



**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

**UNIVERSITE SAAD DAHLEB DE BLIDA
Faculté des Technologies
Département de génie Mécanique**

MEMOIRE DE MASTER

Spécialité : Ingénierie Des Matériaux Et Des Surfaces

Présenté Par

CHESTITAH Meriem – ADDADI Riad

Thème

**ELABORATION ET CARACTERISATION DES NOUVEAUX
COMPOSITES A MATRICE METALLIQUE RENFORCEES AVEC DES
PARTICULES DE PHASES MAX (Ni/MAX)**

Encadré par : Pr. HADJI .Mohamed

Co-encadré par : Dr. CHIKER. Nabil

Remercîment

*Nous remercions avant tout **le Dieu** tout puissant pour la volonté et la santé qu'il nous a données durant tous ces années d'études.*

*On tient à exprimer toute notre gratitude et notre reconnaissance à notre encadreur Monsieur le docteur **N.CHIKER** d'avoir accepté de diriger ce travail et d'avoir mis à notre disposition tous les moyens qui nous ont permis de mener à terme cette étude et aussi pour ses précieux conseils et ses encouragements. On le remercie pour son suivi, sa disponibilité, son respect éclairé au cours du développement de ce travail.*

*On adresser toute notre gratitude à notre professeur Mr. **M. HADJI** Pour nous avoir accueilli dans le laboratoire d'aéronefs dès le début de notre mémoire, tout en nous laissant une grande liberté dans nos investigations.*

On tient aussi à remercier le personnel du laboratoire SDM et du département de génie mécanique, ainsi que le personnel de l'administration.

Nos vifs remerciements vont également au membre de jury, pour avoir acceptés d'examiner ce projet de fin d'étude.

Merci aux docteurs et doctorants qui nous ont aidée, conseillée et supportée durant notre projet de fin d'études : Adel HADDAD, Saber BENAMOR, Youcef HADJI.

Merci à notre famille qui nous ont soutenu et motivé dans nos études.

Un grand merci également à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Merci à vous tous

LISTE DES FIGURES

Figure I.1 : Les emplacements des composés des phases MAX.

Figure I.2 : La maille élémentaire des phases MAX: structure 211, structure 312 et structure 413.

Figure I.3 : Image METHR de Ti_3SiC_2 .

Figure I.4 : les différents types de microstructures.

Figure I.5 : Dépendance en température de la résistivité de certains composés ternaires : (a) Ti_3SiC_2 , Ti_3AlC_2 et Ti_4AlN_3 et (b) M_2AC contenant les éléments Sn et Pb

Figure I.6 : a) résistance chauffante réalisée en phase MAX, b) élément de contact électrique recouvert par la phase MAX.

Figure I.7 : Le principe de frittage en phase solide.

Figure I.8: Principe de : a) frittage sous charge (HP), b) compaction isostatique à chaud (HIP).

Figure I.9 : Schéma générale de procédé SPS.

Figure II.1 : bloc de Nickel pur

Figure II.2 : Application du nickel

Figure II.3 : Morphologie des renforts discontinus

Figure II.4 : Schéma du procédé de l'infiltration

Figure II.5 : Principe du moulage par injection

Figure III.1 : Poudres de : a) Nickel pure, b) Ti_2AlC , c) Ti_3SiC_2 .

Figure III.2 : Balance de précision ($10^{-4}g$).

Figure III.3 : Dispositif de compactage des poudres.

Figure III.4: Presse hydraulique uniaxiale de type SPECAC.

Figure III.5 : Pastilles cylindriques obtenues par compactage.

Figure III.6 : Porte échantillons en graphite.

Figure III.7 : Le cycle thermique du traitement.

Figure III.8 : Polisseuse.

Figure III.9 : Un diffractomètre des Rayons X de Type PANalytical (X'Pert3 Powder).

Figure III.10 : microscope optique de type Leica DM 750.

Figure III.11 : Microscope électronique à balayage (MEB) Quanta 650.

Figure III.12 : Duromètre de type Vickers, INOVATEST Nemsis 3000.

Figure III.13 : Principe de la dureté Vickers.

Figure.IV.1 : Diffractogramme des rayons X de la poudre Ti_3SiC_2 .

Figure IV.2 : Diffractogrammes des rayons X de Nickel pur (Ni 100) et des composites Ni/ Ti_3SiC_2 (TSC 10, TSC 20 et TSC 30).

Figure IV.3 : Micrographie optique du : a) Ni 100 ; composite (Ni/ Ti_3SiC_2) : b) TSC 10, c) TSC 20, d) TSC 30.

Figure IV.4 : Micrographie MEB à différents agrandissements du composite TSC 30 (70% Ni + 30% Ti_3SiC_2).

Figure IV.5 : (a) Micrographie MEB du composite TSC 30 (70% Ni + 30% Ti_3SiC_2). (b), (c), (d) et (e) représentent les Cartographies élémentaires de : Ti, C, Si et Ni, respectivement.

Figure IV.6 : Dureté Vickers de Nickel pur et des composites (Ni/ Ti_3SiC_2).

Figure IV.7 : Diffractogramme des rayons X de la poudre de Ti_2AlC .

Figure IV.8 : Diffractogrammes des rayons X de Nickel pur (Ni 100) et des composites Ni/ Ti_2AlC (TAC 10, TAC 20 et TAC 30).

Figure IV.9 : Micrographie optique du : a) Ni 100 ; composite (Ni/ Ti_2AlC) : b) TAC 10, c) TAC 20, d) TAC 30.

Figure IV.10 : Micrographie MEB à différents agrandissements du composite TAC 30 (70%Ni + 30% Ti_2AlC).

Figure IV.11 : (a) Micrographie MEB du composite TAC 30 (70% Ni + 30% Ti_2AlC).

(b), (c), (d) et (e) représentent les Cartographies élémentaires de : Ti, C, Al et Ni, respectivement.

Figure IV.12 : Dureté Vickers de Nickel pur et des composites (Ni/Ti₂AlC).

LISTE DES TABLEAUX :

Tableau II.1 : Caractéristiques des renforts discontinus utilisés dans les CMM.

Tableau III.1 : Composition des échantillons élaborés.

Tableau IV.1 : Résultats d'analyse chimique par EDS des régions ciblées dans la figure IV.4d).

Tableau IV.2 : Valeurs de dureté Vickers de Nickel pur et des composites (Ni/Ti₃SiC₂).

Tableau IV.3 : Résultats d'analyse chimique par EDS des régions ciblées dans la figure IV.10d).

Tableau IV.4 : Valeurs de dureté Vickers de Nickel pur et des composites (Ni/Ti₂AlC).

TABLES DES MATIERES

INTRODUCTION GENERALE.....	1
-----------------------------------	----------

CHAPITRE I : BIBLIOGRAPHIE SUR LES PHASES MAX.

I.1. Historique des phases MAX	10
I.2. Structure cristallographique.....	11
I.3. Microstructure	13
I.4. Structure électronique	14
I.5. Les propriétés des phases MAX.....	14
I.5.1. Propriétés électriques	14
I.5.2. Propriétés mécaniques.....	16
I.5.3. Propriétés thermiques	16
I.6. Applications potentielles des phases MAX	17
I.7. Techniques d'élaboration.....	18
I.7.1. Le frittage naturel.....	19
I.7.1.1. Principe.....	19
I.7.2. Le frittage sous charge HP :	20
I.7.3. Compaction isostatique à chaud CIC (HIP Hot Isostatic Pressure).....	20
I.7.4. Spark plasma sintering (SPS).....	21

CHAPITRE II: BIBLIOGRAPHIE SUR LE NICKEL ET LES COMPOSITES A MATRICE METALLIQUE

II.1. Nickel:.....	23
---------------------------	-----------

II.1.1. Occurrence:.....	23
II.1.2. Utilisations :.....	24
II.2. Alliages de nickel:	24
II.2.1. Utilisations des alliages du Nickel :.....	28
II.3. Les composites à matrice métallique :.....	30
II.3.1. Introduction :.....	30
II.3.2. Composites à matrice métallique à renfort particulaire CMMp :.....	30
II.3.3. Éléments constitutants d'un matériau composite :.....	32
II.3.3.1. Renfort :	32
II.3.3.1.1. Renfort discontinu :.....	32
II.3.3.1.2. Renfort à particules :.....	32
II.3.3.1.3. Renfort de trichites :.....	32
II.3.3.1.4. Renforts de fibres courtes :.....	33
II.3.4. Elaboration des composites à matrices métalliques :.....	34
II.3.4.1. La fonderie :.....	34
II.3.4.2. Infiltration :.....	34
II.3.4.3. Obtention des CMMp par métallurgie des poudres :.....	35
II.3.4.3.1. Moulage par injection de poudres métalliques (MIM) ou céramiques :.....	35
II.3.4.4. Application des CMM :.....	36

CHAPITRE III: TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

III.1. Introduction :.....	37
III.2. Les poudres utilisées :.....	37
III.3. L'élaboration des échantillons :.....	38
III.3.1. La pesée des poudres :.....	38
III.3.2. Compactage à froid :.....	39
III.3.3. Traitement thermique de frittage :.....	41
III.3.4. Préparation métallographique :.....	42

III.3.4.1. Polissage des échantillons :.....	42
III.4. Techniques de caractérisation :.....	42
III.4.1. Analyse par diffraction des rayons X (DRX) :.....	42
III.4.2. Microscopie Optique :.....	43
III.4.3. Microscopie électronique à balayage (MEB) et microanalyse par dispersion d'énergie (EDS) :.....	44
III.5. Dureté Vickers :.....	45

CHAPITRE IV : RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV.1. Introduction	48
IV.2. Le système (Ni/Ti₃SiC₂)	48
IV.2.1. Analyse par diffractions des rayons X (DRX) :.....	48
IV.2.2. Microscopie optique :.....	50
IV.2.3. Observation au microscope électronique (MEB) :.....	51
IV.2.3.1. Microanalyse par dispersion d'énergie EDS :.....	52
IV.2.3.2. Cartographie des éléments par EDS :.....	53
IV.2.4. La dureté Vickers :.....	54
IV.3. Système 1 : Composites (Ni /Ti₂AlC).....	56
IV.3.1. Analyse par diffractions des rayons X (DRX) :.....	56
IV.3.2. Microscopie optique :.....	58
IV.3.3. Observation au microscope électronique (MEB) :.....	59
IV.3.3.1. Microanalyse par dispersion d'énergie EDS :.....	60
IV.3.3.2. Cartographie des éléments par EDS :.....	60
IV.3.4. La dureté Vickers :.....	62

Introduction générale :

Au cours des années soixante, les travaux de Jeitschko, Nowotny et leurs collègues sur l'élaboration des carbures et nitrures, ont permis la découverte de plus d'une centaine de nouveaux matériaux. Les phases H - ou Hâgg- firent partie de cette découverte, mais n'attirèrent pas l'attention de la communauté scientifique de l'époque. Ce n'est que depuis une dizaine d'années que l'étude de ces phases particulières, précurseurs de ce que Barsoum et son équipe ont par la suite nommé les phases MAX, s'est réellement amorcée.

Les phases MAX sont des matériaux céramiques qui constituent une nouvelle classe de matériaux nanolamellaires, avec des propriétés intermédiaires entre celles des métaux et celles des céramiques. Pour les propriétés thermiques, élastiques, chimiques et électriques, ils ont de nombreux points communs avec les carbures ou nitrures correspondants : leur module d'Young est élevé et ce sont de bons conducteurs électriques et thermiques. Cependant, mécaniquement, ils en sont extrêmement différents : ils sont usinables, ont des valeurs de dureté plus faibles, résistent aux chocs thermiques et ont une étonnante résistance à la présence de défauts. La combinaison particulière de ces propriétés est l'expression de la combinaison de deux types de liaisons dans leur structure : une majorité de liaisons métalliques fortes au sein de chaque feuillet de la structure nanolamellaires, et de relativement faibles liaisons entre ces feuillets. [4]

Le but de notre travail est d'élaborer des composites à matrice métallique à base de Nickel avec la phase MAX comme renforcement, et étudier l'effet du pourcentage de MAX sur les propriétés mécaniques.

Ce mémoire est organisé selon 4 chapitres :

Le premier chapitre résume les connaissances actuelles concernant les phases MAX, il dresse l'état de l'art et les principales propriétés des phases MAX et leurs applications et les différents techniques pour les élaborer.

Le deuxième chapitre présente en premier partie des définitions générales sur le Nickel et ses alliages et leurs applications, et en deuxième partie les composites à matrice métallique à renfort particulaire, leur propriétés et applications.

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

Le quatrième chapitre a pour objectif de présenter les résultats expérimentaux concernant les systèmes Ni/Ti₂AlC et Ni/Ti₃SiC₂ avec l'étude microstructurale par microscopie optique et microscopie électronique à balayage et la caractérisation des propriétés mécaniques par essai dureté.

CHAPITRE I

BIBLIOGRAPHIE SUR LES PHASES MAX

I.1. Historique des phases MAX :

Les carbures ternaires avec une stœchiométrie M_2AC , où M est un métal de transition et A est un métamétal stratifié, ont été découverts dans les années 1960. Ces phases, appelées à l'époque phases H, avaient une structure cristalline de type Cr_2AlC avec un réseau hexagonal ordonné compact. Plus tard, en raison de la synthèse et de la caractérisation de Ti_4AlN_3 et de l'existence d'un certain nombre de 312 phases, la famille s'est développée et est devenue connue sous le nom de $M_{n+1}AX_n$ phases (MAX) avec M métal de transition, A un élément du groupe A (principalement les groupes 13-16 du tableau périodique), X correspondant à l'azote ou le carbone, et n un entier, communément égal à 1, 2 ou 3. Les stœchiométries respectives sont communément appelées phases MAX de type 211, 312 et 413. L'intérêt retrouvé pour ces carbures et nitrures stratifiés thermodynamiquement stables à la fin des années 1990 et au début des années 2000, et le fait qu'ils forment aujourd'hui un domaine de recherche établi peuvent être attribués au fait que certains d'entre eux possèdent combinant les mérites des métaux et des céramiques, c.-à-d. de bonnes propriétés mécaniques (résistance à la flexion, ténacité à la rupture), stabilité à des températures élevées, conductivité thermique et électrique élevée et usinabilité remarquable. La plupart de ces propriétés résultent de leur structure cristalline nanolaminée caractéristique, où les plans A agissent comme des couches atomiques métalliques entre les couches céramiques MX [123]

De nouvelles phases MAX sont encore en cours de découverte. La valeur n n'est pas limitée à 3 et peut prendre des valeurs plus élevées de 4 ou 5. Hu et al a récemment fourni une liste partielle des nouvelles phases MAX découvertes dans la période 2004-2013, ce qui porte le nombre total à bien au-dessus de 70. D'autres ajouts importants sont les nouvelles 211 phases Nb_2GeC et Mn_2GaC . Il y a aussi beaucoup de travail sur des solutions solides où les phases existantes sont mélangées, comme l'a rapporté Naguib et al. Dans certains cas, cela donne de nouvelles phases (où aucun des deux membres n'existe) et / ou des phases quaternaires ordonnées. En outre, le Mo_2Ga_2C récemment synthétisé (avec des doubles couches «A») pourrait être le premier d'une famille distincte de phases liées au MAX» Plus récemment nous avons rapporté la synthèse de Zr_3AlC_2 la première phase MAX le système Zr-Al-C [1]

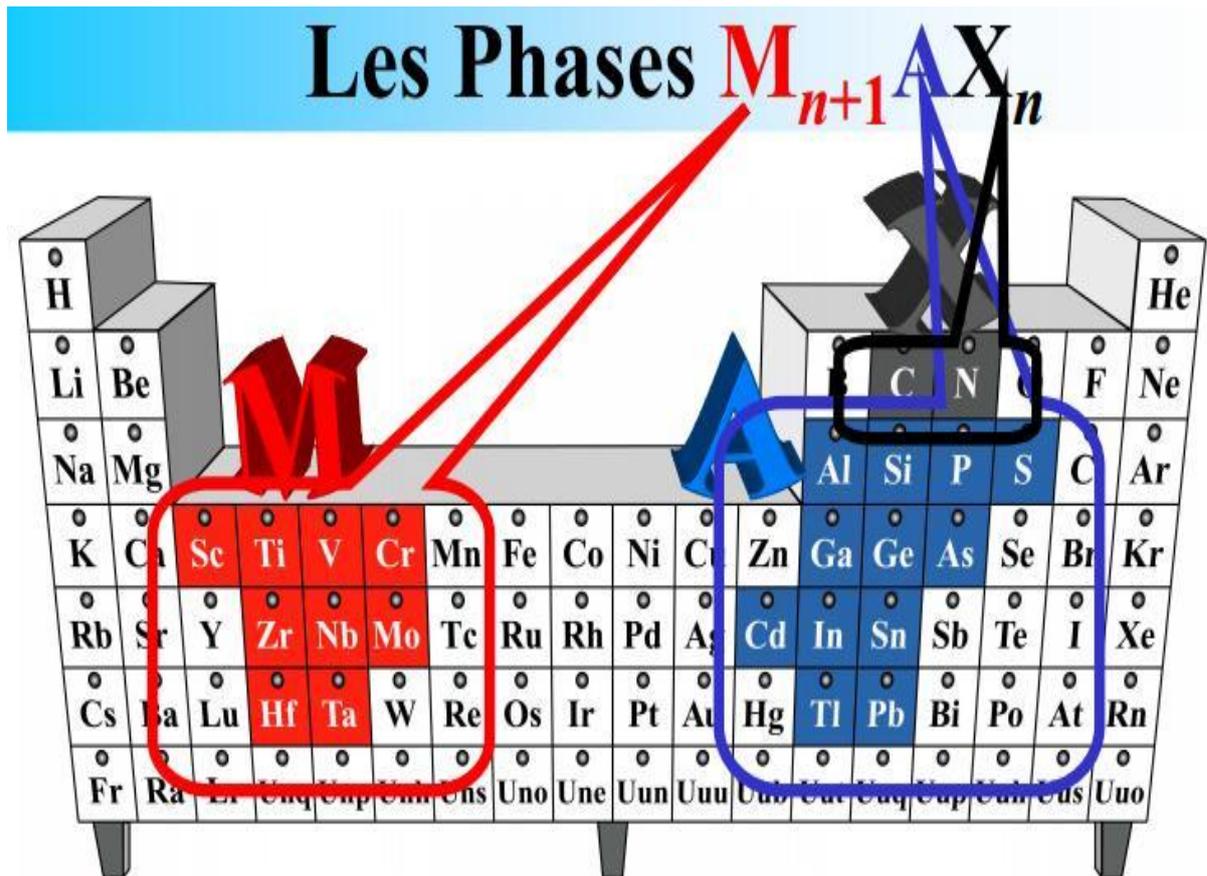


Figure I.1 : Les emplacements des composés des phases MAX.

I.2. Structure cristallographique :

Les phases $M_{n+1}AX_n$ sont des composés lamellaires hexagonaux qui cristallisent dans le groupe d'espace $P6_3/mmc$. Les Figures suivantes a, b et c montrent, respectivement, la maille élémentaire des phases 211, 312 et 413. Pour chacune des configurations les plans compacts des éléments M sont intercalés entre les couches d'atomes A, les atomes X remplissant les sites octaédriques entre les couches M. L'élément A, quant à lui se situe au centre de prismes trigonaux qui forment des sites de volume plus grand que celui des sites octaédriques M_6X (identiques à ceux trouvés dans les structures cubiques de type NaCl), et qui sont donc à même d'accueillir des atomes A plus gros [2].

