

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
Université Saad Dahleb de Blida



Faculté de Technologie  
Département de Génie Mécanique

## *Mémoire de Fin d'étude*

Présenté pour l'obtention du diplôme de Master en Génie  
Mécanique

Option : Ingénierie Des Matériaux et des Surfaces

### *Thème*

*Modification Microstructurale Par L'intégration Du  
 $Ti_3SiC_2$  Sur Des Tôles AA2024 T3 Par Friction  
Malaxage.*

Réalisé par :

- *RAHIL Walid*
- *HOUCHATI Rachid*

Promoteur : *Pr. M. Hadji*

Co-promoteur : *Dr. R. Badji*

Proposé par : *Mr. A. Benamor*

Année Universitaire : 2017/2018

# *Remerciements*

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

*Au terme de notre travail, nous tenons à remercier très sincèrement nos encadrants **Pr. M. Hadji** et **Dr. R. Badji** pour tous les conseils, supports et l'aide qui nous ont apporté, afin de mener à bien ce travail dans les délais répartis.*

*Nous tenons à exprimer notre gratitude au doctorant **A. Benamor**, qui a mis à notre disposition tous les documents nécessaires pour clôturer notre mémoire de fin d'étude et qui nous a orientés dans la bonne voie lors de la réalisation de ce travail.*

*Nous remercions aussi tous les enseignants du département (Génie Mécanique) et particulièrement le **Dr. A. Haddad** pour tous ses aides et soutien qui ont servi à la réalisation de ce modeste travail.*

*Nous tenons également à remercier l'ensemble du personnel du Centre de Recherche en Technologie Industriel ou on a eu le plaisir de travailler et réaliser notre essais de caractérisation plus particulièrement **Pr. N. Talla Ighil** et **Mr. M. Hakem** et tous les ingénieurs qui nous ont épaulé pour la partie de la caractérisation : *Mme. Zakia pour la microscopie optique, Mohenned et Said pour la microdureté et les testes de tribologie, Amine pour le MEB et Walid pour la DRX.**

*Enfin, nos remerciements à tous nos amis, nos collègues qui nous ont soutenu et encouragé pour la réalisation de cet humble mémoire.*

# *Dédicace*

*Je tiens à dédier cet humble travail à :*

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

*Recommandations. Que dieu les protège.*

*Toute ma famille.*

*A mon binôme HOUCHATI Rachid avec lequel j'ai partagé les haines et joies tout au long*

*De mon cursus.*

*Mes collègues et mes meilleurs amis.*

*Et à tous ceux qui sont proches de mon cœur*

*Rahil Walid*

# *Dédicace*

*Je tiens à dédier cet humble travail à :*

*A mes chers parents. Que dieu les protège*

*A mes sœurs et mon frère*

*A toute ma famille*

*A mes amis «en particulier mon binôme Walid»*

*Pour tous les bons moments passés ensemble durant mon cursus*

*Et à tous ceux qui m'ont soutenu (mohamed) .*

*Houchati Rachid.*

## ***RESUME***

Le traitement par friction malaxage des constructions et des structures métalliques à usage aéronautique, tend vers l'utilisation intense de procédés de soudage modernisés tels que la fabrication de composites à matrices métalliques. Pour améliorer certaines propriétés mécaniques et améliorer le comportement en usure de ces matériaux, la phase MAX Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> a été intégrée avec succès dans une matrice métallique AA2024-T3.

Dans le présent travail, l'intérêt est porté sur l'étude de la faisabilité de ce procédé. Des tôles épaisses en AA2024-T3 ont été traitées en utilisant une vitesse de rotation de 1400 Rpm et une vitesse d'avance de 35 mm/min. Les composites réalisés ont été examinés et contrôlés par des tests de DRX, CND, Dureté, micro-dureté, Tribologie, caractérisations MEB des surfaces usées.

## ***ABSTRACT***

The friction stir processing FSP is a newly used technic which is used as surface modification process on ductile materials and alloys suitable for aeronautical constructions and applications. The Metal Matrix Composites MMC's are very promising materials in industry. The Metal Max Reinforced MAX, MRM, are new composites that are in extensive study this recent years. Herein we present so far the first attempt to manufacture AA2024-T3 reinforced MAX Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> prepared by FSP process.

The treatment was conducted under a rotational velocity of 1400 Rpm and a traveling speed of 35 mm/min, the composites were examined by XRD, NDT, Hardness tests, micro-hardness, tribological tests, and SEM's characterization.

