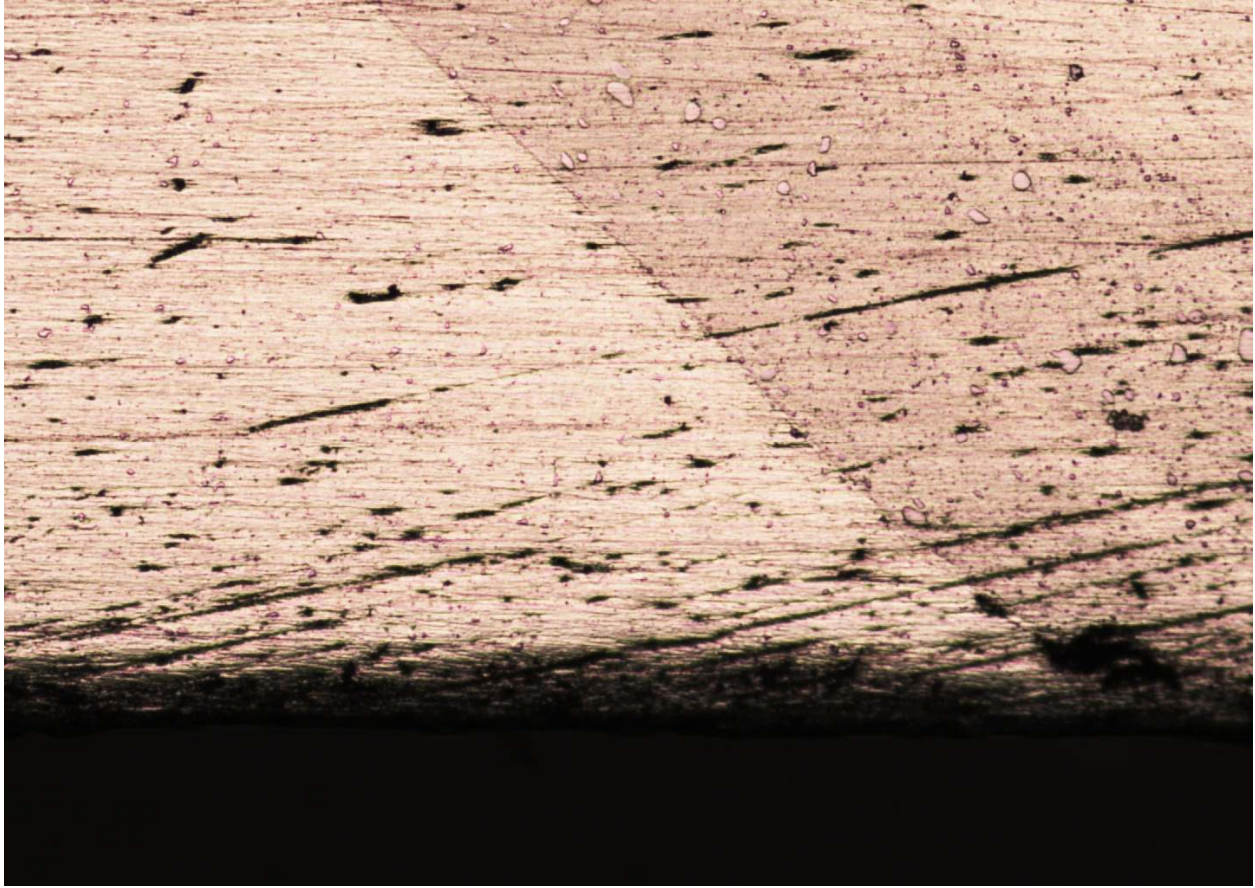


Figure 5-9: Interface entre le joint soudé (AA2024/Cr2AlC) et la zone non malaxée (AA2024) d'un joint soudé par FSW avec ajout du renfort Cr2AlC, avec une vitesse de rotation $V_r = 1400$ tr/min, et une vitesse d'avance $V_a = 8$ mm.