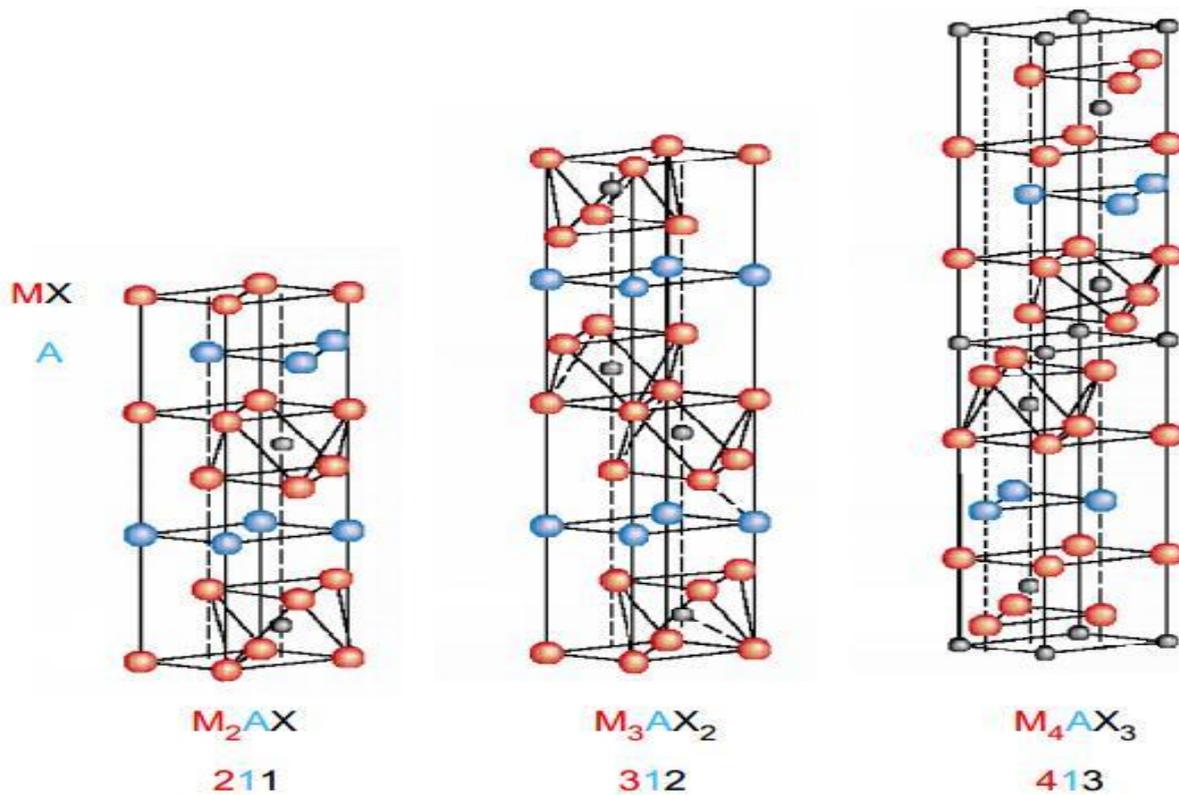


Figure I.2 : La maille élémentaire des phases MAX: structure 211, structure 312 et structure 413.

Cette structure particulière fait que les phases MAX peuvent être qualifiées comme étant des matériaux nanolamellaires ce qui est clairement mis en évidence sur les images de microscopie électronique haute résolution (METHR). A titre d'exemple on observe nettement sur la Figure suivante un contraste chimique montrant l'alternance des unités Ti_3C_2 et des plans purs de silicium caractéristiques de la structure 312 de Ti_3SiC_2 [3].

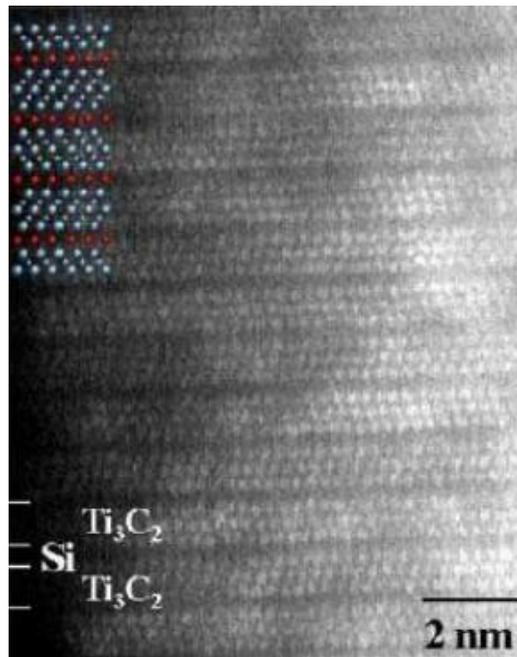


Figure I.3 : Image METHR de Ti₃SiC₂.

I.3. Microstructure :

La structure générale d'une céramique peut être composée de grains d'une même phase, ou de phases différentes, séparés par des joints de grains. Des défauts, liés aux procédés d'élaboration, peuvent également être présents et fragiliser la structure. Ces défauts sont soit des porosités résiduelles après frittage, soit des microfissures apparaissant aux joints de grains lors du refroidissement.

El-Raghy et al ont étudié les structures finales obtenues lors de la synthèse du Ti₃SiC₂ par pressage isostatique à chaud. Ils ont obtenu trois types de microstructures différents en faisant varier la température et le temps de maintien :

- Une microstructure à grains fins notée FG.
- Une microstructure à gros grains notée GG.
- Une microstructure intermédiaire avec de gros grains dans une matrice de grains fins [4].

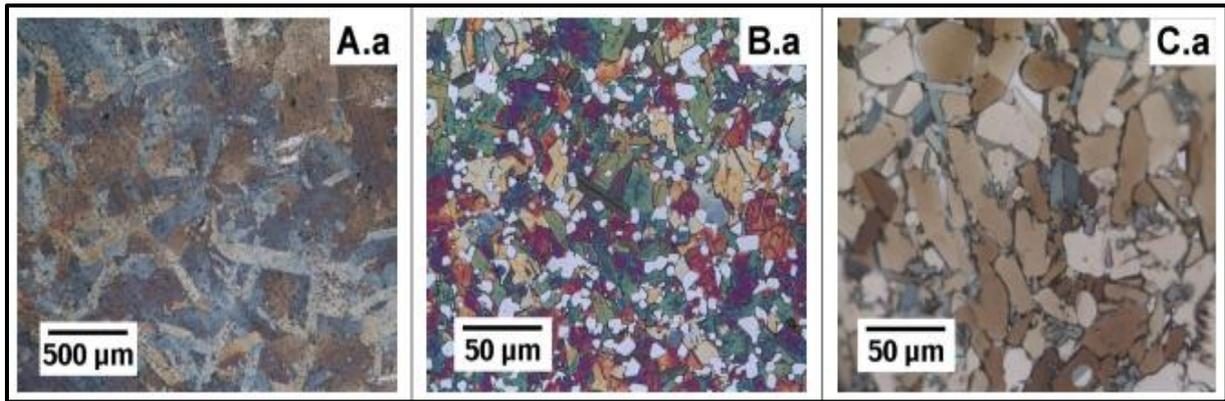


Figure I.4 : les différents types de microstructures.

I.4. Structure électronique :

Il est maintenant établi que trois types de liaison, métallique, covalente et ionique coexistent dans les composés binaires TiC et TiN. Les phases MAX présentant des points communs avec ces composés stœchiométriques, on peut tout naturellement supposer que ces 3 types de liaisons existent aussi dans les phases MAX.

De manière générale, on retiendra que les principales liaisons inter-atomiques dans les phases MAX sont les suivantes ;

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

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

c- la liaison métallique M_d-M_d domine la densité d'état au niveau de Fermi.

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

I.5. Les propriétés des phases MAX :

I.5.1. Propriétés électriques :

Les phases MAX sont bons conducteurs électriques puisque leurs résistivités sont comprises entre $0.07 \mu\Omega \text{ m}$ et $2.7 \mu\Omega \text{ m}$ à température ambiante. De la même façon

que les métaux usuels leur résistivité décroît linéairement en fonction de la température. Ainsi pour $T > 100$ K

$$\rho(T) = \rho_{300}[1 + \alpha(T - 300)]k ;$$

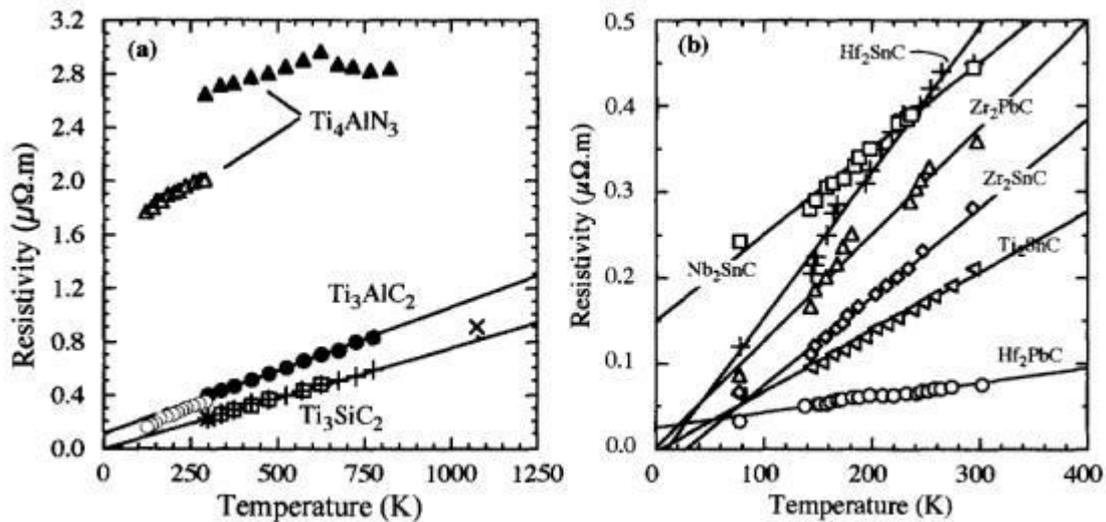


Figure 1.5 : Dépendance en température de la résistivité de certains composés ternaires : (a) Ti_3SiC_2 , Ti_3AlC_2 et Ti_4AlN_3 et (b) M_2AC contenant les éléments Sn et Pb.

A l'exception de Ti_4AlN_3 , les résistivités des composés contenant du Ti sont moins élevées que celles du titane pur et de TiC . Cependant la reproductibilité de ces résultats n'est pas avérée et dépend fortement du composé considéré. On peut ainsi séparer ces composés en 2 groupes :

Le premier groupe contient Ti_2AlC , Hf_2SnC et Ti_3SiC_2 . Dans ce groupe les valeurs de ρ et de $d\rho/dT$ sont bien définies ($\pm 20\%$) et suggèrent que ces phases sont des composés stœchiométriques. Cette conclusion est appuyée par le travail de Wakelkamp et al qui a déterminé pour la première fois la composition stœchiométrique de Ti_3SiC_2 .

Concernant le second groupe les choses sont un peu plus compliquées. Ce groupe contient la plupart des composés des phases MAX et l'incertitude sur les termes de résistivité et de leur dérivée en fonction de la température est plus importante. Par exemple la première valeur de résistivité mesurée pour Ti_2SnC était

de $0.07\mu\Omega\cdot m$. Des mesures plus récentes ont donné une résistivité de $0.22\mu\Omega\cdot m$, valeur 3 fois supérieure à celle donnée précédemment sur un échantillon de composition identique. Ces différences sont trop importantes pour être attribuées à des incertitudes expérimentales. Les principales hypothèses pour expliquer cette large dispersion sont :

- des variations possibles en composition,
- la présence d'impuretés ou de phases mineures,
- la présence de défauts qui peuvent être la conséquence des différents régimes de refroidissement [2].

I.5.2. Propriétés mécaniques :

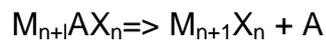
Malgré les similitudes entre les propriétés physiques des phases MX et MAX, les différences entre leurs propriétés mécaniques sont criantes. Les phases MX sont parmi les solides les plus durs connus. Ils sont fragiles, non mégissables, intolérants aux dommages et sensibles aux chocs thermiques. A l'inverse, les phases MAX sont extrêmement tolérantes aux dommages et sont résistantes aux chocs, et la plupart sont lues avec précision. Cette différence marquée de comportement se résume à deux mots: dislocations mobiles. A ce stade, il est assez bien établi que les dislocations du plan de base (BPD) - et seulement les BPD - sont abondantes, mobiles et capables de se multiplier dans les phases MAX à température ambiante. Cependant, comme les dislocations sont contraintes aux plans de base, le nombre de systèmes de glissement est inférieur aux cinq nécessaires pour la ductilité polycristalline. Par conséquent un milieu intéressant entre les métaux et les céramiques, en ce qu'elles sont pseudoductiles sous des déformations confinées ou à température ambiante, en particulier en traction et en forme mince [6].

I.5.3. Propriétés thermiques :

Comme la majorité des céramiques techniques, les phases MAX sont de très bons conducteurs de la chaleur : leur conductivité thermique k se situe autour de 30

$\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. Cette valeur est comparable à celle du nitrure de silicium ($k_{\text{Si}_3\text{N}_4} = 25 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) ou de l'alumine ($k_{\text{Al}_2\text{O}_3} = 32 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$). Avec une conductivité thermique à température ambiante de $34 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, le Ti_3SiC_2 est un conducteur thermique comparable au titane métallique ($k_{\text{Ti}} = 31 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$).

Les phases MAX ne fondent pas, mais se décomposent à haute température. Cette décomposition produit le carbure ou le nitrure du métal de transition et l'élément du groupe A selon la réaction :



La température de début de décomposition varie de $850 \text{ }^\circ\text{C}$ pour le Cr_2GaN à plus de $2300 \text{ }^\circ\text{C}$ pour le Ti_3SiC_2 qui est particulièrement réfractaire. Cette température de décomposition est une fonction sensiblement dépendante des impuretés (Fe, O...) présentes dans le matériau, pouvant être ajoutées volontairement ou bien provenir de contaminations lors de l'élaboration. Sous atmosphère inerte, le Ti_3SiC_2 est stable jusqu'à au moins $1800 \text{ }^\circ\text{C}$.

Entre $250 \text{ }^\circ\text{C}$ et $1000 \text{ }^\circ\text{C}$, le coefficient de dilatation thermique des phases MAX se situe dans l'intervalle entre $7,5 \cdot 10^{-6}$ et $10,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Ce coefficient est toujours un peu plus fort que celui de la phase MX correspondante, mais lorsque M et X varient pour un même élément A, le même écart est conservé entre le coefficient de la structure $\text{M}_{n+1}\text{AX}_n$ et celui de la structure MX [4].

I.6. Applications potentielles des phases MAX :

En raison de leurs propriétés étonnantes, de nombreuses applications des phases MAX ont été proposées. Ces applications ont déjà été présentées dans une liste exhaustive dans le dernier livre de M .W. Barsoum (2013). On y constate que la plupart des applications envisagées repose sur l'utilisation de Ti_3SiC_2 et Ti_2AlC . Parmi toutes les applications présentées, on retiendra que, sous forme massive, les phases MAX sont intéressantes pour les applications structurelles à haute température : brûleurs à gaz, forets à béton, échangeurs thermiques, éléments de chauffage etc.

Les phases MAX sous forme de couches minces ont également de nombreuses applications potentielles comme les éléments de contacts électriques, les capteurs, les films d'amortissement réglables pour les systèmes micro-électromécaniques etc. On notera aussi que les phases Ti_4AlN_3 et V_4AlC_3 sont utilisées comme revêtement pour protéger contre la corrosion et l'usure les véhicules spatiaux à destination de Mercure [5].

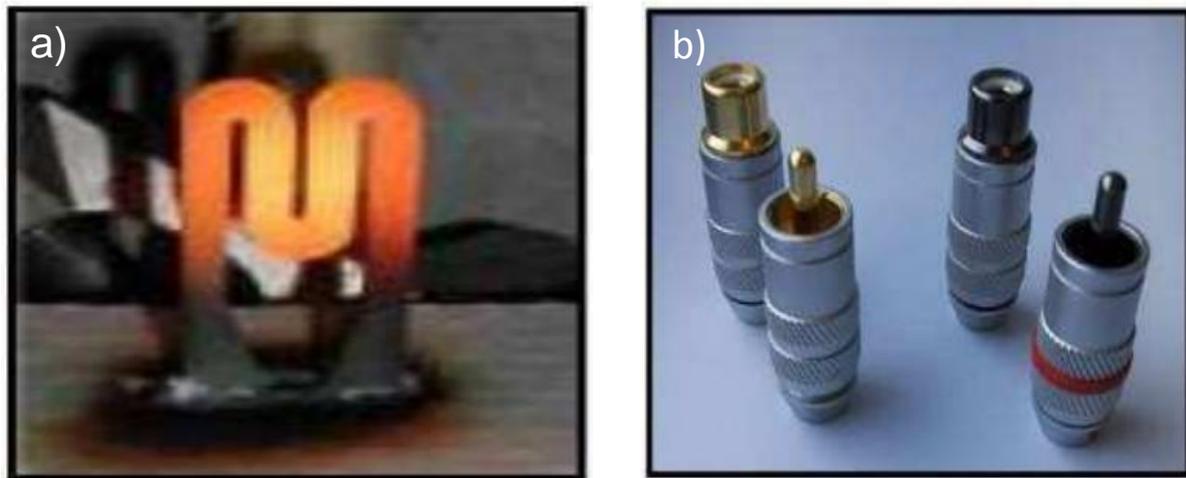


Figure I.6 : a) résistance chauffante réalisée en phase MAX, b) élément de contact électrique recouvert par la phase MAX.

I.7. Techniques d'élaboration :

Contrairement aux métaux et aux polymères qui peuvent être moulés, forgés ou usinés, les céramiques sont en général difficiles à mettre en forme. Seul le verre peut être fondu, ayant une température de fusion relativement faible. Les matériaux comme l'argile peuvent également être facilement travaillés après un ajout d'eau qui les rend malléables. Cependant, étant donné leur caractère réfractaire et leur grande fragilité, la plupart des céramiques techniques ne sont pas si facilement mises en forme : cette étape se fait donc en même temps que la synthèse du matériau dense, basée sur le principe de frittage. Ce principe consiste en l'utilisation de poudres de base concassées, mélangées, puis pressées dans la forme désirée et cuites selon différents procédés jusqu'à obtenir la pièce finale. Des techniques de projection

peuvent également être utilisées pour obtenir des dépôts de ces matériaux. Cette partie présente succinctement un certain nombre de ces procédés [4].

I.7.1. Le frittage naturel :

I.7.1. Principe :

Le frittage n'est pas un phénomène encore bien connu. De nombreux articles de la littérature s'attachent à en améliorer la compréhension ainsi qu'à tenter de le simuler : l'enjeu pour les céramistes est de réussir à obtenir une densité égale à la valeur théorique pour la céramique, en apportant la plus faible quantité d'énergie possible. Le principe de frittage sans ajout de pression est appelé frittage naturel. Il existe trois types de frittage :

- Le frittage en phase solide : tous les constituants restent à l'état solide tout au long du frittage. La densification passe par un changement de forme des grains, le transport de matière se produisant principalement par diffusion aux joints de grains.
- Le frittage en phase liquide : un liquide visqueux se forme, remplissant plus ou moins complètement les espaces poreux du compact initial. La densification se produit principalement par mise en solution et précipitation du solide, ce qui permet un transport de matière rapide.
- Le frittage réactif : deux ou plusieurs constituants réagissent ensemble lors du frittage, la densification se faisant par la précipitation du nouveau composé.