**Mots Clés :** Friction Stir processing, Composites AA2024T3/Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>, Phases MAX, Microdureté, Tribologie.

# Sommaire

Introduction Generale .....	2
-----------------------------	---

## Etude bibliographique

### Chapitre I

Introduction.....	5
I. 2. Propriétés physico-chimiques de l'aluminium .....	6
I. 3. Classification et désignation de l'aluminium .....	7
I. 3. 1. désignation des alliages d'aluminium corroyés .....	7
I. 3. 2. Désignation des traitements thermiques des alliages d'aluminium .....	7
I. 3. 3. Désignation des alliages de fonderie .....	8
I. 4. Etats métallurgiques .....	9
I. 4. 1. Etats fondamentaux .....	9
I. 4. 2. subdivisions de l'état T .....	10
I. 5. Alliages de la série 2xxx .....	11
I. 5. 1. caractérisation de l'alliage 2024 T3 .....	11
I. 5.2. Principe de durcissement structural dans l'alliage de la série 2xxx .....	13
I. 5.3. Microstructure .....	15
I. 5.3.1 Les précipités durcissants .....	15
I. 5.3.2 Les dispersoïdes (précipités incohérents) .....	16
I. 5. 3. 3 les particules intermétalliques grossières .....	16
I 5. 4. Séquences des précipitations dans les alliages de la série 2xxx.....	17
I 5.5. Mécanismes de durcissement .....	19
I. 5. 5. 1 Contournement des précipités .....	19
I. 5. 5. 2 Cisaillement des précipités .....	20
I. 5. 5. 3. Ecrouissage .....	21
I. 6. Les Phases MAX .....	22
I. 6. 1. Composition Chimique.....	23
I. 6. 2. structure cristallographique .....	24
I. 6. 3. Structure électrique .....	26

### Chapitre II

II. A. Le Traitement Par Friction Malaxage FSP (Friction StirProcessing) .....	29
II. 1Introduction .....	29
II. 2. Principe de procédé FSP .....	31
II. 3. Paramètres du procédé FSP .....	32
II. 3. 1. Géométrie de l'outil .....	33
II. 3. 2. L'angle entre l'outil et la pièce .....	33
II. 3. 3. Vitesse de rotation .....	34
II. 3. 4. Vitesse d'avance .....	36

II. 4. Caractéristiques de la microstructure .....	37
II. 4. 1. Les différentes zones d'une pièce traitée par le procédé FSP .....	37
II. 4. 1. 1. Le noyau de la soudure .....	38
II. 4. 1. 2. La zone affectée thermo-mécaniquement .....	39
II. 1.3.1.3 La zone affectée thermiquement .....	39
II. B. Composites métal-céramique.....	40
II. B. 1. Les différents types de composites .....	40
II. B. 2. Les Composites à matrice métallique .....	42
II. B. 2. 1. Les composites à matrice métallique à renfort particulaire CMMp .....	43
II. B. 2. 2. Eléments constituant d'un matériau composite .....	43
II. B. 2. 2. 1. La matrice .....	43
II. B. 2. 2. 2. Renfort .....	44
II. B. 2. 2. 2. 1. Renfort discontinu .....	44
II. B. 2. 2. 2. 2. Renfort à particules .....	45
II. B. 2. 2. 2. 3. Renfort de trichites .....	45
II. B. 2. 2. 2. 4. Renforts de fibres courtes .....	45
II. B. 2. 2. 2. 5. Renforts continus .....	46
II. B. 3. Les différentes méthodes d'élaboration d'un matériau composite .....	47
II. B. 3. 1. Élaboration du matériau composite par métallurgie des poudres .....	48
II. B. 3. 1. 1. Le mélange .....	49
II. B. 3. 1. 2. La granulation .....	49
II. B. 3. 1. 3. La compaction .....	49
II. B. 3. 1. 4 Le frittage .....	50
II. B. 4. Composites de phase MAX .....	52
II. B. 4. 1. Ti-Al-C renforcé .....	52
II. B. 4. 2. Ti-Si-C Renforcé.....	52
II. B. 4. 3. MAX-Métaux .....	52
II. B. 5. Elaboration de surface composite par le procédé FSP .....	53