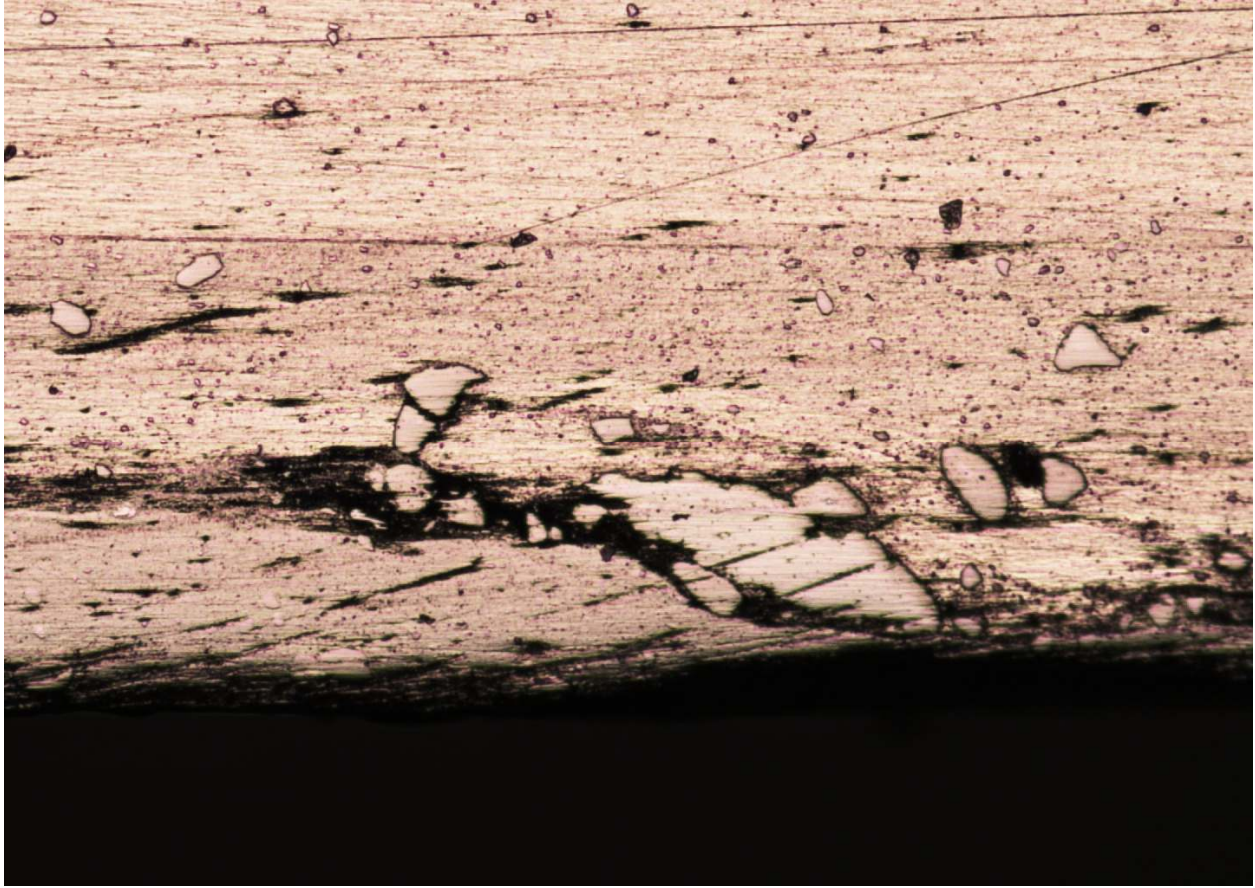


Figure 5-10 :Partie inférieure du joint soudé (AA2024/Cr2AlC) par FSW avec ajout du renfort Cr2AlC, avec une vitesse de rotation $V_r= 1400$ tr/min, et une vitesse d'avance $V_a= 8$ mm.

Il est clair que dans la partie inférieure du joint soudé, la microstructure représente un défaut qui est due à un mauvais malaxage de la poudre Cr2AlC (le renfort) avec la matrice d'Al. Cependant, ce défaut peut être bien évité si on utilise plusieurs passes de soudage.

Pour les autres joints soudés, la figure panoramique du joint soudé avec une vitesse de rotation de 1120, montre une mauvaise interface entre le joint composite (AA2024/Cr2AlC) et le métal de base AA2024. Le inset rouge, est représenté dans la figure 70, où il montre un grossissement de cette interface.

CHAPITRE V :



Figure 5-11 :Vue panoramique d'une microstructure d'un joint soudé par FSW avec ajout du renfort Cr₂AlC, avec une vitesse de rotation $V_r = 1120$ tr/min, et une vitesse d'avance $V_a = 8$ mm.

Le grossissement de l'interface montre des vides remplis d'une poudre non malaxée, ceci est du fait que la vitesse de rotation n'a pas généré assez de chaleur pour bien ramollir l'aluminium et bien malaxer la poudre avec le métal.