Le principe du frittage est l'utilisation de l'énergie de surface disponible lorsque le matériau est sous forme de poudre afin d'obtenir une structure dense. Deux phénomènes entrent en compétition pour minimiser l'énergie du système en minimisant cette énergie de surface.

- un phénomène d'augmentation de la taille des particules de la poudre préalablement compactée, les tailles des grains et des pores augmentent alors ensemble dans la structure.
- un phénomène de création et extension de joints de grains, suivi d'un grossissement des grains, qui permettent à la structure de se densifier - c'est le frittage [4]

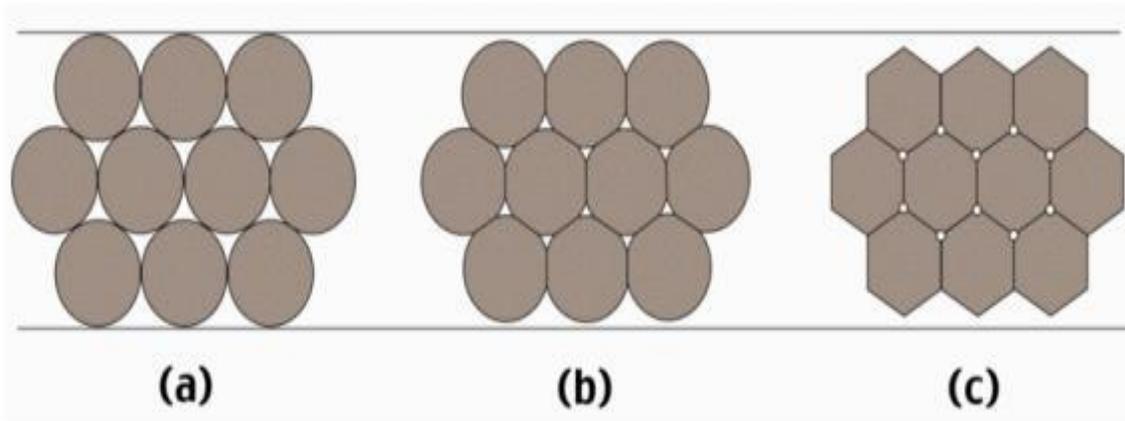


Figure I.7 : Le principe de frittage en phase solide.

I.7.2. Le frittage sous charge HP :

Lorsqu'en plus du cycle thermique, une pression extérieure est appliquée au matériau, on parle alors de frittage sous charge. Dans ce cas, les grains sont sollicités mécaniquement et par des phénomènes de diffusion ou de déformation plastique le taux de densification est fortement accéléré. Il existe deux grands modes de compression pour le frittage sous charge, la compression uniaxiale en matrice où la pression est appliquée par deux pistons (Figure; a) dans un moule, dont le procédé compression uniaxiale à chaud ou "Hot Pressing" (HP) fait partie et la compression isostatique à chaud (CIC), qui fait intervenir un gaz à très haute pression pour appliquer une pression uniforme sur toutes les surfaces extérieures de l'échantillon à densifier (Figure b). Pour des procédés tels que le HP ou le CIC, les cycles de frittage ne sont que de quelques heures [7].

I.7.3. Compaction isostatique à chaud CIC (HIP Hot Isostatic Pressure) :

La compaction isostatique à chaud (CIC) ou (HIP Hot Isostatic Pressure), est utilisée pour densifier et mettre en forme des poudres. On obtient alors des pièces massives de tailles et de formes plus ou moins complexes et dont la microstructure est uniforme et contrôlée. Concrètement, ce procédé consiste à soumettre une enveloppe ou capsule, préalablement remplie de poudre, à un traitement thermique

sous pression isostatique ; la pression peut atteindre 400 MPa et la température 2000°C. La pression est appliquée par l'intermédiaire d'un gaz inerte vis-à-vis du matériau de l'enceinte (argon ou azote). Sous l'action simultanée de la pression et de la température la poudre se densifie. Contrairement au frittage, le HIP permet une densification à plus basse température limitant ainsi le grossissement de grain [2].

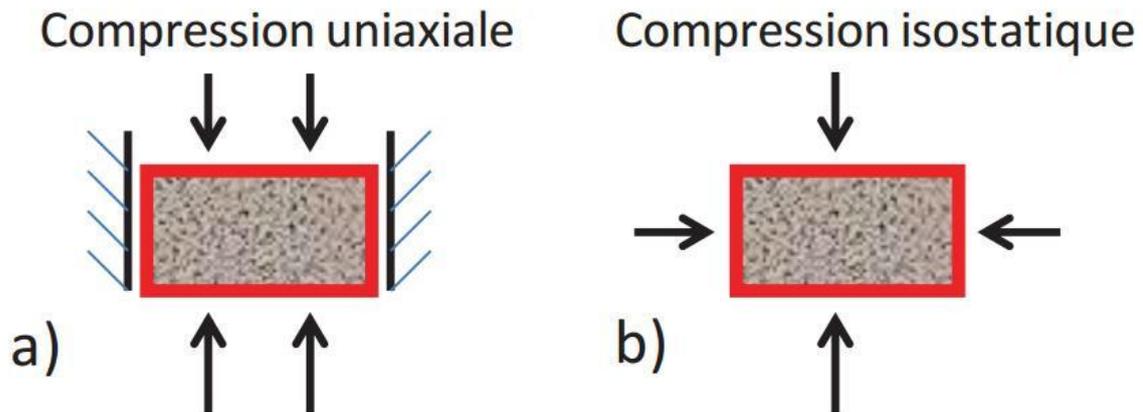


Figure I.8: Principe de : a) frittage sous charge (HP), b) compaction isostatique à chaud (HIP).

I.7.4. Spark plasma sintering (SPS):

Le procédé Spark plasma sintering (SPS, Figure) utilise conjointement les principes du "hot pressing" (HP) et du frittage résistif. Dans ce procédé, le chauffage n'est pas extérieur comme dans le "hot pressing", mais est généré par effet Joule sur l'ensemble moule pistons échantillon (Figure) (Orrù et al. 2009). En fonction de l'intensité du courant puisé injecté, il est possible de faire des cycles thermiques très courts de l'ordre de quelques minutes. Par ailleurs, l'application simultanée de pressions pouvant aller jusqu'à 100MPa (outils en graphite) permet de diminuer les températures de frittage ce qui conjointement à des cycles thermiques courts permet de considérablement diminuer le phénomène de croissance granulaire et infinie, de conserver des tailles de grains nanométriques.

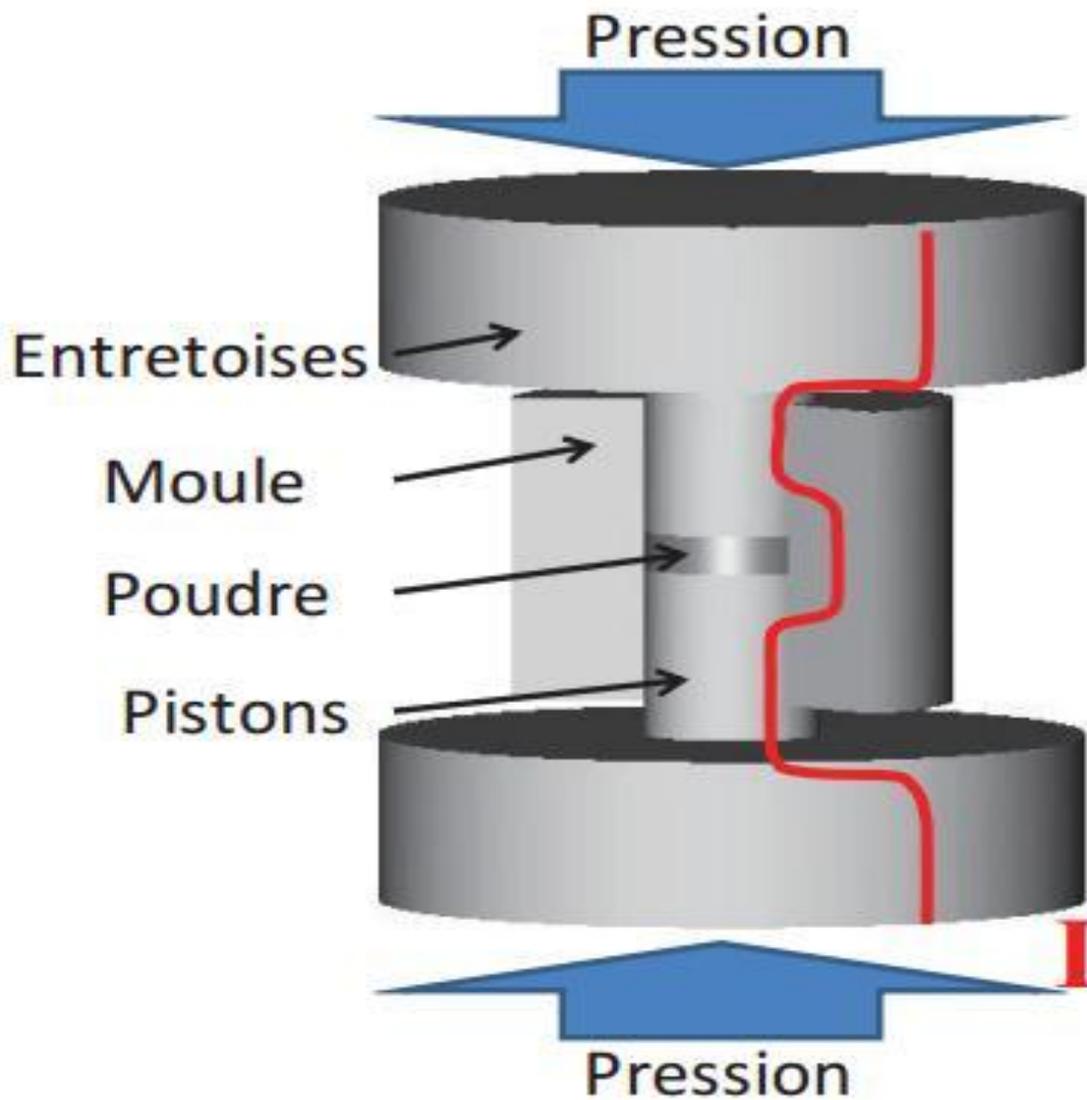


Figure I.9 : Schéma générale de procédé SPS.

En fonction de la conductivité électrique de l'échantillon, la répartition du courant et de la température peut être très différente. En effet, un échantillon isolant électrique est principalement chauffé par les éléments extérieurs en contact, alors qu'un échantillon conducteur est chauffé à la fois de l'intérieur et de l'extérieur. La densification homogène de formes complexes présente également un grand défi qu'il s'agisse du procédé SPS ou HP étant donné la difficulté à densifier des zones d'une même pièce possédant des épaisseurs de compaction très différentes [7].

CHAPITRE II

BIBLIOGRAPHIE SUR LES COMPOSITES A MATRICE METALIQUE

II.1. Nickel:

L'élément nickel est un membre du groupe de transition de la quatrième série du tableau périodique, qui comprend le fer, le nickel et le cobalt. Il a le numéro atomique 28. Le poids atomique du nickel est de 58,71. La structure cristalline normale du nickel est cubique à face centrée avec une constante de treillis de 3,5238 Å.

Bien que du nickel d'une pureté de 99,99% a été fabriqué, les propriétés rapportés pour le nickel de «haute pureté» ont généralement été déterminés sur le matériau ayant une teneur en nickel de 99,95%. En revanche, le nickel commercial en forme forgé contient généralement environ 99,5% de nickel + cobalt et des spécifications telles que ceux de l'ASTM pour les matériaux corroyés, fixer un minimum de 99% de nickel + cobalt. C'est le matériau sur lequel la plupart des propriétés du nickel ont été déterminé.



Figure II.1 : bloc de Nickel pur

II.1.1. OCCURRENCE:

Selon Ware, il existe trois principaux types de gisements de nickel: les sulfures de nickel-cuivre, les silicates de nickel et les latérites et serpentines de nickel.

Ils se trouvent dans différentes régions de la terre et varient considérablement dans la facilité de manipulation pour gagner le nickel qu'ils contiennent. [8]

II.1.2.Utilisations :

Le nickel pur est utilisé pour certains types de cordes de guitare électrique. Le nickel sert à fabriquer des spatules, des creusets et divers instruments pour analyse. Des cuves de nickel sont employées pour le transport sur les navires de soude caustique, concentrée ou très pure. Il sert au raffinage et au stockage des solvants chlorés ou de divers composés, comme le phénol. Sa surface propre évite aussi toute contamination ou décoloration de ces matières.

Le nickel sert à fabriquer des aimants, des écrans magnétiques. Il sert à fabriquer des contacteurs électriques et des électrodes, des bougies de moteurs à explosion.

Il est utilisé comme résistance chauffante (grille pain, radiateur ou encore sèche-cheveux) grâce à son coefficient de conductibilité thermique très faible, ou comme revêtement sur les casques F1 des sapeurs pompiers.

Le nickelage est le plus souvent un revêtement anti-corrosion, obtenu par placage électrolytique à l'aide de sels hydrosolubles. Il est très utile sur le fer, métal plus sensible à la corrosion.

Un autre débouché « historique » du nickel reste les pièces de monnaie, où les qualités de malléabilité et de résistance du produit, à faible usure, sont particulièrement appréciées. Ainsi, on trouve du nickel dans les pièces américaines, canadiennes et dans les pièces d'un et de deux euros. Les pièces de nickel pur ou à revêtement de nickel sont blanches, les pièces en cupronickel sont jaunes.[9]

II.2. Alliages de nickel:

Le nickel forme, avec les métaux, de nombreux alliages, dont quelques-uns ont acquis une grande importance, avant même que l'on ne fut arrivé à tirer parti industriellement du nickel lui-même.

il est probablement le plus polyvalent des éléments métalliques. Parmi les alliages contenant du nickel sont certains ayant une résistance élevée à la corrosion et d'autres qui conserve une excellente résistance et ductilité à partir de températures approchant absolues zéro à ceux près de 2000 F. Certains alliages de nickel sont fortement magnétiques, d'autres sont virtuellement non magnétiques; certains ont de

faibles taux de dilatation thermique, d'autres ont des taux élevés; certains ont des résistivités électriques élevées; certains ont des modules d'élasticité pratiquement constants; on a une mémoire "élastique". De plus, le nickel est magnétostrictif.

Nous allons passer en revue les principaux de ces alliages.

-Nickel et aluminium :

On obtient cet alliage par la fusion, de huit parties d'aluminium avec trois parties de chlorure de nickel sublimé et vingt parties d'un mélange de chlorures de potassium et de sodium. On se débarrasse de la gangue, en lavant le culot à l'acide chlorhydrique étendu. Cet alliage a pour formule Al_6Ni et se présente en grandes lames cristallisées, d'un blanc d'étain, solubles dans l'acide chlorhydrique concentré. Chauffé dans un courant d'acide chlorhydrique sec, il donne du chlorure d'aluminium qui se volatilise, et un résidu de nickel métallique.

On prépare par fusion directe un autre alliage, contenant :

Aluminium8

Nickel20

et qui est employé à fabriquer des fils pour la passementerie.

- Nickel et antimoine :

Une combinaison de nickel et d'antimoine existe dans la nature, sous le nom de breithauptite, en petites masses hexagonales, d'un rouge cuivre violacé, répondant à la formule $NiSb$.

On peut la reproduire facilement par fusion directe des deux métaux.

- Nickel et mercure :

On peut obtenir l'amalgame de nickel, soit, en traitant du chlorure de nickel par l'amalgame de zinc (Da mour), ou l'amalgame de sodium, soit en décomposant par la pile, le chlorure de nickel en présence d'une électrode négative de mercure (II. Moissan).

Ces amalgames ont une consistance pâteuse, et laissent une masse d'un gris noir de nickel métallique, plus ou moins agglutiné, quand on les distille dans l'hydrogène. Ils sont peu stables et s'oxydent rapidement au contact de l'air et de l'eau.

ils sont formés avec absorption de chaleur.

- Nickel et or :

L'or donne, avec le nickel, un alliage très malléable, susceptible d'un beau poli, et magnétique comme le nickel lui-même.

- Nickel et plomb :

Le nickel s'allie difficilement au plomb, en donnant un alliage lamelleux et cassant.

- Nickel et palladium :

Par combinaison de parties égales des deux métaux, on obtient un alliage blanc, brillant, dur, très ductile, très malléable, dont la densité est 11,20.

- Nickel et platine :

Le nickel donne, avec le platine, un alliage blanc jaunâtre, ductile, d'une fusibilité beaucoup plus grande que celle des deux métaux et voisine de celle du cuivre; il est magnétique.

- Nickel et zinc :

L'alliage de 90 de zinc et 10 de nickel est employé à l'état de poudre dans la peinture et les impressions argentées.

- Nickel et fer :

Il existe dans la nature des alliages de nickel et de fer, tels que la toénite, la kamacite et la plessite qui se trouvent dans les fers météoriques. La proportion de nickel dans ces substances est très variable ; ainsi, les météorites de Lenarto et de Charcas ne renferment que 5 à 7 % de nickel ; celle de Santa-Catarina en renferme 30 % sa composition peut, par suite, être représentée par la formule Fe^2Ni ; sa densité est 7,75. On reproduit facilement, par fusion directe, des alliages en toutes proportions

jouissant des propriétés des substances précédentes, propriétés variables suivant leur teneur en nickel.

Ainsi, les alliages peu riches en nickel s'oxydent assez vite sous la double influence de l'air et de l'eau ; ceux qui contiennent une forte proportion de nickel, comme dans la météorite de Santa-Calarina, résistent absolument à l'oxydation.

Les alliages de nickel et de fer ont pris, maintenant, une grande importance industrielle, aussi allons-nous les étudier de plus près.

- Nicko-fonte :

On prépare un alliage de nickel et de fer carburé, que l'inventeur, Al. Sinson Saint-Albin, a appelé nicko-fonte en réduisant, par le charbon, un minerai oxydé de nickel, qui contient une forte proportion de fer, puis en coulant la fonte nickélique ainsi obtenue, dans de la fonte de fer en fusion, de manière à réduire la proportion de nickel à 10 %

On charge un cubilot avec un mélange de coke et de 15 % de charbon de bois, par couches de 50 centimètres, alternées avec un lit de fusion composé de :

Minerai oxydé de nickel....100

Charbon de bois.....10

Plâtre.....20

On entretient les charges à la façon ordinaire et l'on coule le métal qui contient 50 % de nickel.

Cette fonte nickélique étant refondue au creuset, avec du poussier de charbon pour enlever les petites quantités de soufre qui s'y trouvent encore, est coulée dans de la fonte liquide, dans la proportion de quatre parties de fonte ordinaire pour une partie de fonte au nickel. On brasse énergiquement et on verse dans les moules.

Cet alliage est dur et susceptible d'un beau poli. On l'emploie pour les cylindres de laminoirs, broyeurs, etc.

- Maillechorts :

Le plus important des alliages de nickel, celui que l'on rencontre le plus souvent et qui est aussi un des plus anciennement connus.

On donne le nom de maillechorts, aux alliages renfermant essentiellement du nickel, du cuivre et du zinc. Ils peuvent contenir, en outre, du 1^{er}, de l'aluminium, du manganèse, etc.[10].