## **Procédures expérimentales**

### Chapitre III

III.1 Matériels utilisés dans ce travail .....	58
III. 1. 1. Métal de base (matériaux à traiter) .....	58
III. 1. 2. Métal d'ajout (Phase MAX $Ti_3SiC_2$ ) .....	58
III. 1. 3. Machine utilisée dans le procédé .....	59
III. 1. 3. 1. Fraiseuse horizontale automatique.....	59
III. 1. 3. 2. La fraiseuse verticale automatique .....	59
III. 2. La manipulation expérimentale.....	60
III. 2. 1. Élaboration des outils .....	60
II. 2. 2. Le traitement thermique effectué pour l'outil .....	61
III. 2. 3. Découpage de la tôle .....	61
III. 2. 4. L'usinage des rainures sur la surface de la tôle.....	62

III. 2. 4. Préparation de la surface de la tôle pour le traitement .....	63
III. 2. 5. Remplissage de la poudre .....	63
III. 2. 6. Le procédé FSP .....	64
III. 2. 7. Les paramètres et les configurations appliqués dans le procédé FSP .....	64
III. 2. 8. Les étapes d'élaboration du procédé .....	65
III. 2. 9. Les surfaces traitées selon chaque configuration .....	67
III. 3. Préparation des échantillons .....	68
III. 3. 1. Le découpage des zones traitées .....	68
III. 3. 2. Le polissage mécanique des échantillons .....	68
III. 4. La caractérisation des échantillons .....	71
III. 4. 1. La caractérisation optique .....	71
III. 4. 2. La diffraction des rayons X .....	72
III. 4.3. Caractérisations tribologiques .....	75
III. 4. 4. Microscopie électronique à balayage (M.E.B) .....	77
III. 4. 5 caractérisations mécaniques .....	79
III. 4. 5. 1. Essais de dureté .....	79
III. 4. 5. 2. Essai Micro-dureté Vickers.....	80

## Chapitre IV

IV. 1. Identification des Phases .....	83
IV.1.1 Diffraction des Rayons X du la Phase MAX $Ti_3SiC_2$ .....	83
IV.1.2 Diffraction des Rayons X de l'alliage d'aluminium 2024 T3.....	84
IV.2 Microstructure .....	85
IV.2.1 Microstructure sans attaque chimique .....	85
IV.3 Evaluation des propriétés mécanique .....	87
IV.3.1 Evaluation de la Dureté .....	87
V.3.2 Evaluation de la Micro-dureté Vickers .....	88
IV.4 Evaluation Tribologique .....	90
IV.4.1 Evaluation du taux d'usure .....	90
IV.4.2 Evaluation du coefficient de friction .....	92
IV.4. 3 Mécanismes d'usure (imagerie MEB).....	96
CONCLUSION GENERALE.....	101
Références bibliographies	

## LISTE DE TABLEAU

**Tableau I. :** *Propriétés physico-chimiques de l'aluminium.*

**Tableau I.2 :** *désignation des alliages d'aluminium corroyés. [I-8]*

**Tableau I.3 :** *désignation des alliages de fonderie. [I-7]*

**Tableau I.4 :** *subdivision de T (traitement thermique). [I-7]*

**Tableau I.5 :** *composition chimique de l'alliage 2024 T3.*

**Tableau I.6 :** *caractérisation physique de l'alliage 2024T3.*

**Tableau I.7 :** *séquence de précipitation et effet des précipités dans l'alliage Al-4%Cu. [I-13] [I-14] [I15] [I-16]*

**Tableau I.8 :** *distribution des particules intermétalliques de l'alliage 2024 d'après leur nature chimique.*

**Tableau I.10 :** *les différents effets de durcissement.*

**Figure I.9 :** *extrait du tableau périodique indiquant les éléments M, A et X pouvant réagir pour former une phase MAX [I-27]*