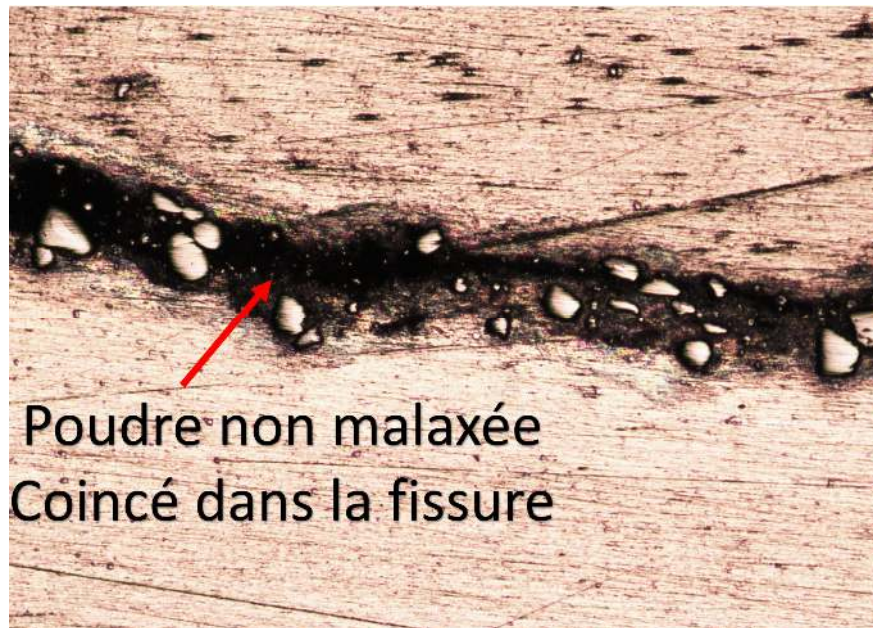


Figure 5-12 :Grossissement du carré rouge représenté dans la figure 69.

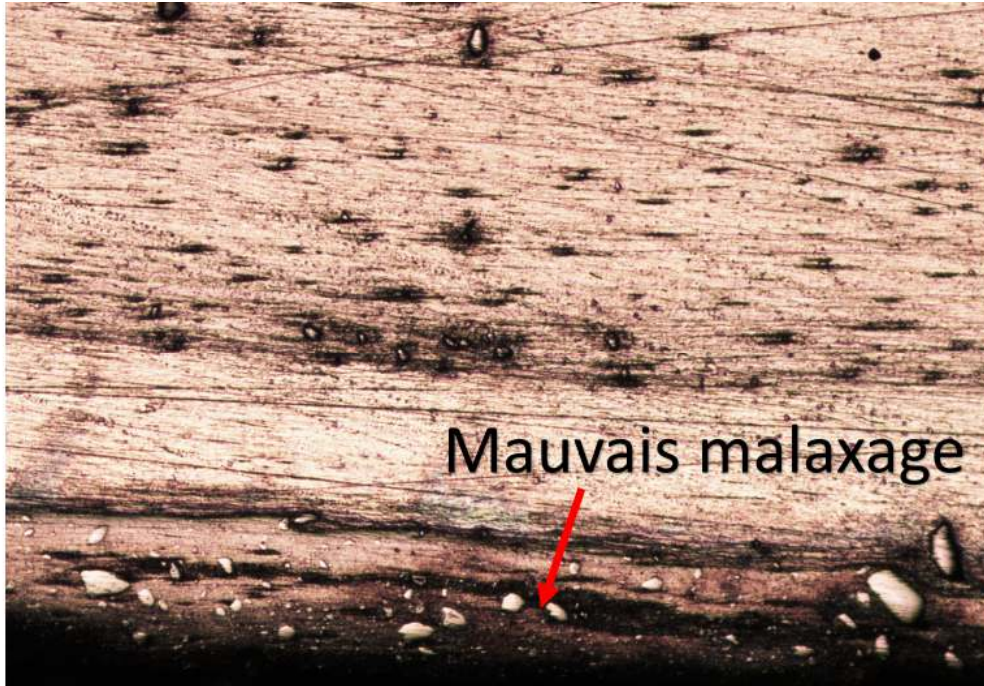


Figure 5-13 : Partie inférieure du joint soudé 2024-Cr2AlC ($V_r=1120$ tr/min, $V_a=8$ mm/min). Zone du noyau.

Ce qui est pour la partie inférieure du joint soudé par une vitesse de rotation de 1120 tr/min, cette partie est remplis de micro-vides, remplis du renfort Cr2AlC non malaxé. Ceci montre que la vitesse 1400 tr/min a donné meilleur résultats concernant les différents défauts de soudures remarqué avec les autres vitesses de rotation.

La vitesse optimale pour avoir de bon joint de soudure été d'appliquer une vitesse de rotation de 1400 rpm a une vitesse d'avance de 8mm/min. et avec seulement une seule passe de l'outil.

Conclusion générale

CONCLUSION GENERALE

Dans ce mémoire, nous avons étudié la synthèse de la phase MAX 'Cr₂AlC' par la méthode des sels en fusion par deux sels différents (le chlorure de sodium 'NaCl' et le chlorure de potassium 'KCl'); ainsi l'intégrer comme renfort dans le soudage FSW d'un alliage d'Al 2024. Les conclusions les plus importantes sont :

- 1) La synthèse du Cr₂AlC par un bain du NaCl a montré que des impuretés sont toujours présents dans le produit final ; dans toutes les températures de synthèse étudié.
- 2) La synthèse du Cr₂AlC dans un bain du KCl a montré une bonne synthèse avec le moins d'impuretés à la température de synthèse de 1000°C dans une période d'une heure.
- 3) Les micrographies ont montré une bonne intégration du renfort Cr₂AlC dans les joints soudés de l'alliage 2024-T3 par toutes les vitesses de rotation utilisées.
- 4) La vitesse de rotation optimale qui a donné moins de défauts et une meilleure distribution du renfort céramique 'Cr₂AlC' été de 1400tr/min avec une vitesse d'avance de 8mm/min.