II.2.1. Utilisations des alliages du Nickel :

Il est utilisé en bijouterie avec de l'or afin d'obtenir une meilleure tenue mécanique ainsi que des couleurs originales. Ainsi, du cuivre, du nickel et de l'or donnent de l'or jaune ou rosé. L'or et le nickel donnent de l'or blanc. Les "bronzes au nickel" se retrouvent dans les profilés pour architecture ou élément de décoration et dans les couverts des services de table, en petite bijouterie avec les alliages alpaca, mais aussi dans les instruments de dessin industriels (compas, pinte-sèche...), les mécanismes d'horlogerie comme les ressorts, les pièces de précision de l'instrumentation scientifique et technique, divers composants de mécanique de précision et d'optique, .

Le nickel est souvent présent dans les aciers spéciaux. Les aciers au Ni et Cr servent à fabriquer des plaques-blindées, des coffres forts et portes blindées, des chars d'assaut...

Le nickel entre dans la composition de plusieurs familles d'alliages métalliques. En dehors des aciers inoxydables (qui n'appartiennent pas à la famille des alliages de nickel mais à celle des aciers), les alliages de nickel peuvent être classés en trois catégories :

Les alliages fer-nickel : ils sont utilisés pour leurs propriétés physiques, parfois étonnantes. Par exemple, l'invar, alliage fer-nickel contenant 36 % de nickel (FeNi36), est quasiment non dilatable en dessous de 200 °C. Il y est utilisé en cryogénie (cuve des navires méthaniers), en physique des lasers (éléments de structure) ou dans les écrans de téléviseurs cathodiques (shadow mask). Les propriétés physiques des alliages fer-nickel mises à profit sont les propriétés magnétiques (mu-métal, alliages à forte perméabilité magnétique, alliages à bas

point de Curie, alliages magnétostrictifs), élastiques (alliages à très faible coefficient thermoélastique), ainsi que leurs extraordinaires propriétés de dilatation (alliages non dilatables ou à dilatation contrôlée)

Les alliages cuivre-nickel (cupronickels) : ils présentent une très bonne résistance à la corrosion en milieu acide ou marin, ainsi qu'une bonne aptitude à la mise en forme et au soudage.

Les superalliages : c'est ainsi qu'on appelle une famille d'alliages de composition complexe, à base de nickel (ou de cobalt), comme le nichrome, présentant une excellente résistance à la corrosion sèche à haute température et de très bonnes propriétés mécaniques (limite élastique élevée, résistance au fluage). Ce sont des matériaux de choix pour les turboréacteurs (aéronautique) et certaines chaudières. Le développement de ces alliages a accompagné celui des moteurs d'avion depuis le milieu du xxe siècle. La série des Nimonic, résistante aux fortes pressions et aux hautes températures, sert en particulier à fabriquer des turbines à gaz et des réacteurs.

Le nickel-chrome est utilisé comme résistance chauffante Ni 60 à 80 %, Cr 10 à 25 %, mais aussi en particulier pour les soins dentaires et comme matériau de soudure.[10]



Les batteries rechargeables

robinetterie

Figure II.2 : Application du nickel

II.3. Les composites à matrice métallique :

II.3.1. Introduction :

Des nombreuses technologies modernes font appel à des matériaux dotés de propriétés que ne peuvent offrir les matériaux traditionnels (métaux, céramiques et polymères), les matériaux résistants sont souvent relativement denses et une augmentation de la résistance et la rigidité fait généralement diminuer la résilience. Pour avoir une combinaison entre ces propriétés une gamme de propriétés des matériaux disponibles s'étend au rythme du développement de la famille des matériaux composites dont les propriétés sont plus intéressantes que celles des matériaux qui les constituent.

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

II.3.2. Composites à matrice métallique à renfort particulaire CMMp :

Les composites à matrice métallique représente une nouvelle classe de matériaux qui tend à se développer de plus en plus. Les développements industriels se sont orientés très tôt vers les CMMp. Les composites renforcés par des particules sont surtout recherchés pour leurs performances en frottement et en usure. Un matériau composite est dit à particules lorsque le renfort se trouve sous forme de particules. Une particule, par opposition aux fibres, ne possède pas de dimension privilégiée.

Les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux ou des matrices, comme la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, la diminution du retrait. Selon la morphologie des particules et leur répartition, il est possible de faire varier les propriétés dans des proportions intéressantes. C'est le cas, par exemple, de la majorité des propriétés physiques

telles que le coefficient de dilatation thermique, la diffusivité thermique, la résistance électrique...etc .[11]

Les cermets sont des CMMp composés de céramique-métal. Les cermets les plus courants sont les carbures cémentés. Ils contiennent des particules extrêmement dures d'une céramique réfractaire, à base de carbures de tungstène (WC) ou de titane (TiC), entre autre, qui sont liées par une matrice constituée d'un métal tel que le cobalt ou le nickel, cuivre. On utilise souvent les cermets pour fabriquer des outils d'usinage des aciers durs. Les particules de carbure donnent du tranchant à ces outils, mais elles sont très fragiles et ne peuvent donc supporter seules les contraintes dues au frottement avec la pièce à usiner. En les incorporant à une matrice métallique ductile, qui les isole et empêche la propagation des fissures d'une particule à l'autre, on obtient un composite plus tenace.

La matrice et la phase particulaire doivent être suffisamment réfractaires pour résister aux températures élevées résultant du frottement entre l'outil et la pièce à usiner, qui est généralement très dure.

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

Les renforts qui sont généralement des céramiques tels que les carbures (SiC, TaC, TiC, WC, B₄C), les nitrures métalliques (TaN, ZrN, Si₃N₄, TiN), les oxydes métalliques (ZrO₂, Al₂O₃, ThO₂) et les borures métalliques (TaB₂, ZrB₂, TiB₂, BM), présentent des modules de Young, des contraintes de ruptures et des duretés assez élevés, en plus d'une bonne résistance à l'oxydation et à la corrosion à hautes températures. Ils offrent des propriétés très attrayantes avec la matrice métallique : module d'Young très élevé, très bon comportement en fatigue thermique, très bonne résistance à l'usure et un très bon rapport résistance mécanique/densité.[12]

Les principales propriétés mécaniques et physico-chimiques des céramiques techniques et leur classification par domaine d'application sont données par C.

Palmonari et G. Timellini [13]. Les diagrammes d'Ashby [14] illustrent les performances mécaniques des céramiques comparées à celles des autres classes de matériaux.

II.3.3. Éléments constitutifs d'un matériau composite :

II.3.3.1. Renfort :

matériau dispersé dans le composite sous forme de particules ou de fibres .[15]

II.3.3.1.1. Renfort discontinu :

Les renforts dont toutes les dimensions sont très inférieures aux dimensions du composite. Trois types de renfort discontinu utilisés dans les composites à matrice métallique, renfort de particules, de trichites, de fibres courtes (Fig II.3). Les caractéristiques de ces renforts sont rassemblées dans le tableau II.1.

II.3.3.1.2. Renfort à particules :

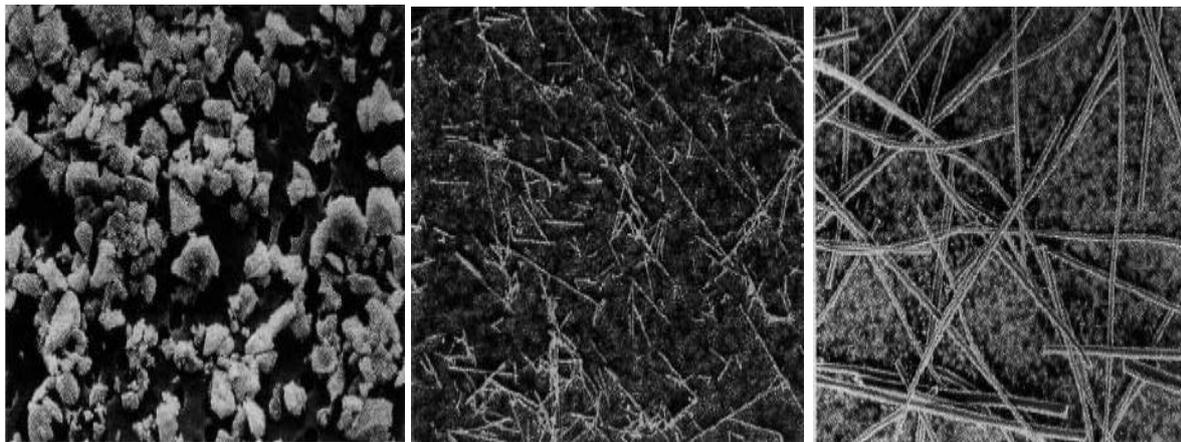
Les particules sont toutes les morphologies de renfort quasi isotropes (facteur l/d (longueur/diamètre) compris entre 0,2 et 1). Ces morphologies peuvent être de type sphérique ou aciculaire de taille moyenne des particules variant entre 5 et 50 μm . Pour les renforts de particules, les fractions volumiques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

II.3.3.1.3. Renfort de trichites :

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

II.3.3.1.4. Renforts de fibres courtes :

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



a) particules

b) trichites

c) fibres courtes

Figure II.3 : Morphologie des renforts discontinus

Type	Nature Chimique	Densité à 20°C	Diamètre (μm)	Module d'Young (GPa)	Résistance à la rupture (GPa)
Particules	SiC	3,2	5 à 50	480	
	TiC	4,7	5 à 10	310 à 380	
	B4C	2,5	5	390	
	Al2O3	3,9	3 à 30	390	
Trichites	SiC	3,2	0,1 à 0,5	400 à 700	3 à 14
	K2O _n (TiO2)	3,3	0,2 à 0,5	280	17
Fibres Courtes	Al2O3	3,3	3	300	2
	Al2O3+SiO2	2,7	3	158	2,5

Tableau II.1 : Caractéristiques des renforts discontinus utilisés dans les CMM.[15]

II.3.4. Elaboration des composites à matrices métalliques :

II.3.4.1. La fonderie :

La facilité de mise en œuvre des procédés de fonderie les rend intéressants en termes de productivité. Ils permettent l'obtention de CMMp sous forme de pièces moulées présentant leur forme quasi-définitive. Le principe consiste à l'incorporation des particules dans l'alliage liquide. Ensuite, la coulée en lingots qui seront refondus pour la mise en forme ultérieure. Toutefois, les procédés de fonderie rencontrent certaines difficultés lors de l'introduction du renfort dans la matrice en fusion. En effet, la différence de densité entre le renfort et la matrice et la mauvaise mouillabilité peut poser des problèmes d'agglomération ou de sédimentation, ces deux phénomènes augmentent la difficulté à obtenir une répartition homogène du renfort au sein de la matrice [17, 23]. Le brassage lors du mélange qui s'effectue sous atmosphère protectrice (vide ou gaz neutre) permet une meilleure répartition des particules de renfort dans le métal fondu, Il existe plusieurs technologies de brassage:

- Le brassage mécanique (développé par Alcan).
- Le brassage électromagnétique (utilisation d'un four à induction).
- Le brassage électromagnétique assisté par ultrasons. [17]

II.3.4.2. Infiltration :

Les procédés classiques d'infiltration d'une préforme peuvent s'appliquer à la fabrication des CMMp qui se déroulent en deux étapes. La première consiste à la fabrication de la préforme de particules par compression à froid, suivie ou non par un frittage. Dans une seconde étape, l'infiltrant passe à l'état de fusion et s'écoule dans la porosité laissée par les particules solides de la préforme [16].

L'infiltration peut s'effectuer sous pression ou sous vide. Dans le premier cas, une pression est appliquée sur le métal liquide qui est forcé à infiltrer une préforme. La pression externe fournie par un gaz ou un dispositif mécanique est utilisée pour obtenir la densité totale du composite. Dans l'infiltration spontanée (sous vide) l'écoulement du liquide entre les particules est favorisé par la gravité et le phénomène de capillarité [18]. La facilité d'infiltration dépend de la morphologie des

pores de la préforme, de la viscosité du métal, de la tension de surface entre le liquide et les particules, de la taille des particules et de la pression appliquée [19].

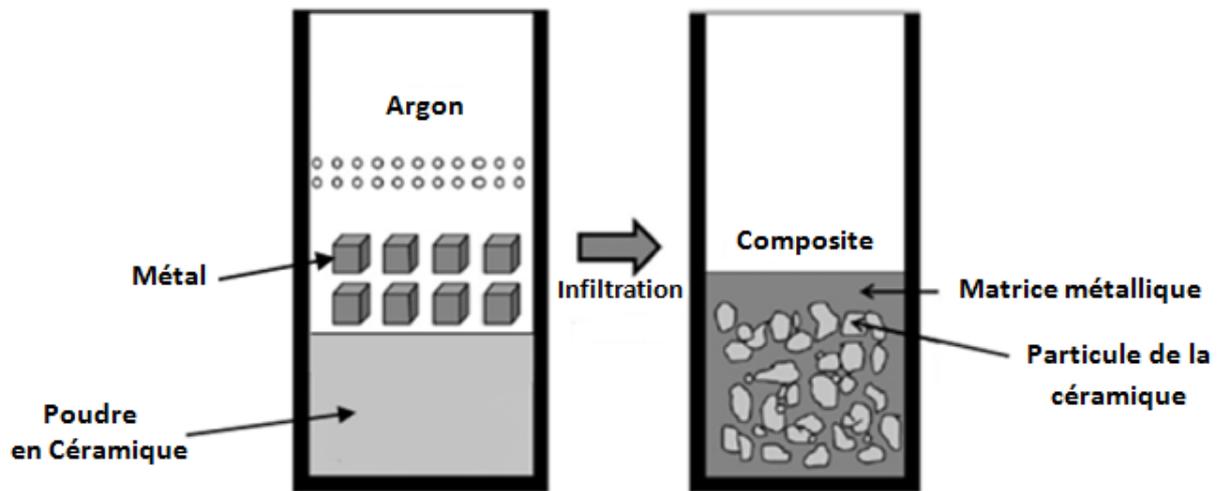


Figure II.4 : Schéma du procédé de l'infiltration

II.3.4.3. Obtention des CMMp par métallurgie des poudres :

Ces procédés sont intéressants sur le plan technique et économique. L'un des intérêts majeurs de ces procédés est de pouvoir obtenir souvent des pièces directement utilisables, sans usinage supplémentaire et sans perte de matière première. Un autre point important est que certains matériaux mis en forme ont des caractéristiques de tenue à haute température particulièrement élevés comme le cas des cermets.

II.3.4.3.1. Moulage par injection de poudres métalliques (MIM) ou céramiques :

Le procédé de Moulage par Injection de Poudres Métalliques (MIM) permet la réalisation de pièces tridimensionnelles aux formes particulièrement complexes, possédant de bonnes résistances mécaniques et des propriétés physiques contrôlées [20]. Ce procédé combine deux technologies de mise en forme distinctes : l'injection des thermoplastiques et la métallurgie des poudres. Le principe de ce procédé est pratiquement identique à l'injection des polymères. Il permet la mise en forme de matériaux métalliques. La poudre métallique est mélangée à un liant afin d'obtenir des granulés qui sont injectés dans un moule comme le montre la figure

II.5. Suite au démoulage, le liant est éliminé par une étape appelée déliantage puis la pièce est exposée à haute température pour la phase de frittage. Ce procédé a l'avantage de conduire à une densité homogène au sein de la pièce [21]. Les matériaux composites fabriqués par MIM incluent les matrices d'acier inoxydables, des métaux réfractaires, composés intermétalliques et les alliages de titane [23.24].

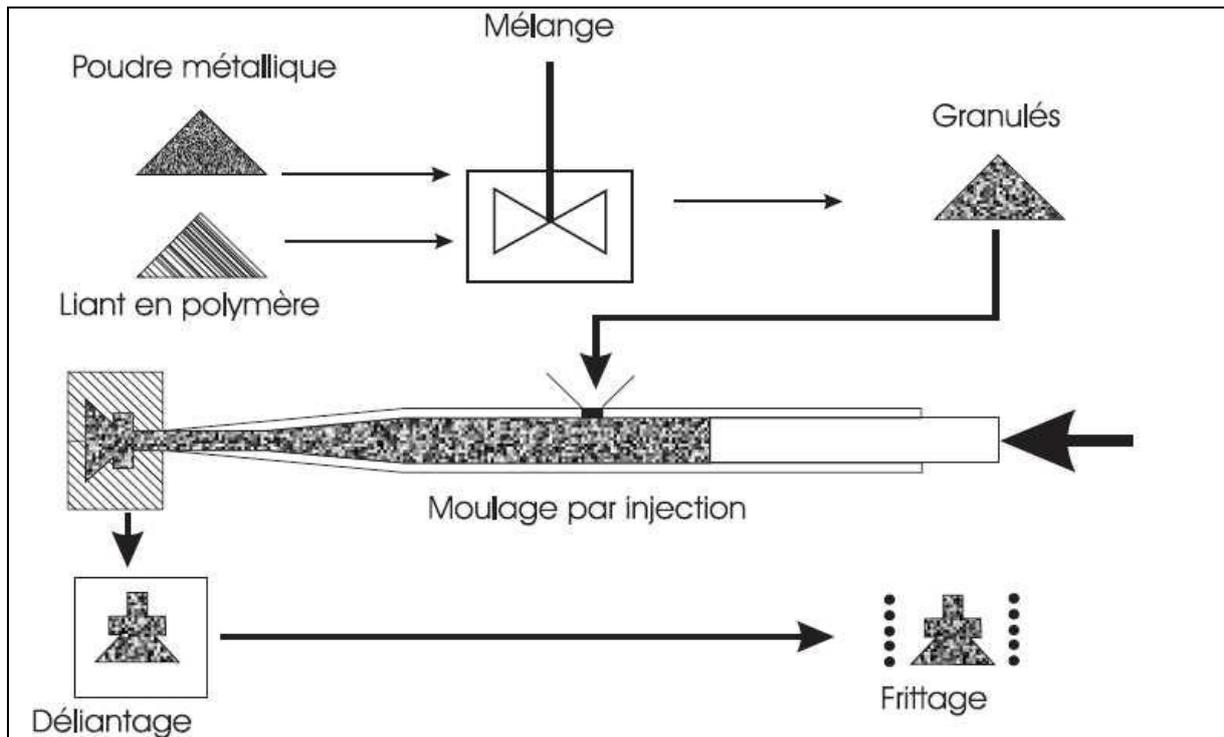


Figure II.5 : Principe du moulage par injection

II.3.4.4. Application des CMM :

-Les matériaux composites à matrice métallique ont sensiblement évolué depuis leur apparition dans les années 1960. Leur prix relativement élevé imposait des applications essentiellement orientées vers l'aérospatiale. C'est seulement à partir des années 1980 avec l'apparition de renforts commercialement intéressants et de meilleure qualité que d'autres domaines d'application ont été envisagés. De nos jours, les CMM intéressent les concepteurs des industries automobiles, électroniques et de loisir pour leur capacité à répondre à des exigences mécaniques spécifiques. [22]

CHAPITRE III

TECHNIQUES EXPERIMENTALES

III.1. Introduction :

Le but de notre travail est l'étude de l'élaboration d'un composite MAX/Ni par un compactage uniaxiale à froid suivi par un traitement thermique, et pour identifier les phases obtenues après l'élaboration on a utilisé plusieurs techniques expérimentales, on a commencé par la diffraction des rayons X(DRX), la microscopie optique (MO) et électronique à balayage (MEB) et l'essai de dureté Vickers (HV).