**Tableau II.1 :** *Caractéristiques des renforts discontinus utilisés dans les CMM [II-24].*

**Tableau II. 2 :** *caractéristiques des renforts continus utilisés les CMM.*

**Tableau III. 2 :** *paramètres de procédé FSP.*

**Tableau III. 3 :** *conditions et paramètres de travail.*

**Tableau IV. 1 :** *Les valeurs de la dureté.*

**Tableau IV.3 :** *Valeurs moyennes du coefficient d'usure pour une charge appliquée de 4N.*

**Tableau IV.3 :** *Valeurs moyennes du coefficient d'usure pour une charge appliquée de 7N.*

**Figure IV. 18:** *Spectre EDS. a) spot EDS 1.  
b) Spot EDS 2.*

# Liste des Figures

- Figure I.1 :** *diagramme binaire Al-Cu.*
- Figure I.2 :** *limites de solubilités des zones GP des phases  $\theta'$ ,  $\theta''$  et  $\theta$  dans l'alliage 2024T3.*
- Figure I.3 :** *Dispersoïdes (précipités incohérents) dans l'alliage 2024.*
- Figure I.4 :** *Séquences des précipitations du système Al-Cu. [I-10]*
- Figure I.5 :** *Interaction d'une dislocation avec des particules dures (contournement).*
- Figure I.6 :** *Interaction d'une dislocation avec des précipités cohérents et cisailables.*
- Figure I.7 :** *Dureté en fonction de temps de revenu à 130 et 190°C pour les alliages binaires Al-Cu.*
- Figure I.8 :** *durcissement de l'Al-4%Cu par l'effet combiné de l'écrouissage et de la précipitation.*
- Figure I.9 :** *extrait du tableau périodique indiquant les éléments M, A et X pouvant réagir pour former une phase MAX [I-27]*
- Figure I.10 :** *représentation des mailles des phases MAX (211), (312) et (413).*
- Figure I.12 :** *A gauche : a- plans (11-21) de  $Ti_3SiC_2$ .*
- Figure I. 15 :** *les valeurs théoriques et expérimentales de module de Young de phases MAX. [I-32] [I-33]*
- Figure II-1 :** *Courbe caractéristique de matériaux superplastiques montrant l'effet de l'utilisation de la structure à grain fin. [II-1]*
- Figure II. 2 :** *schéma de procédé FSP. [II-1]*
- Figure II. 3 :** *Schéma simplifié de l'outil (tige et épaulement) dans le soudage par friction-malaxage. [II-3]*
- Figure II. 4 :** *l'angle d'inclinaison de l'outil. [II-4]*
- Figure II. 5 :** *Effet de la vitesse de rotation sur la microstructure. [II-5]*
- Figure II. 6 :** *Effet de la vitesse de rotation sur la macrostructure des alliages d'aluminium (Vitesse de Soudage =75mm/min, force axiale=8kN). [II-7]*
- Figure II. 6 :** *Présence des macro-pores dans les cordons FSW d'un alliage de magnésium AZ31 obtenus par une vitesse de soudage de 250mm /min (e), 300 (f), 400 (g), et 600 mm/min(h), avec la même vitesse de rotation et le même effort de forgeage. [II-8]*
- Figure II. 5 :** *Microstructure des différentes zones dans un joint pendant le FSP. [II-3]*
- Figure II. 6 :** *Effet du diamètre pion sur la dimension du noyau d'une soudure en AA2195-T8. [II-10]*
- Figure II. 7 :** *Micrographie représentant la zone affectée thermo-mécaniquement entre le noyau et le matériau de base d'un processus par friction-malaxage sur un AA7075 [II-12]*
- Figure II.8 :** *(a) Vue schématique des différents CMM (b) Morphologie des particules.*
- Figure II. 9 :** *Morphologie des renforts discontinus.*
- Figure II. 10 :** *Morphologie des renforts continus.*

**Figure II. 12 :** *Courbe de retrait d'un échantillon en fonction de la température.*

**Figure II. 13 :** *évolution de la densité relative au cours des étapes de densification [II.37]*

**Figure II.14 :** *Micrographie optique montrant la surface composite AA5083-SiC produit à une vitesse de rotation de l'outil de 300 tr / min et une vitesse de déplacement de:*

*(a) 25,4 mm / min et (b) 101,6 mm / min [II-48].*

**Figure II. 15 :** *a) et (b) microphotographie au MEB de AA1050 / TiC SMMC.*

**Figure II. 16 :** *Micrographies optiques de coupe transversale des échantillons de la zone FSP (a) matériau de base, (b) passage sans particules, zone d'agitation, (c) particule B4C de taille micro un passage, (d) particule B4C de taille micro trois passes, (e) particule B4C de taille nanométrique un passage, (f) particules B4C de taille nanométrique de trois passes.[II-53]*

**Figure III. 1 :** *tôle d'alliage d'aluminium 2024 T3.*

**Tableau III. 1 :** *composition chimique d'alliage d'aluminium 2024 T3.*

**Figure III. 2 :** *la poudre de la phase MAX  $Ti_3SiC_2$ .*

**Figure III.3 :** *Fraiseuse automatique vertical. b) Fraiseuse automatique horizontal.*

**Figure III. 4 :** *l'outil FSP.*

**Figure III. 5 :** *scie à métaux automatique.*

**Figure III. 6 :** *l'outil après l'usinage.*

**Figure III. 7 :** *le découpage de la tôle.*

**Figure III. 8 :** *a) Fraiseuse horizontal automatique d'usinage (l'usinage de la tôle). b) la tôle après l'usinage des rainures.*

**Figure III. 9 :** *a) remplissage de la poudre dans les rainures. b) outil sans pion.*

**Figure III. 10 :** *le montage expérimental.*

**Figure III. 11 :** *les étapes d'élaboration. a) pénétration de l'outil. b) déplacement de l'outil selon la transversal de la tôle. c) dégagement de l'outil.*

**Figure III. 12 :** *a) les coupes des zones traitées. b) les coupes des échantillons.*

**Figure III. 13 :** *polisseuse double plateau.*

**Figure III. 14 :** *polisseuse double plateau.*

**Figure III. 15 :** *polisseuse automatique.*

**Figure III. 16 :** *échantillons après polissage.*

**Figure III. 17 :** *schéma du principe d'un microscope optique Nikon Eclipse.*

**Figure III. 18 :** *l'équipement utilisé pour examiner la micrographie des échantillons.*

**Figure III. 20 :** *diffractomètres de type Bruker D8 Advance.*

**Figure III. 21 :** *Tribomètre rotatif.*

**Figure III. 22 :** *Système Triboteste.*

**Figure III. 23 :** *schéma du principe MEB.*

**Figure III. 24:** *Microscope électronique à balayage.*

**Figure III. 24 :** *duromètre.*

**Figure III. 25 :** *microdurometre automatique.*

**Figure IV.4 :** *micrographie optique. -a) AA2024 T3 métal de base (Témoins)-b) AA2024 T3/Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> (échantillon traité) -c)AA2024 T3 /FSP sans poudre.*

**Figure IV. 5 :** *micrographies optique différence dans la distribution de la poudre a)configuration avec un seule passage b) configuration avec 3 passages.*

**Figure IV 6 :** *Micrographie au MEB d'une empreinte après l'essai d'indentation.*

**Figure IV. 7 :** *histogramme de la dureté en fonction des échantillons.*

**Figure IV. 8 :** *Les courbes d'évaluation de la micro-dureté.*

**Figure IV. 9 :** *courbe d'évaluation de la micro-dureté selon le profile vertical.*

**Figure IV. 10 :** *Schéma de principe des analyses tribologiques.*

**Figure IV. 11 :** *Courbes de friction en fonction de la distance parcourue.*

**Figure IV. 13:** *courbe de friction en fonction de la distance parcourue pour les configurations 3 Passes (F= 4N).*

**Figure IV. 14 :** *Courbes de friction en fonction de la distance parcourue (F = 7N).*

**Figure IV. 16 :** *courbe de friction en fonction de la distance parcourue pour les configurations 1 passe (F=7N).*

**Figure IV.17 :** *Images MEB des pistes d'usure du composite (AA2024 T3/Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> trois passes à rainure ferme).*

**Figure IV.17 :** *Images MEB des pistes d'usure des composite :*

**Figure IV. 18:** *Spectre EDS. a) spot EDS 1.*

**Figure IV. 19:** *Spectre EDS. a) spot EDS 1.*

*INTRODUCTION*  
*GENERALE*

## *INTRODUCTION GENERALE*

Ce travail s'inscrit dans le cadre d'une caractérisation mécanique et métallurgique d'un procédé de traitement surfacique par déformation plastique communément appelé FSP (Friction Stir Processing) d'un alliage d'aluminium 2024-T3, Ces alliages, qui contiennent Cu, Mg comme principaux éléments d'addition, possèdent de bonnes caractéristiques mécaniques et bénéficient d'un bon durcissement structural, via une décomposition complexe faisant intervenir aussi bien des phases stables que métastables. Leurs utilisations dans le domaine de l'industrie aéronautique sont de plus en plus fréquentes, car actuellement, les constructeurs apprécient ces alliages pour leur légèreté, leurs qualités mécaniques et leur caractère écologique.

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

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

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

Ce mémoire présente la première tentative à ce jour, de fabriquer des composites métalliques renforcées par les phases MAX par le procédé FSP. Un alliage d'aluminium 2024-T3 a été choisi à cause de sa grande difficulté de se malaxer, ainsi que la dissolution des précipités et la chute des micro duretés observée lors d'un procédé similaire qui est le FSW « Friction Stir Welding ».