III.2. Les poudres utilisées :

Pour notre travail, on a utilisé une poudre de Nickel pure (99.99%) avec 149 μm de granulométrie pour former la matrice métallique (Figure III.1.a). Concernant le renfort on a utilisé deux différentes poudres de type Phase MAX (Ti_2AlC et Ti_3SiC_2) avec une granulométrie de 44 μm (Figure III.1.b et 1.c), Ces poudres sont fabriquées par Sandcick Heating Technology (Hallstahammar, Sweden) et disponibles sous le Nom MAXthal 211 pour le Ti_2AlC et MAXthal 312 pour le Ti_3SiC_2 .



Figure III.1 : Poudres de : a) Nickel pure, b) Ti_2AlC , c) Ti_3SiC_2 .

III.3. L'élaboration des échantillons :

III.3.1. La pesée des poudres :

On a fait la pesée des poudres à l'aide d'une balance de précision de 10^{-4} g (Figure III.2) au niveau du département de mécanique (Université de Blida1).



Figure III.2 : Balance de précision (10^{-4} g).

Le mélange des poudres a été fait manuellement en utilisant des boites en plastic fermée (contenants des billes d'acier) pendant 20 minutes. Cette opération a le rôle d'homogénéiser le mélange des poudres.

Le Tableau III.1 représente les différentes compositions des échantillons élaborés.

On a fait varié le pourcentage des poudres afin d'obtenir plusieurs composites, cette méthode a pour but de voire l'effet de l'ajout de la phase MAX (renforcement) sur les propriétés de la matrice du Nickel. Donc on a étudié deux système Ni/MAX, le premier c'est le système Ni/Ti₃SiC₂, et le deuxième c'est le système Ni/Ti₂AlC.

Ech	Ni		Ti ₂ AlC		Ti ₃ SiC ₂		Nomination
	(% en poids)	m (g)	(% en poids)	m (g)	(% en poids)	m (g)	
1	100	4	-		-	-	Ni100
2	90	3.6	-	-	10	0.4	TSC 10
3	80	3.2	-	-	20	0.8	TSC 20
4	70	2.8	-	-	30	1.2	TSC 30
5	90	3.6	10	0.4	-	-	TAC 10
6	80	3.2	20	0.8	-	-	TAC 20
7	70	2.8	30	1.2	-	-	TAC 30

Tableau III.1 : Composition des échantillons élaborés.

III.3.2. Compactage à froid :

Après la pesée et le mélange de la poudre on la met dans un dispositif ($\varnothing 16$ mm, Figure III.3) afin de faire le compactage uniaxiale à froid en utilisant une presse hydraulique de type SPECAC (Figure III.4), en appliquant une pression de 10 Tonnes pendant 15 minutes.



Figure III.3 : Dispositif de compactage des poudres.

Cette opération a été effectuée au sein de laboratoire SDM du département de mécanique au niveau de l'université de Blida 1.



Figure III.4: Presse hydraulique uniaxiale de type SPECAC.

La figure III.5 montre les différentes pastilles obtenues après le compactage.



Figure III.5 : Pastilles cylindriques obtenues par compactage.

III.3.3. Traitement thermique de frittage :

On a placé les pastilles obtenues par compactage à froid sur un porte échantillon en graphite (Figure III.6), afin de le met dans le four de frittage.



Figure III.6 : Porte échantillons en graphite.

Le traitement thermique (frittage) a été réalisé sous atmosphère contrôlée (Argon) à l'intérieure d'un four de type TAP au sein de la société General Electrics (Guerouaou, Blida).

Le cycle thermique du traitement est représenté dans la Figure III.7.

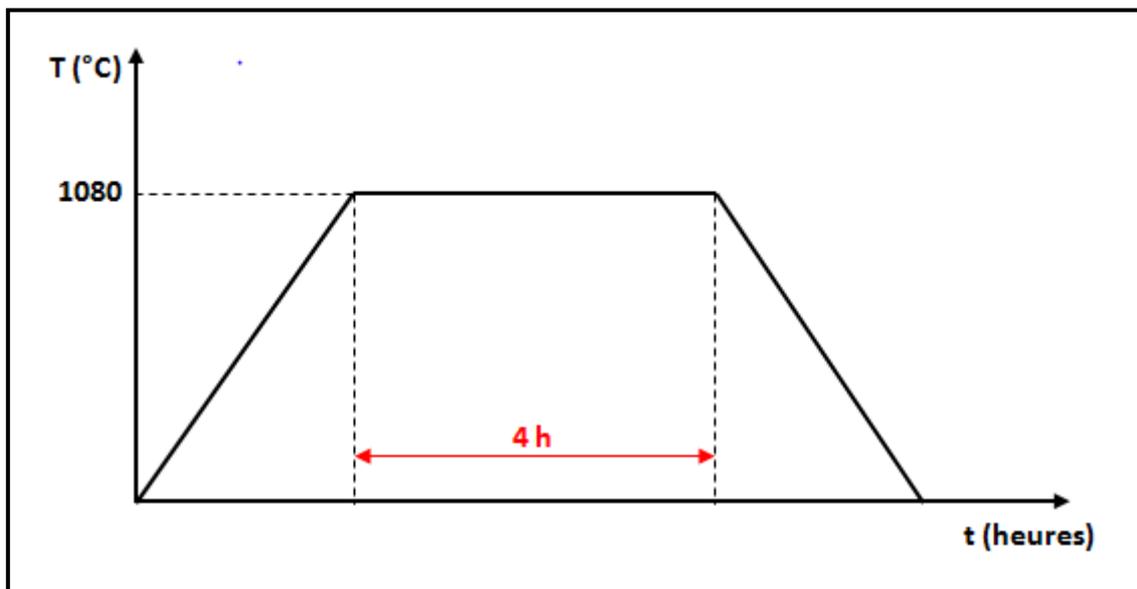


Figure III.7 : Le cycle thermique du traitement.

III.3.4. Préparation métallographique :

III.3.4.1. Polissage des échantillons :

Après traitement thermique, les échantillons ont subi des opérations de polissage à l'aide d'une polisseuse mécanique au niveau de laboratoire SDM (Université de Blida 1). Afin d'obtenir un bon état de surface, les échantillons doivent être soigneusement rectifiés et polis avant qu'ils puissent être examinés au microscope. Pour cela on a utilisé des papiers abrasifs de granulométrie croissante (de 80 à 2000) sur un plateau tournant (Figure III.8).



Figure III.8 : Polisseuse.

III.4. Techniques de caractérisation :

III.4.1. Analyse par diffraction des rayons X (DRX) :

L'analyse par diffraction des rayons X (DRX) a été faite en utilisant un diffractomètre de type PANalytical (X'Pert3 Powder) (Figure III.9) au sein de laboratoire de science des matériaux (USTHB, Alger). La technique d'analyse par diffraction des rayons X repose sur l'interaction élastique d'un faisceau monochromatique de photons X avec la matière cristallisée. La source des rayons X est constituée d'un tube scellé à anticathode en cuivre ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$). Le diffractomètre est piloté grâce à un microordinateur comprenant les logiciels de

commande, d'enregistrement et de traitement des résultats. Pour nos analyses, l'intervalle de balayage de l'angle de diffusion 2θ choisi est de 5 à 100° avec un pas de 0.02°.

L'identification des phases a été faite avec le logiciel (X'Pert High Score Plus), qui permet d'identifier les phases par comparaison du diffractogramme de notre échantillon à ceux des matériaux de référence regroupées dans une banque de données PDF2 (Powder diffraction File), qui contient plus 320 000 fiches.



Figure III.9 : Un diffractomètre des Rayons X de Type PANalytical (X'Pert3 Powder).

III.4.2. Microscopie Optique :

Pour l'observation microstructurale de nos échantillons, nous avons utilisé un microscope optique de type Leica DM 750 (Figure III.10) équipé d'une caméra connectée à un ordinateur et permettant d'acquérir et enregistrer la micrographie observée.

La microscopie optique a été faite au sein de Laboratoire de physique fondamentale et appliquée (FUNDAP, Université de Blida 1).



Figure III.10 : microscope optique de type Leica DM 750.

III.4.3. Microscopie électronique à balayage (MEB) et microanalyse par dispersion d'énergie (EDS) :

Pour la microscopie électronique à balayage (MEB), les échantillons ont été examinées par un microscope électronique de type (Quanta 650, FEI Netherlands) équipé d'un système de microanalyse par dispersion d'énergie (EDS-X) (Brucker X-Flash 6/10) (Figure III.11).

L'analyse a été faite au sein de Laboratoire de physique fondamentale et appliquée (FUNDAP, Université de Blida 1).

Les images obtenues suite à la détection des électrons rétrodiffusés (backscattered électrons) permettent d'avoir des contrastes de couleur traduisant la répartition des éléments chimiques dans les phases. En effet, les éléments lourds renvoient davantage d'électrons rétrodiffusés du fait de leur nombre

atomique élevé, ce qui produit des zones claires sur la micrographie, contrairement aux éléments légers qui produisent des zones sombres.

Le système EDS-X enregistre le rayonnement X produit lorsqu'un point, une ligne ou une surface de l'échantillon est bombardé par les électrons. La détection et le traitement des rayonnements diffusés permettent d'accéder aux teneurs des éléments dans la zone ciblée. De même, le logiciel identifie les rayonnements X caractéristiques émis par une surface de l'échantillon et distingue les différents éléments chimiques correspondants. Ce qui permet d'obtenir une cartographie X où chaque élément est distingué par une couleur.

Le microscope est piloté au moyen de deux microordinateurs sur lesquels sont installés les logiciels de commande du microscope, d'acquisition et de traitement des résultats.

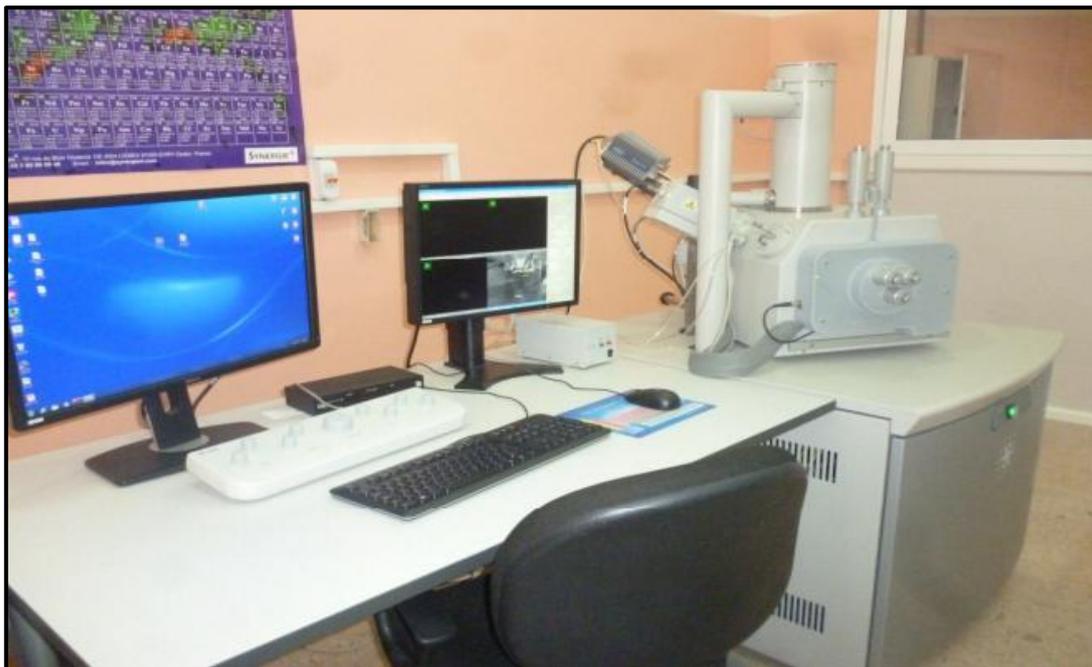


Figure III.11 : Microscope électronique à balayage (MEB) Quanta 650.

III.5. Dureté Vickers :

Les mesures de dureté sur les différents échantillons ont été effectuées à l'aide d'un duromètre de type Vickers (INOVATEST Nemsis 3000), avec une charge de

10Kg et un temps de maintien de 15 secondes. Cet appareil est équipé avec un système qui permet une mesure automatique des deux diagonales de l'empreinte.

Pour chaque échantillon, on a pris la moyenne de trois mesures de dureté, dans le but de toucher tous les régions de chaque échantillon, et avoir une idée sur l'homogénéité des composites élaborés.

La mesure de dureté a été faite au niveau du centre de recherche et technologie industrielle (CRTI, Cheraga).



Figure III.12 : Duromètre de type Vickers, INOVATEST Nemsis 3000.

La mesure de dureté Vickers se fait avec une pointe pyramidale normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet entre faces égal à 136° . L'empreinte a donc la forme d'un carré (Figure III.12); on mesure les deux diagonales d_1 et d_2 de ce carré à l'aide d'un appareil optique. On obtient la valeur d en effectuant la moyenne de d_1 et d_2 . C'est d qui sera utilisé pour le calcul de la dureté. La force et la durée de l'appui sont également normalisées. La dureté Vickers ou nombre Vickers est notée HV.

La formule permettant d'obtenir une valeur sur l'échelle de Vickers est :

$$HV = \frac{2F \cdot \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{g \cdot d^2}$$

Avec :

HV : Dureté Vickers

F : Force appliqué [N]

d : Moyenne des diagonales de l'empreinte [mm]

g : Accélération terrestre [9.80665 m.s⁻¹]

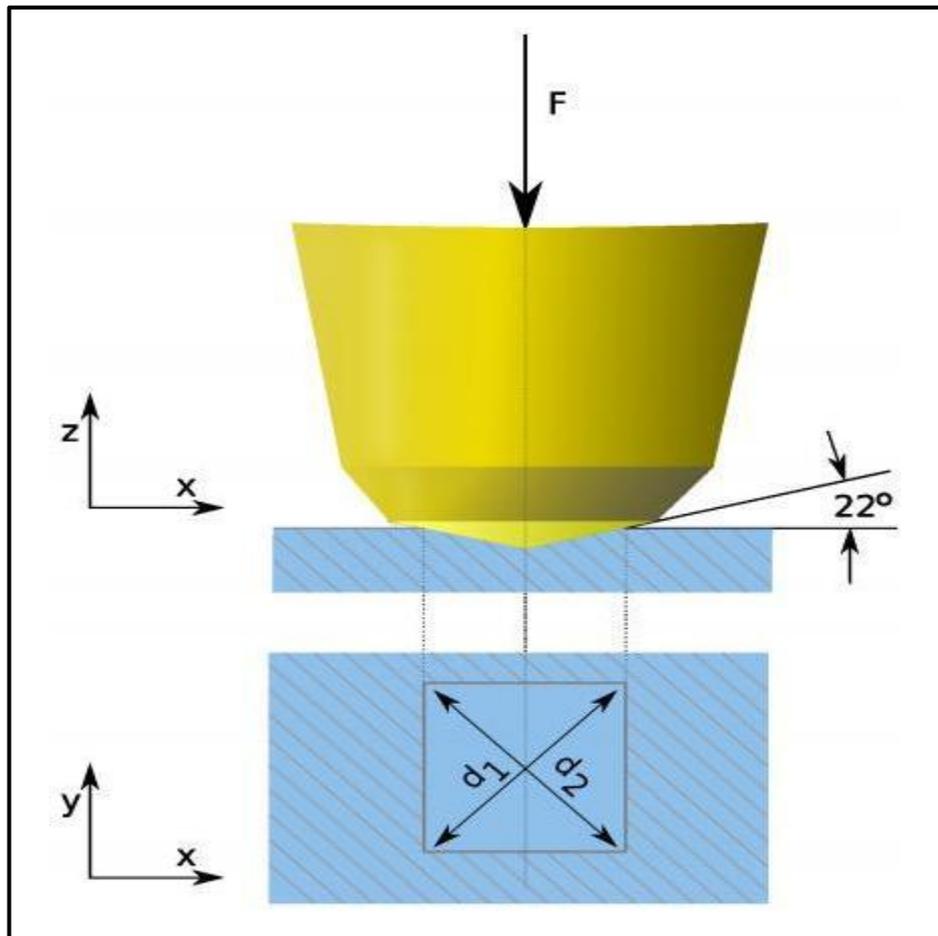


Figure III.13 : Principe de la dureté Vickers.

CHAPITRE IV

RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV.1. Introduction

Notre travail consiste à étudier deux différents composites de type MAX/Ni, le (Ni/Ti₃SiC₂) et le (Ni/Ti₂AlC).

Après avoir décrit les différentes techniques expérimentales utilisées dans notre étude, ce chapitre regroupe les résultats portant sur l'élaboration et la caractérisation microstructurale de ces composites.

IV.2. Le système 1 (Ni/Ti₃SiC₂)

IV.2.1. Analyse par diffractions des rayons X (DRX) :

La figure(IV.1) montre le diffractogramme des rayons X de la poudre de Ti₃SiC₂. L'identification de phases a montré que la poudre est biphasée, elle contient une petite quantité de TiC comme impureté. L'origine de TiC est la synthèse de cette poudre.

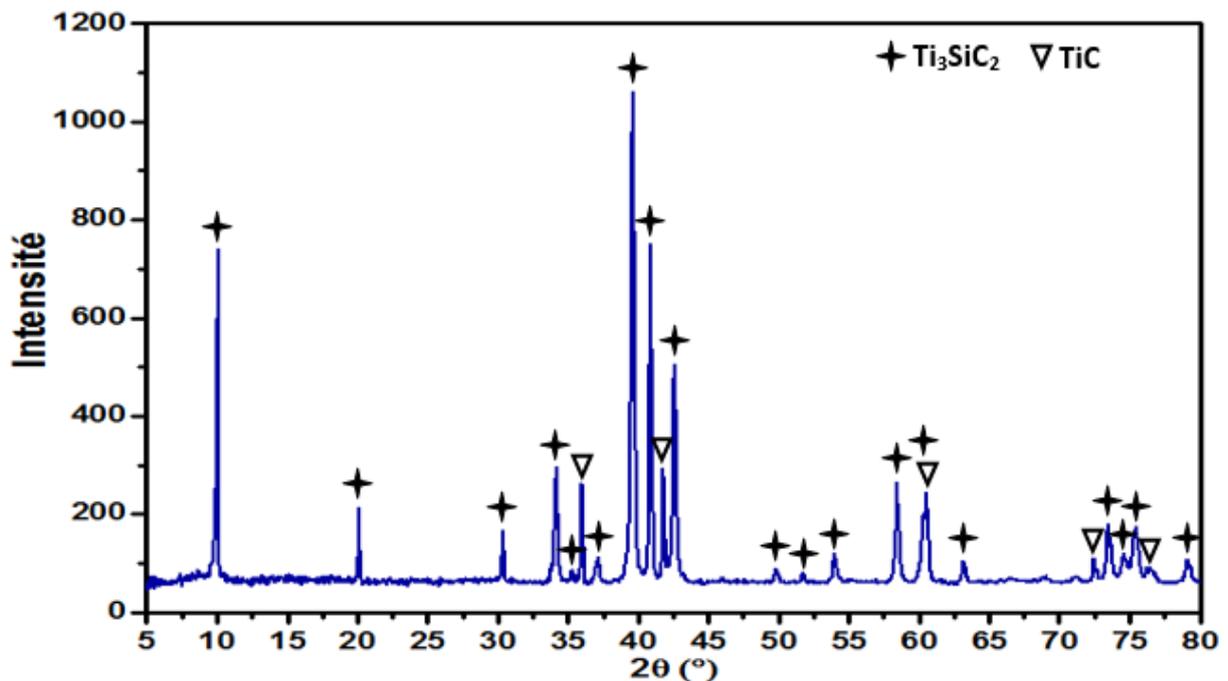


Figure.IV.1 : Diffractogramme des rayons X de la poudre Ti₃SiC₂.

La figure IV.2) montre les diffractogrammes des rayons X des différentes composites Ni/Ti₃SiC₂ (TSC 10, TSC 20 et TSC 30), et a titre de comparaison, le diffractogramme de Nickel pur (10Ni 100) est aussi représenté.

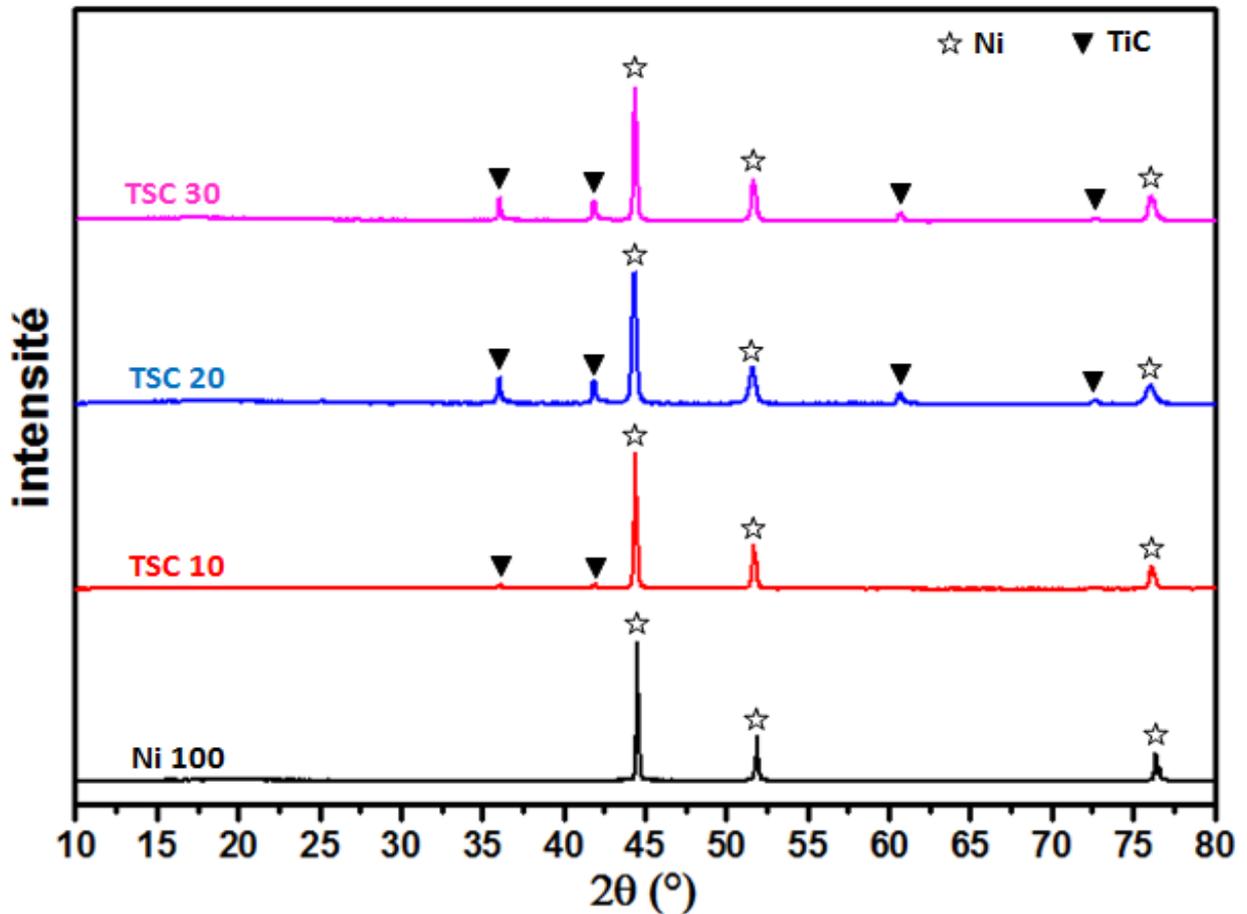


Figure IV.2 : Diffractogrammes des rayons X de Nickel pur (Ni 100) et des composites Ni/Ti₃SiC₂ (TSC 10, TSC 20 et TSC 30).

On peut constater la présence des pics de Ni dans les courbes (DRX) de tous les échantillons, ce qui est logique, ou tous les échantillons contient une quantité importante du Nickel. Les courbes DRX des différentes composites Ni/Ti₃SiC₂ indiquent qu'ils comprennent deux phases (Ni, TiC) et sans présence de Ti₃SiC₂; ce qu'on peut l'expliqué par le fait que la phase Ti₃SiC₂ a été décomposé en TiC. Il est bien connu que l'élément A dans les phases MAX tels que l'Aluminium ont des pressions de vapeur élevées et deviennent volatiles à des températures élevées [25]. Donc, le processus de décomposition des phases MAX est censé d'être selon l'équation suivantes :



Selon la littérature, la température de décomposition de la phase MAX Ti_3SiC_2 dans un atmosphère inerte est de l'ordre de $1600^{\circ}C$ [26]. Pour notre cas, la température de frittage été $1080^{\circ}C$ et la phase Ti_3SiC_2 a totalement décomposée, ce qui est probablement due à la présence du Nickel. Selon ces résultats, on peut dire que le Nickel peut facilite la décomposition de Ti_3SiC_2 à des températures plus basses.

IV.2.2. Microscopie optique :

La figure IV.3) représente les observations réalisées par la microscopie optique sur les composites (Ni / Ti_3SiC_2) avec différents pourcentages (TSC 10, TSC 20 et TSC 30) et le Nickel pur (Ni 100).

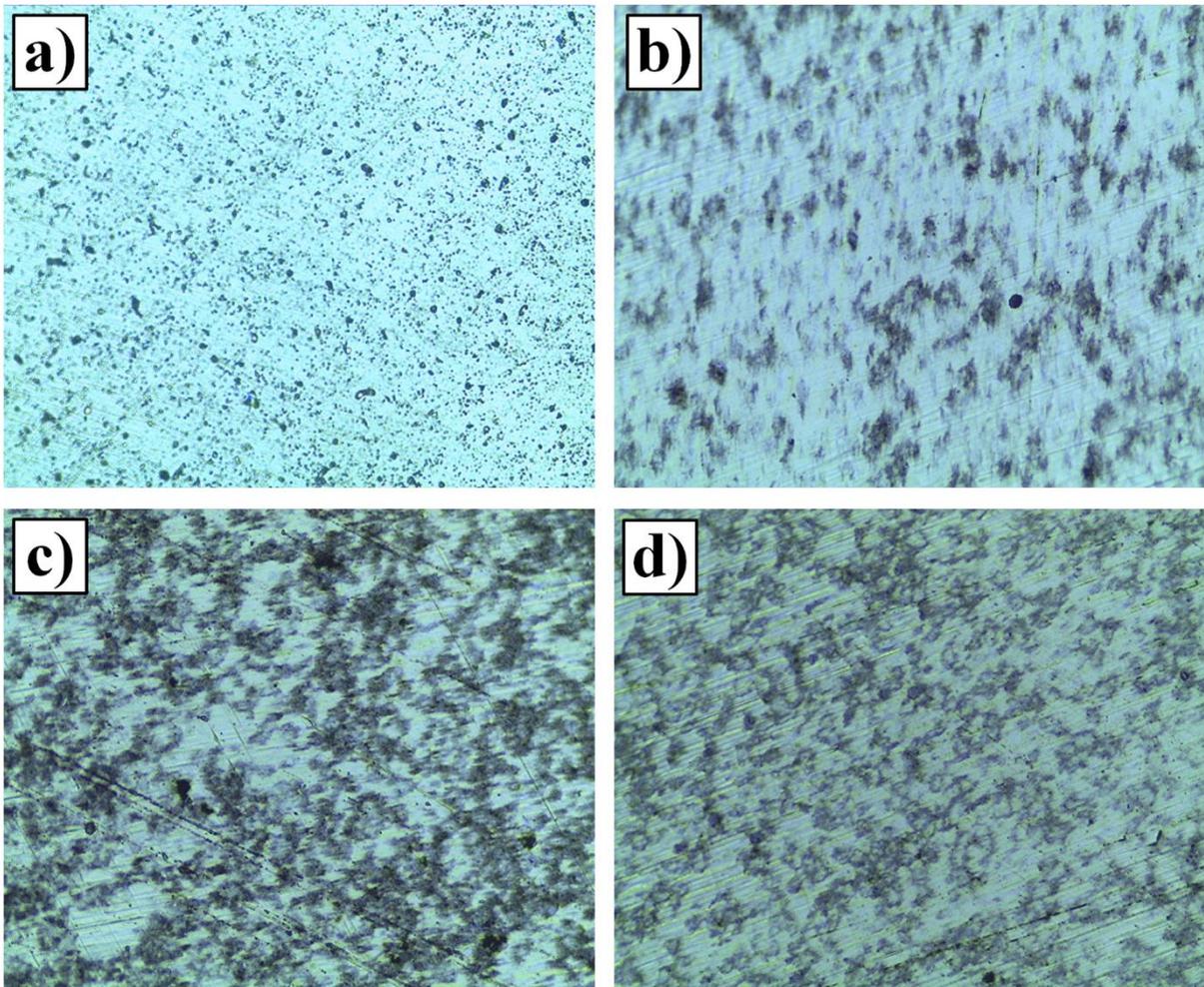


Figure IV.3 : Micrographie optique du : a) Ni 100 ; composite (Ni/ Ti_3SiC_2) : b) TSC 10, c) TSC 20, d) TSC 30.

Pour les composites (Ni/Ti₃SiC₂) la répartition des particules de Ti₃SiC₂ dans la matrice du Nickel est clairement visible, et elle est de façon presque homogène. Ces microstructures confirment que la quantité des particules de renfort dans la matrice de Ni augmente avec l'augmentation de pourcentage de phase MAX (Figure IV.3b ; IV.3c ; IV.3d).

IV.2.3. Observation au microscope électronique (MEB) :

L'examen microstructurale par MEB de l'échantillon TSC 30 met en évidence la bonne distribution des particules dans la matrice avec la présence des micropores (point B figure IV.4d).

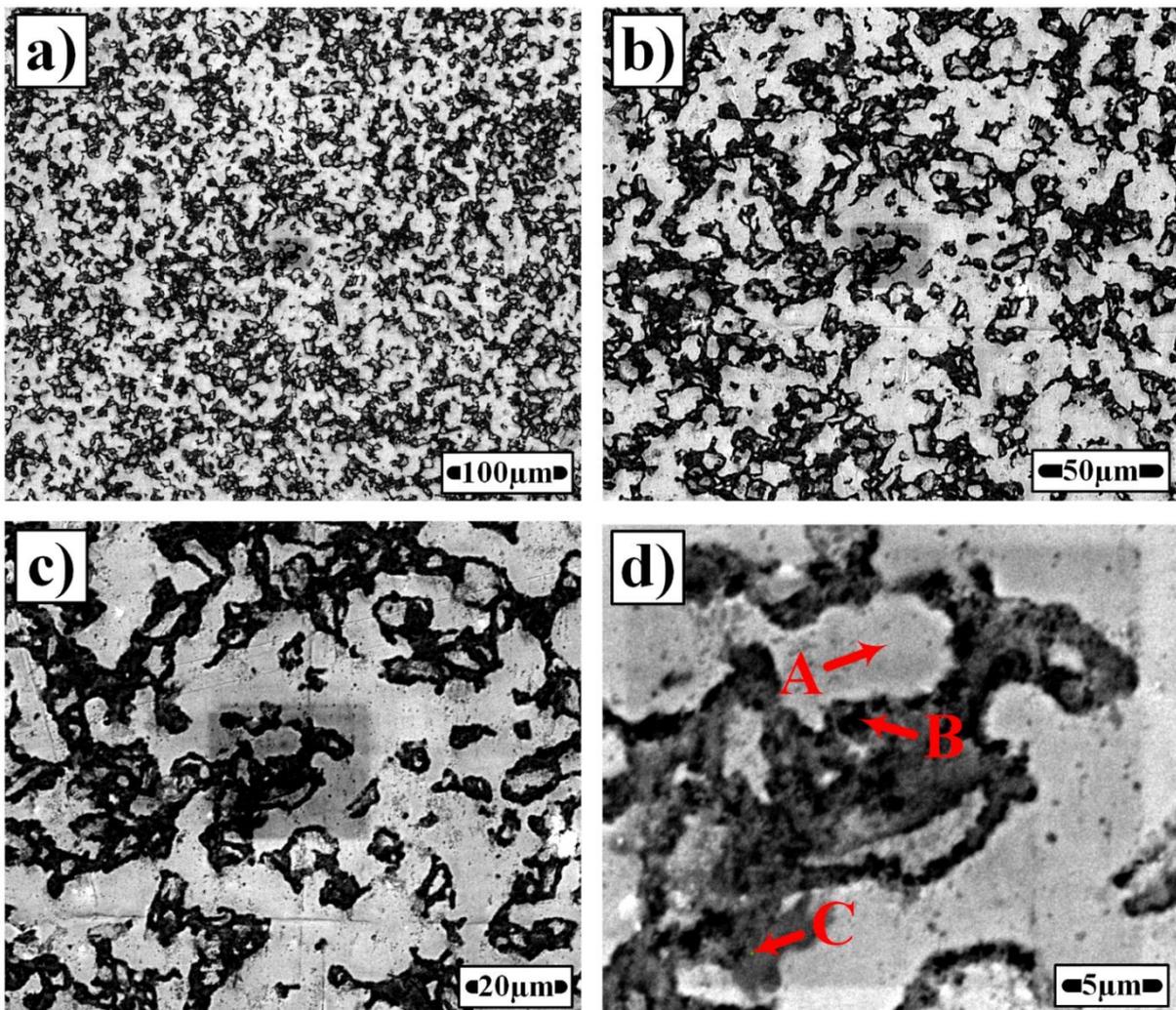


Figure IV.4 : Micrographie MEB à différents agrandissements du composite TSC 30 (70% Ni + 30% Ti₃SiC₂).

A l'interface Ni-Ti₃SiC₂ prévaut une continuité de matière, ce qui montre que les particules sont bien enrobées et mouillées par le Nickel pendant le frittage.

Pour quantifier le taux de porosités dans cet échantillon, on a utilisé le logiciel de traitement d'image (ImajeJ), les résultats ont montré que la porosité ouverte est de l'ordre de 12%.

IV.2.3.1. Microanalyse par dispersion d'énergie EDS :

Le tableau IV.1) montre les résultats d'analyse chimique par EDS des régions ciblées dans la figure IV.4d) du composite TSC 30. Cette microstructure est constituée à partir de trois micro-constituants selon le contraste de couleurs.

D'après les résultats d'EDS, on peut dire que la région gris claire (point A) représente la matrice de Nickel dans laquelle quelques éléments de la phase MAX (Ti₃SiC₂) ont diffusé ; la composition chimique de la région gris foncé (point C) remonte au carbure de Titane (TiC), ce qui est concordant avec nos résultats de DRX. On peut apercevoir dans cette microstructure l'apparition des micropores (point B) (~12%), ces porosités sont causées essentiellement par la décomposition du Ti₃SiC₂ en TiC, ce qui provoque un rétrécissement volumique [27], vu que la densité de TiC (4.93 g.cm⁻³) est supérieure à celle de Ti₃SiC₂ (4.52 g.cm⁻³).

Région	Ni (%.at)	Ti (%.at)	Si (%.at)	C (%.at)	O (%.at)	Figure
A	70	5	4.15	20.85	-	IV.4d
B	15.92	22.27	3.24	14.53	44.04	IV.4d
C	3.18	53.05	0.45	43.32	-	IV.4d

Tableau IV.1 : Résultats d'analyse chimique par EDS des régions ciblées dans la figure IV.4d).

IV.2.3.2. Cartographie des éléments par EDS :

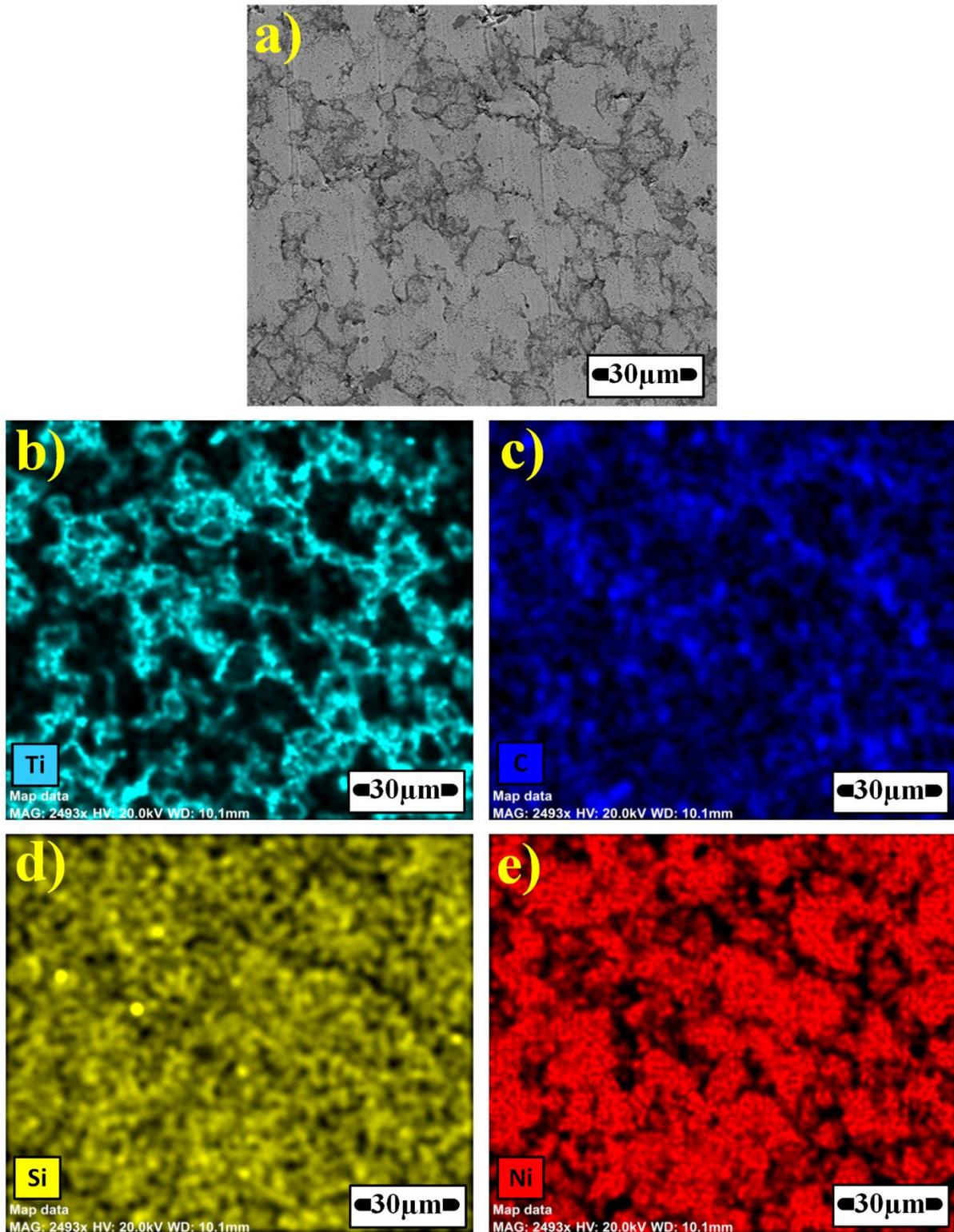


Figure IV.5 : (a) Micrographie MEB du composite TSC 30 (70% Ni + 30% Ti_3SiC_2). (b), (c), (d) et (e) représentent les Cartographies élémentaires de : Ti, C, Si et Ni, respectivement.