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

# Chapitre I

---

L'aluminium et ces alliages, Phase MAX.

### **I.1. Introduction :**

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

L'aluminium est un élément du troisième groupe de classification de Mendéliev, dont le nombre atomique est 13, la masse atomique est de 26.98 et de température de fusion à 660°C. Il se cristallise dans le système cubique à face centrées, avec un paramètre de maille de 0.404 nm. Sa masse volumique est 2.7 g/cm<sup>3</sup>, son coefficient de dilatation thermique linéaire est de l'ordre de 23.10<sup>-6</sup>, son module de Young de 6600 bar. L'aluminium pur possède des propriétés mécaniques très réduites et insuffisantes pour son utilisation dans un bon nombre d'applications structurales, il est léger, ductile et résiste à la corrosion. Il présente aussi une très bonne conductivité thermique et électrique. [I-1]

A la température ambiante, l'aluminium forme très vite une couche d'oxyde Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (alumine), épaisse et adhérente, qui protège le métal. Par contre, ce film d'alumine n'a qu'une résistance chimique limitée. Elle résiste cependant bien dans les solutions d'acide chlorhydrique, sulfurique et nitrique. Par contre, les bases attaquent violemment le métal. Cette protection peut être améliorée par anodisation : il s'agit d'un traitement qui permet d'obtenir une couche épaisse d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mais poreuse, et qui est ensuite colmatée par un traitement à l'eau chaude. Cette anodisation a également un but décoratif, car une coloration est possible par des colorants spéciaux avant le colmatage. [I-2]

L'aluminium industriel contient généralement 0.5% d'impuretés (principalement Fe+Si), mais il peut être obtenu presque pur par raffinage électrolytique (Al>99.99%) [1]. Ces impuretés ont différents effets sur les propriétés électriques mécaniques. Les propriétés d'aluminium peuvent être améliorées en ajoutant des éléments d'addition (Mg, Si, Mn, Cu...). Il existe deux grandes familles d'alliages d'aluminium, soit les alliages susceptibles

ou non susceptibles au durcissement structural. Dans le cas des alliages d'aluminium propices au durcissement structural tels les 2xxx, 6xxx et 7xxx, les propriétés mécaniques augmentent par la précipitation de seconde-phases distribuées dans la matrice. Lorsqu'il y a présence de précipités, le glissement devient plus difficile pour une contrainte donnée ce qui permet l'augmentation de la résistance mécanique du matériau [I-3] [I-4] [I-5]

## I.2. Propriétés physico-chimiques de l'aluminium :

Les principales propriétés physico-chimiques de l'aluminium non allié sont résumées dans le tableau (I.1) [I-6].

**Tableau I.1 : propriétés physico-chimiques de l'aluminium.**

Propriétés	Unité	Valeur	Remarque
Numéro atomique		13	
Masse volumique	Kg.m <sup>-3</sup>	2698	
Point de fusion	°C	660.45	sous 1013 10 <sup>-3</sup>
Point d'ébullition	°C	2056	sous 1013 10 <sup>-3</sup>
Pression de vapeur	Pa	3.7 10 <sup>-3</sup>	à 927°C
Energie interne massique $\mu$	J.kg <sup>-1</sup>	3.98 10 <sup>3</sup>	
Capacité thermique massique $C_p$	J.kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup>	897	à 25°C
Conductivité thermique $\lambda$	W. m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup>	237	à 27°C
Coefficient de dilatation linéique	10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>	23.1	à 25°C
Résistivité électrique $\rho$	10 $\Omega$ . m	26.548	à 25°C
Susceptibilité magnétique $K$		0.6 10 <sup>-3</sup>	à 25°C
Module d'élasticité longitudinal $E$	MPa	69000	
Coefficient de poisson $\nu$		0.33	

### **I.3. Classification et désignation de l'aluminium :**

Les alliages sont subdivisés en groupes sur base de leur propriétés telles que traitement thermique et mécanique et éléments d'alliages principaux.

Les alliages (corroyés) sont désignés par un nombre de quatre chiffres et les alliages de fonderie par nombre de trois chiffres suivi d'un point et d'un chiffre indiquant s'il s'agit d'une pièce moulée ou d'un lingot. [I-5]

#### **I.3. 1. Désignation des alliages d'aluminium corroyés :**

- Le premier chiffre indique l'élément d'alliage le plus important (**Xxxx**), il est également utilisé pour désigner les différentes séries d'alliage d'aluminium telles que série 1000, 2000 jusque 8000 (Tableau I.2).

- Le deuxième chiffre (**xXxx**) s'il n'est pas nul, indique s'il y a eu modification de l'alliage spécifique.

- Les troisième et quatrième chiffres (**xxXX**) identifient un alliage spécifique dans la série.

- La seule exception dans ce système est la série 1xxx (Aluminium pur) ou la teneur en aluminium minimale au dessous de 99%.

#### **I.3. 2. Désignation des traitements thermiques des alliages d'aluminium :**

Il existe des différences importantes dans les propriétés des différentes séries d'alliages d'aluminium ce qui a également une influence sur leur application. Il existe deux catégories totalement différentes parmi les séries surnommées (tableau I.2) :

- Les alliages susceptibles de durcissement par traitement thermique (durcissement structural).
  - Les alliages non susceptibles de durcissement (durcissement par écrouissage).
- [I-5]

##### **i. Alliages à durcissement par écrouissage :**

L'écrouissage se traduit par une augmentation de la résistance de la dureté et par perte de ductilité.

**ii. Alliages à durcissement structural :**

Les caractéristiques mécaniques maximales de ces alliages sont obtenues par traitement en trois étapes : chauffage, refroidissement et maintien.

Famille	Durcissement par écrouissage				Durcissement structural			
	1000	3000	5000	8000	2000	4000	6000	7000
Eléments d'alliage	Aucun	Mn	Mg	autres (Si+Fe)	Cu	Si	Mg+Si	Zn+Mg
Etendue de la teneur (%mass.)	∅	0,5-1,5	0,5-5	Si : 0,3-1 Fe : 0,6-2	2-6	0,8-1,7	Mg : 0,5-1,5 Si : 0,5-1,5	Zn : 5-7 Mg : 1-2
Eléments d'addition	Cu	Mg, Cu	Mn, Cu	divers	Si, Mg		Cu, Cr	Cu
Résistance mécanique $R_m$ (MPa)	50-160	100-240	100-340	130-190	300-480	150-400	200-320	310-600

**Tableau I.2 :** désignation des alliages d'aluminium corroyés. [I-8]

**I.3. 3. Désignation des alliages de fonderie :**

Ce système contient trois chiffres :

- Le premier chiffre (Xxx.x) désigne l'élément d'alliage principal (Tableau I.3).
- Les deuxièmes et troisièmes chiffres identifient l'alliage spécifique.
- Le chiffre après le point indique s'il s'agit d'une pièce moulée (xxx.0) ou d'un lingot (xxx.1) ou (xxx.2).

SÉRIES D'ALLIAGES	ÉLÉMENTS D'ALLIAGES PRINCIPAUX
1XX.X	99% d'aluminium minimum
2XX.X	cuivre
3XX.X	silicium + cuivre et/ou magnésium
4XX.X	silicium
5XX.X	magnésium
6XX.X	n'existe pas
7XX.X	zinc
8XX.X	étain
9XX.X	autres éléments

**Tableau I.3 :** désignation des alliages de fonderie. [I-7]

#### I.4. Etats métallurgiques : [I-7]

##### I.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'appliquant 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 la plus ductile. Il est généralement obtenu par le traitement dit de recuit, ce traitement n'étant pas 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 suffisants 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 déformation plastique.

#### I.4. 2. Subdivisions de l'état T :

Les subdivisions de l'état T sont représentées dans le (tableau I.4). Le symbole T est toujours suivi d'un ou de plusieurs chiffres. [I-5]

<b>T1</b>	refroidi après transformation à chaud et mûri
<b>T2</b>	refroidi après transformation à chaud, écroui et mûri
<b>T3</b>	mis en solution, écroui et mûri
<b>T4</b>	mis en solution et mûri
<b>T5</b>	refroidi après transformation à chaud puis revenu
<b>T6</b>	mis en solution puis revenu
<b>T7</b>	mis en solution puis sur-revenu
<b>T8</b>	mis en solution, écroui puis revenu
<b>T9</b>	mis en solution, revenu puis écroui
<b>T10</b>	écroui après refroidissement et transformation à chaud et mûri
<b>Des chiffres complémentaires indiquent que des traitements ont été appliqués (diminution des tensions propres)</b>	
<b>TX51 ou TXX51</b>	- diminution des tensions par détensionnement par traction
<b>TX52 ou TXX52</b>	- diminution des tensions par détensionnement par compression