La cartographie X réalisé sur la surface du composite TSC 30 est représenté sur la figure IV.5) a pour but de mettre en évidence la répartition des éléments dans les différentes phases du composites élaboré.

Nous constatons que le Titane et le Carbone (figures IV.5b et IV.5c) sont concentrés au niveau des particules, ce qui confirme les résultats de DRX qui montrent la présence de carbure de titane TiC. Pour le Silicium (figureIV.5d), il est réparti d'une façon homogène sur toute la surface, après son enlèvement de la maille de Ti_3SiC_2 .

La figure (IV.2e) montre que le Nickel est concentré au niveau de la matrice.

IV.2.4. La dureté Vickers :

Les valeurs des duretés des échantillons élaborés sont introduites dans le tableau IV.2).

Echantillon	HV ₁ (GPa)	HV ₂ (GPa)	HV ₃ (GPa)	HV _{moy} (GPa)
Ni 100	0.56	0.55	0.56	0.556
TSC 10	0.92	0.90	0.90	0.906
TSC 20	1.56	1.54	1.51	1.536
TSC 30	0.86	0.91	0.91	0.893

Tableau IV.2 : Valeurs de dureté Vickers de Nickel pur et des composites (Ni/ Ti_3SiC_2).

D'après ces résultats, on remarque que la phase MAX (Ti_3SiC_2) a renforcé la matrice de Nickel. Cette augmentation de dureté remonte à la présence des particules dure de TiC, résultants après la décomposition totale de Ti_3SiC_2 durant l'élaboration.

La figure IV.6) montre la variation de dureté en fonction de pourcentage du renfort (Ti_3SiC_2).

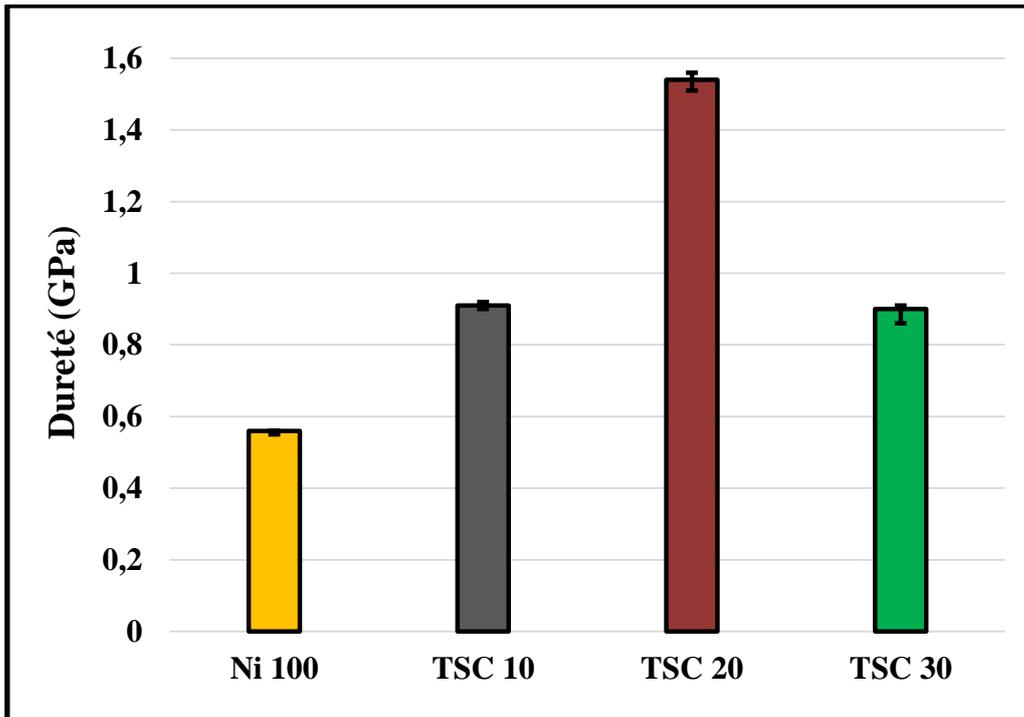


Figure IV.6 : Dureté Vickers de Nickel pur et des composites (Ni/Ti₃SiC₂).

Suivant cette figure, on peut constater que les valeurs de dureté des composites (Ni/Ti₃SiC₂) prennent une tendance ascendante (jusqu'à l'échantillon TSC 20). Pour le composite qui contient 30% de Ti₃SiC₂ (TSC 30), la dureté a diminué, cette diminution est due probablement à la présence des porosités, qui ont détérioré la résistance à la pénétration.

IV.3. Système 2 : Composites (Ni /Ti₂AlC)

IV.3.1. Analyse par diffractions des rayons X (DRX) :

Les figures 1 représentent le diffractogramme de des rayons X de la poudre de Ti₂AlC, ou il est clairement visible après l'identification des phases que cette dernière n'est pas monophasée, elle contient deux différents phases qui appartiennent à la famille des phases MAX (Ti₂AlC et Ti₃AlC₂). Ceci provient du fait que les poudres commerciales de Ti₂AlC ne sont pas généralement monophasées, mais contiennent typiquement des quantités importantes de Ti₃AlC₂ (28 wt.% dans notre cas [27]).

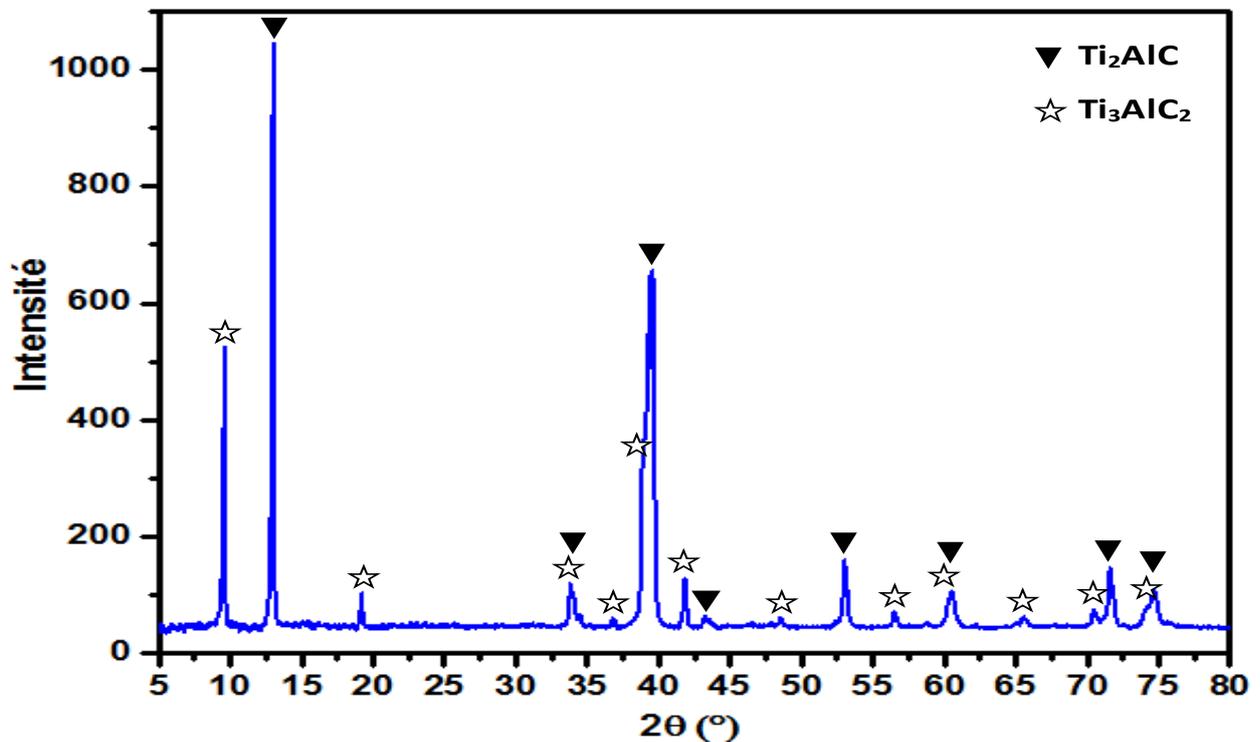


Figure IV.7 : Diffractogramme des rayons X de la poudre de Ti₂AlC.

La figure IV.8) montre les diffractogrammes des rayons X de Nickel pur (Ni 100) et des composites Ni/Ti₂AlC (TAC 10, TAC 20, TAC 30)

Dans le diffractogramme de l'échantillon (Ni 100) on peut voir que tous les piques représentent le Nickel et il n'existe aucune impureté donc elle vérifie la pureté de Nickel.

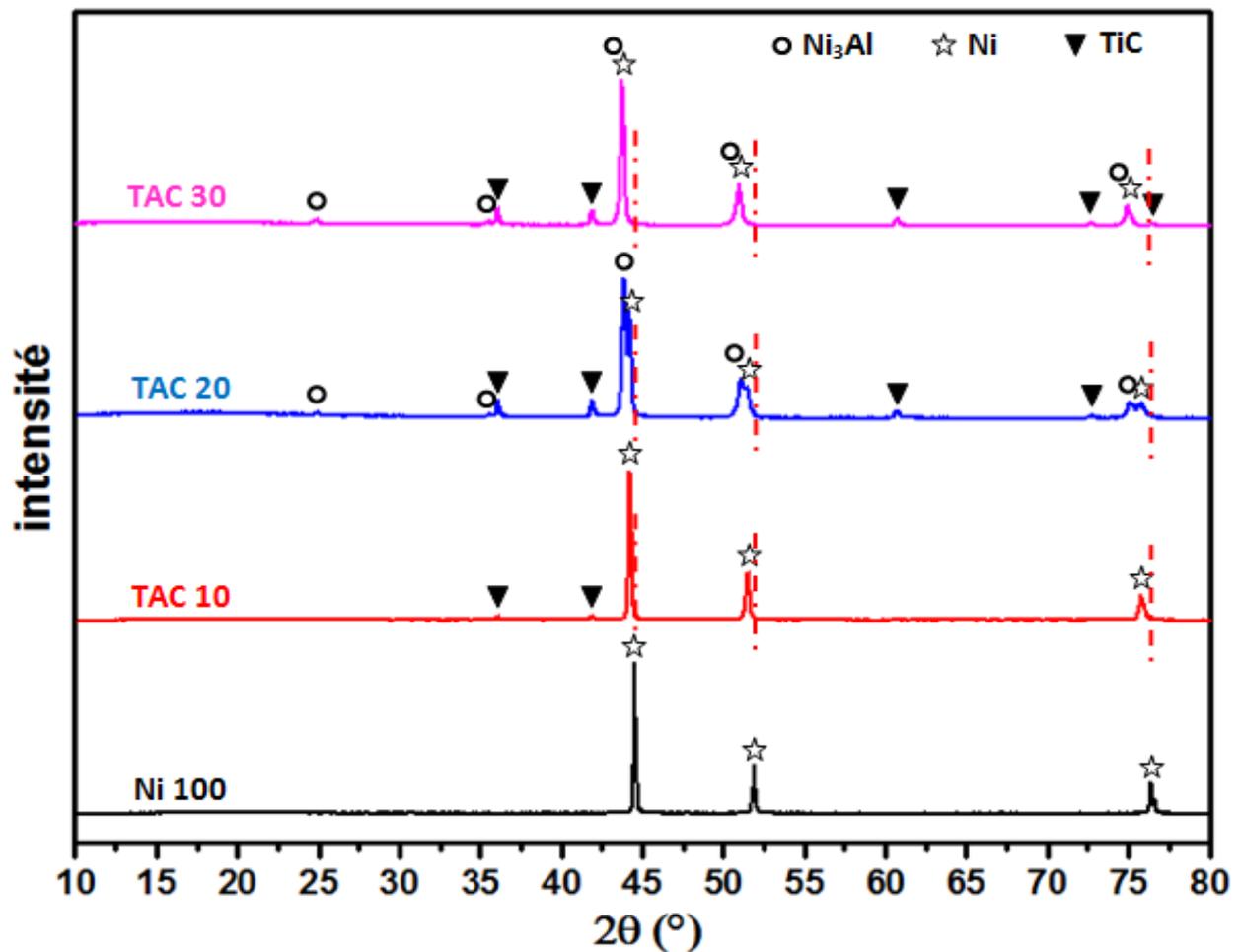


Figure IV.8 : Diffractogrammes des rayons X de Nickel pur (Ni 100) et des composites Ni/Ti₂AlC (TAC 10, TAC 20 et TAC 30).

Les courbes DRX des différents composites montrent l'existence de trois phases (Ni(Al), Ni₃Al et TiC), et l'absence de la phase Ti₂AlC qu'on peut l'expliquer par sa décomposition et transformation en TiC.

Donc l'origine de la phase Ni₃Al est l'interaction du Ni avec l'Aluminium libéré. On croit que la formation de la solution solide Ni(Al) est la responsable du déplacement des pics de Ni aux angles bas, comme montré sur la figure IV.8). Cela indique que les paramètres de maille de la solution solides Ni(Al) sont plus grands que ceux de Ni pur [28].

IV.3.2. Microscopie optique :

La figure IV.8) illustre les micrographies optique de Nickel pur et des composites (Ni/Ti₂AlC), montrant une répartition homogène des particules de renfort (Ti₂AlC) dans la matrice de Nickel pour les différents composites. Ces microstructures confirment que la quantité de particules dans la matrice de Nickel augmente avec l'augmentation de pourcentage de la phase MAX (figure IV.9b ; IV.9c ; IV.9d).

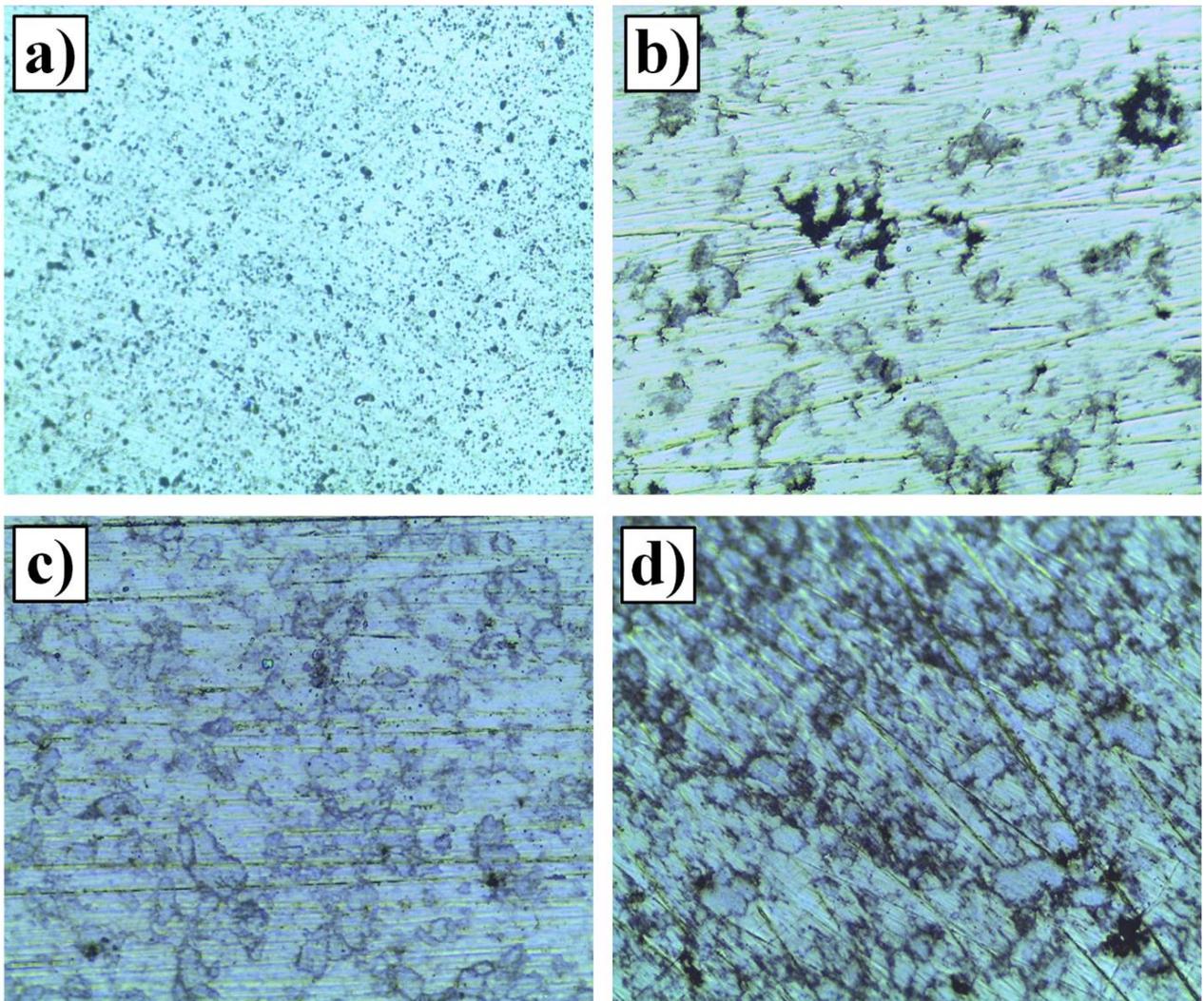


Figure IV.9 : Micrographie optique du : a) Ni 100 ; composite (Ni/Ti₂AlC) : b) TAC 10, c) TAC 20, d) TAC 30.

IV.3.3. Observation au microscope électronique (MEB) :

La figure IV.10) montre les micrographies MEB réalisées sur la surface du composite TAC 30 (70%Ni + 30% Ti₂AlC) avec différents agrandissements. Ces microstructures mettent en évidence la bonne distribution des particules dans la matrice de Nickel, et aussi la tendance à la sphéroïdisation de ces derniers.

La quantification de taux de porosités dans cet échantillon par le logiciel ImageJ a montré que la porosité est de l'ordre de 8%. Ces porosités sont causées essentiellement par la décomposition du Ti₂AlC en TiC, ce qui provoque un rétrécissement volumique [27], vu que la densité de TiC (4.93 g.cm⁻³) est supérieure à celle de Ti₂AlC (4.11 g.cm⁻³).

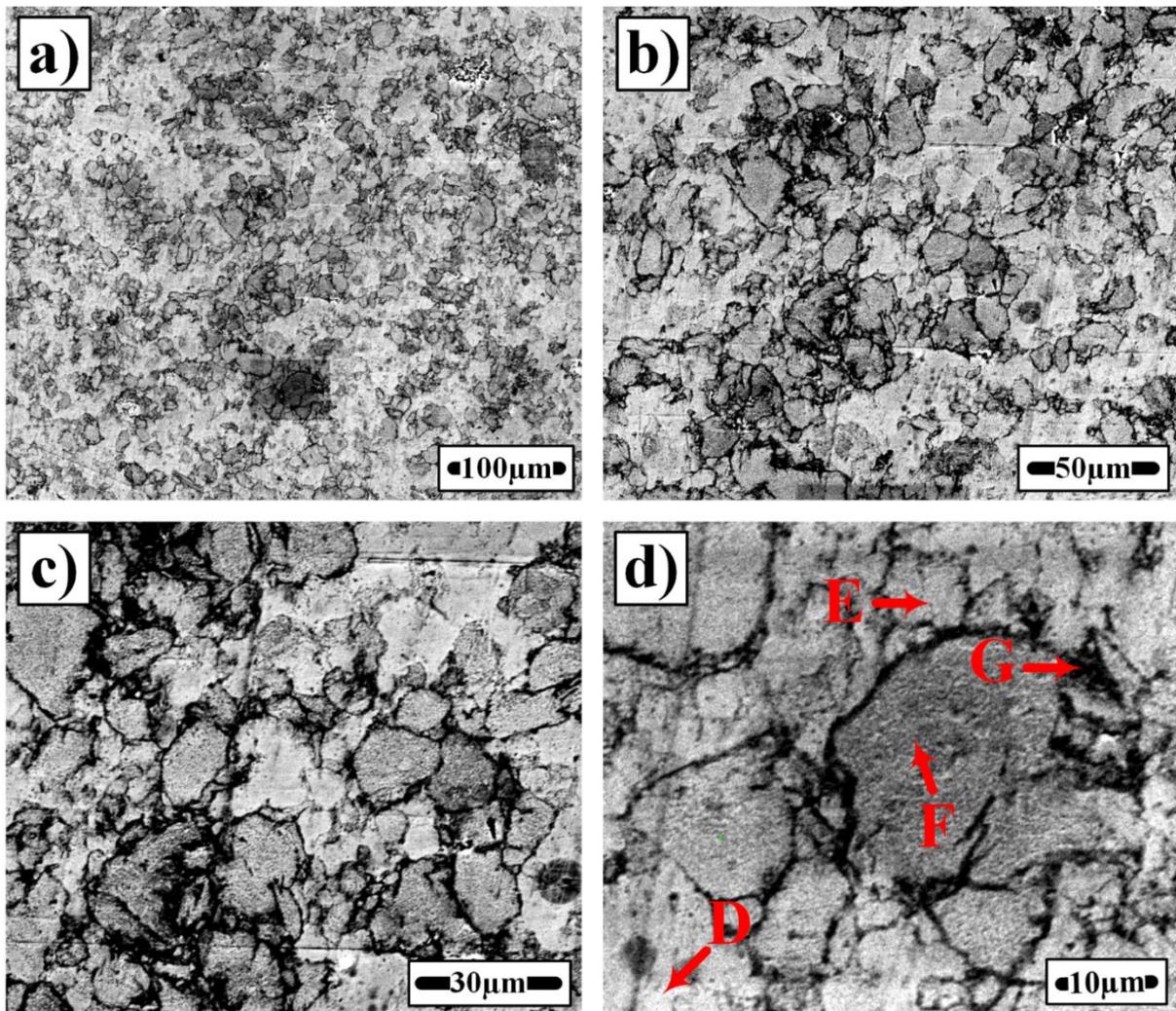


Figure IV.10 : Micrographie MEB à différents agrandissements du composite TAC 30 (70%Ni + 30%Ti₂AlC).

IV.3.3.1. Microanalyse par dispersion d'énergie EDS :

Le tableau IV.1) montre les résultats d'analyse chimique par EDS des régions ciblées dans la figure IV.10d) du composite TAC 30. Cette microstructure est constituée à partir de quatre micro-constituants selon le contraste de couleurs.

D'après ces résultats, on peut dire que le point D représente la matrice de Nickel dans laquelle quelques éléments de la phase MAX (Ti_2AlC) ont diffusé ; On peut constater aussi que les particules ont des différents contrastes, selon la quantité de Nickel dans chaque particule (Point E, F et G).

Région	Ni	Ti	Al	C	Figure
D	59.81	10.47	13.05	16.66	IV.10d
E	47.02	17.70	9.51	25.77	IV.10d
F	29.59	26.48	4.84	39.10	IV.10d
G	15.40	37.55	1.55	45.51	IV.10d

Tableau IV.3 : Résultats d'analyse chimique par EDS des régions ciblées dans la figure IV.10d).

IV.3.3.2. Cartographie des éléments par EDS :

Pour mettre en évidence la distribution des éléments dans les différentes phases du composite TAC 30 élaboré, une cartographie X a été réalisée et représentée sur la figure IV.11). Cette figure montre d'abord la micrographie analysée (Figure IV.10a), où les différentes phases apparaissent avec un contraste de couleur en fonction des éléments qu'elle contient.

Selon les figures IV.11b et IV.11c), le Titane et le Carbone sont concentrés au niveau des particules (gris foncé dans la figure IV.10a). Donc on peut dire que ces particules représentent le carbure de titane (TiC) identifié par DRX.

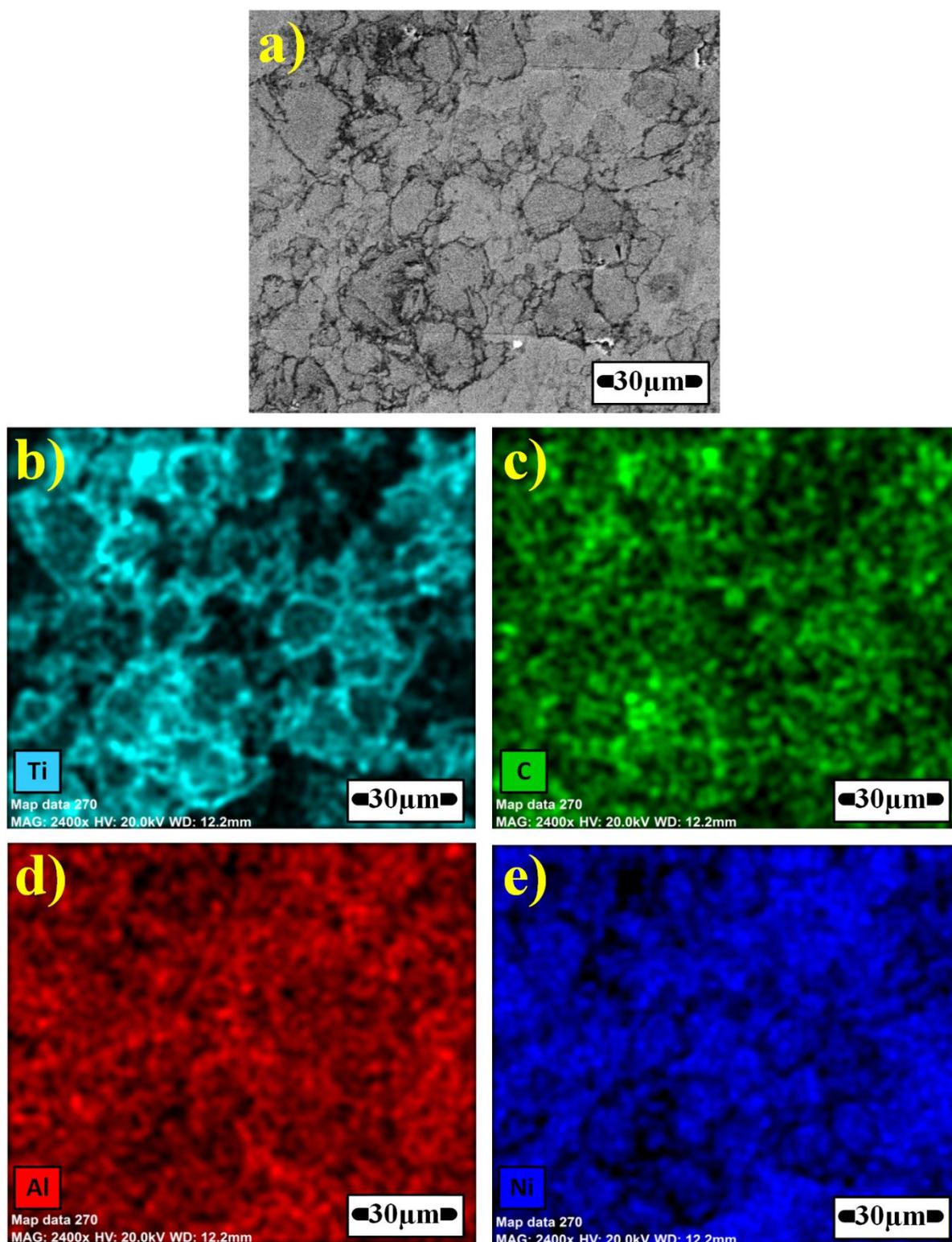


Figure IV.11 : (a) Micrographie MEB du composite TAC 30 (70% Ni + 30% Ti₂AlC). (b), (c), (d) et (e) représentent les Cartographies élémentaires de : Ti, C, Al et Ni, respectivement.

La figure (IV.10.d) montre que l'Aluminium est répartie dans toute la surface, ce qui est en concordance avec les résultats d'EDS par point, ou on a trouvé des trace d'Aluminium dans tous les régions ; et aussi avec les résultats de DRX, ou certaines quantités d'Aluminium a réagi avec le Ni pour former la solution solide Ni(Al) et l'intermétallique Ni₃Al. Pour le Nickel (Figure IV.11e), il est concentré au niveau de la matrice, et avec une faible teneur dans les particules. Ces résultats prouvent l'interaction qui s'est passé entre la phase MAX (Ti₂AlC) et le Nickel.

IV.3.4. La dureté Vickers :

Les valeurs des duretés des échantillons élaborés sont introduites dans le tableau IV.4).

Echantillon	HV ₁ (GPa)	HV ₂ (GPa)	HV ₃ (GPa)	HV _{moy} (GPa)
Ni 100	0.56	0.55	0.56	0.556
TAC 10	1.35	1.36	1.34	1.35
TAC 20	1.24	1.22	1.26	1.24
TAC 30	0.78	0.81	0.80	0.796

Tableau IV.4 : Valeurs de dureté Vickers de Nickel pur et des composites (Ni/Ti₂AlC).

La figure IV.12) représente la variation de la dureté en fonction de pourcentage de la phase MAX. Comme le cas du système (Ni/Ti₃SiC₂), la phase MAX (Ti₂AlC) a renforcé la matrice de Nickel.

La meilleure valeur de dureté est enregistrée pour l'échantillon du composite TAC 10. La diminution de la dureté pour les autres échantillons (TAC 20 et TAC 30) est probablement due à la présence de porosités résultantes après le rétrécissement volumique causé par la transformation de Ti₂AlC en TiC. Donc le rétrécissement volumique pour l'échantillon qui contient une quantité de 30% de phase MAX est supérieure à ce des autres échantillons, c'est pour ça qu'il a enregistré la faible valeur de dureté.

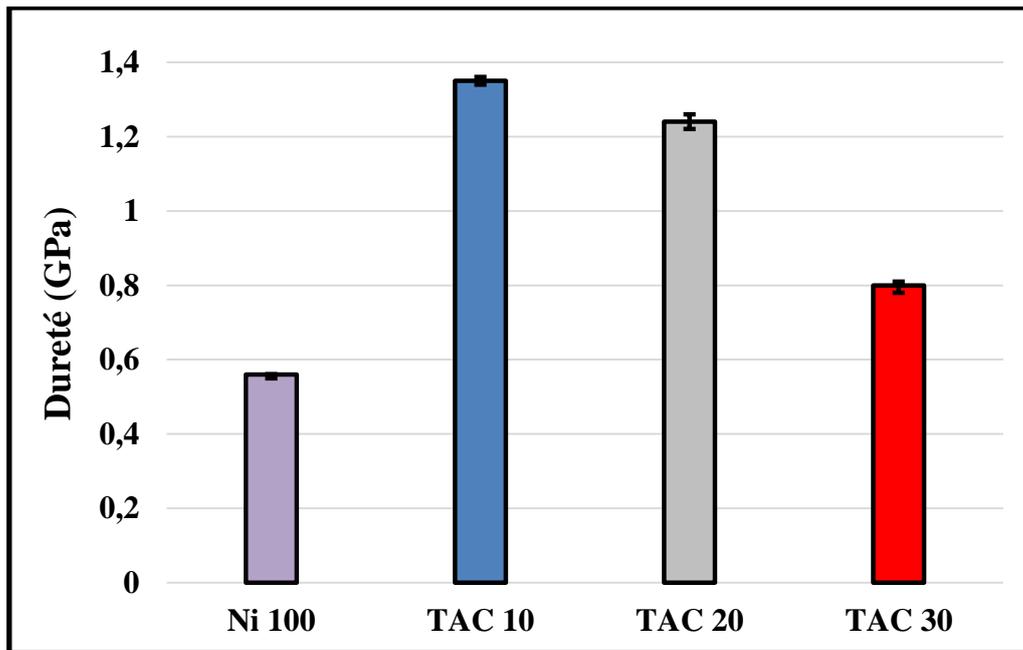


Figure IV.12 : Dureté Vickers de Nickel pur et des composites (Ni/Ti₂AlC).

CONCLUSION GENERALE

Ce travail a pour but d'élaborer et caractériser des composites à matrice métallique à base de Nickel avec la phase MAX comme renforcement, et étudier l'effet de la composition (Ni/MAX) sur les propriétés mécaniques.

La caractérisation microstructurale des deux composites (Ni/Ti₃SiC₂) et (Ni/Ti₂AlC) avec différents pourcentage, montre une formation des nouvelles phases pour chaque système après la décomposition de la phase MAX.

Concernant les microstructures, on a vu que les particules de la céramique sont répartis de façon homogène dans la matrice de Nickel, et ils ont tendance à la sphéroïdisation dans le système (Ni/Ti₂AlC).

Pour la caractérisation mécanique, on a vu que la céramique MAX à améliorer la dureté du Nickel ; l'échantillon TSC 20 (1.53 GPa) dans le système (Ni/Ti₃SiC₂) à montrer une valeur de dureté supérieure à celle du Nickel pur (0.56 GPa) d'un rapport de 3. Concernant le système (Ni/Ti₂AlC), l'échantillon TAC 10 a enregistré la plus grand valeur de dureté (1.35 GPa) qui est supérieure à celle du Nickel pur (0.56 GPa) d'un rapport de 2.45.

Dans ces résultats, on a montré que les phases MAX (Ti₂AlC et Ti₃SiC₂) peuvent être utilisé pour améliorer les propriétés mécaniques du Nickel.

Concernant les perspectives, une étude de tribologie sur les composites élaborés est envisagées afin de connaître le comportement tribologique de ces derniers et tirer les différentes mécanismes d'usures présentent durant l'essai.

Référence :

- [1] : T. Lapauw, K. Lambrinou, T. Cabioch, Joseph Halim, Jun Lu, A. Pesach, O. Rivin, O. Ozeri, E. N. Caspi, LarsHultman, Per Eklund, Johanna Rosén, Michel Barsoum and J. Vleugels, Synthesis of the new MAX phase Zr₂AlC, 2016, Journal of the European Ceramic Society, (36), 8, 1847-1853.
- [2] Haddad Noel « Etude des propriétés diélectriques des phases MAX par spectroscopie de pertes d'énergies des électrons » 2009
- [3] V.Dolique « Elaboration et caractérisation structurale de films minces et revêtements de Ti₂AlN »2007
- [4] :A.Souchet « Comportement tribologique d'une phase MAX : Transition et effets d'échelle sur différents Ti₃SiC₂ »,2004
- [5] M.Alkazaz, « synthèse de films minces de phases MAX par recuit thermique- Application à la formation de contacts ohmiques sur SiC »2014
- [6] MiladinRadovic and Michel W. Barsoum “MAX phases: Bridging the gap between metals and ceramics”
- [7] Charles MANIERE « Spark Plasma Sintering : couplage entre les approches Modélisation, Instrumentation et Matériaux »
- [8] John I. Everhart,P. E.: ENGINEERING PROPERTIES OF NICKEL AND NICKEL ALLOYS: PLENUM PRESS • NEW YORK - LONDON • 1971
- [9] Nnamdi Anyadike: Nickel. An industry on the brink of expansion, Woodhead Publishing limited, 2002
- [10] Joseph R. Davis: Nickel, cobalt and their alloys, ASM International / Handbook Committee, 2000,
- [11] M. Le Flem, A. Allemand, S. Urvoy, D. Cedat, C. Rey. Développement de Cermets Mo-TiC pour les Systèmes Nucléaires du Futur. Congrès Matériaux 2006, Dijon, France.

- [12] M. Le Flem, J-L Séran. Matériaux Céramiques et Composites. Gedepeon Groupement de recherche CEA-CNRS-EDF-FRAMATOME ; 2006.
- [13] S. Bolognini : thèse N° 2161 ; propriétés mécaniques à haute température de Cermets Ti(C, N)-WC-Mo-Co à gradient de composition pour outils de coupe. Lausanne EPFL 2000. Thèse de l'Ecole polytechnique fédérale de Lausanne, Lausanne, EPFL 2000.
- [14] J. Masounave, N. Villar : Elaboration des composites à particules. Techniques de l'Ingénieur, M 2 448 ; 2001.
- [15] J. W. Kaczmar, K. Pietrzak, W. Wlosinski : The production and application of metal matrix composite materials. Journal of Materials Processing technology 106, pp. 58-67 ; 2000.
- [16] S. Tariolle, F.Thévenot, M.P. Dariel, N.Frumin, N.Frage : Cermets carbure de dore infiltrés par un alliage de cuivre. Matériaux 2002.
- [17] S.Azem, M. Nechiche, M. Hakkoum : Elaboration et caractérisation d'un composite céramique-métal (WC-bronze) par la méthode d'infiltration. Laboratoire d'Elaboration, Caractérisation et Modélisation des Matériaux (LEC2M). Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, Algérie
- [18] J. Masounave, N. Villar : Elaboration des composites à particules. Techniques de l'Ingénieur, M 2 448 ; 2001. [11] : C. Palmonari, G. Timellini. Classification and use of ceramics. La Ceramica, n°1 ; 1986.
- [19] M. F. Ashby. Materials Selection in Mechanical Design. Pergamon Press ; 1993.
- [20] S. Dermarkar : Matériaux composites à matrice métallique. Techniques de l'Ingénieur, M 250 pp. 1-16 ; 2001
- [21] A. Kremer : étude du choix structurel d'outils coupants en diamant revêtu ou polycristallin massif pour l'usinage compétitif et environnemental des composites à matrice métalliques et renfort céramique particulaire (CMMp Al/SiC). Thèse de docteur de l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers ParisTech. Mai 2009.

- [22] Mahani Yusoff, Radzali Othman, Zuhailawati Hussain : Mechanical alloying and sintering of nanostructured tungsten carbide-reinforced copper composite and its characterization. *Materials and Design* 32, 3293-3685 ; 2011.
- [23] S. H. Hong, B. K. Kim : Fabrication of W–20 wt % Cu composite nanopowder and sintered alloy with high thermal conductivity. *Materials Letters* 57, pp. 2761- 2767 : 2003.
- [24] P. W. Ho, Q. F. Li, J. Y. H. Fuh : Evaluation of W–Cu metal matrix composites produced by powder injection molding and liquid infiltration. *Materials Science and Engineering A* 485, pp. 657-663; 2008.
- [25] J.Low, “thermal decomposition of MAX Phases”, *azo. Mater.*, 1-10 (2013).
- [26] M.W Barsoum and T. El-Raghy, *J.Am. Ceram.Soc.*79, 1953 (1996).
- [27] N.Chiker, “assemblage par procede TIG de Ti₂AlC avec différents métaux d’apport”, Thèse de doctorat, (2018).
- [28] S.K. Pradhan and M. De, “ An X-ray determination of the thermal expansion of α -phase Cu-Al alloys at high temperatures”, *J. Appl. Cryst.*, 21, 980(1988).