**Tableau I.4 :** subdivision de T (traitement thermique). [I-7]

### I.5. Alliages de la série 2xxx :

Les alliages de la série 2000 (aluminium – cuivre) sont des alliages à durcissement structural par opposition aux alliages à durcissement par écrouissage. Le cuivre donne de manière générale une bonne résistance mécanique. Ces propriétés mécaniques viennent d'une microstructure particulière obtenue par traitement thermomécanique. Ce sont ces traitements thermomécaniques qui définissent donc d'une certaine manière les propriétés mécaniques des alliages de la série 2000. L'alliage étudié est le 2024 T3. Il présente plusieurs qualités très recherchées par l'industrie surtout dans le domaine aéronautique. Sa légèreté et sa dureté correspondent au besoin d'allègement des structures aéronautiques. La composition chimique et les caractéristiques physiques de l'alliage étudié sont reportées dans les tableaux I.5 et I.6:

Cu	Mg	Mn	Si	Fe	Cr	Zn	Ti	Ti + Zr
3,8-4,9	1,2-1,8	0,3-0,9	≤ 0,50	≤ 0,50	≤ 0,10	≤ 0,25	< 0,15	≤ 0,20

**Tableau I.5 :** composition chimique de l'alliage 2024 T3.

Dilatation thermique [20-100 °C]	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	Module d'élasticité (MPa)
22,8.10 <sup>-6</sup>	2,77	73 000

**Tableau I.6 :** caractérisation physique de l'alliage 2024T3.

#### I.5. 1. Caractérisation de l'alliage 2024 T3 :

L'alliage est présenté sous forme de tôles laminées. Ces tôles ont subi un traitement thermique T3 de mise en solution suivi d'un vieillissement.

L'alliage est écroui ou vieilli pour atteindre une meilleure dureté. Cet état correspond à un état optimisé de dureté. Les températures de mise en solution sont déterminées par le diagramme binaire Al-Cu :

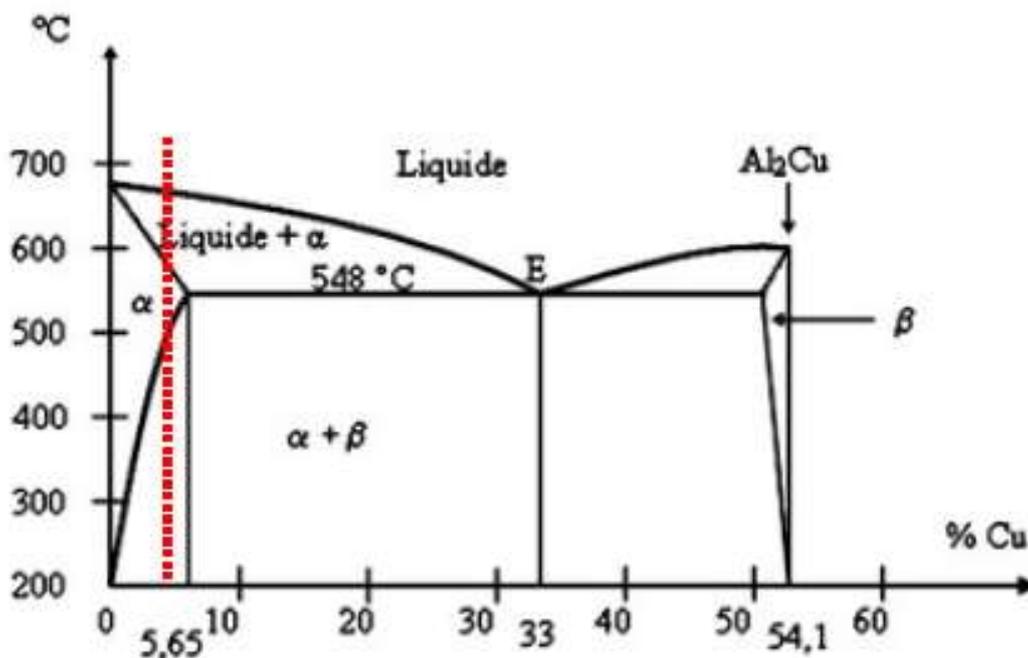


Figure I.1 : diagramme binaire Al-Cu.

L'élément essentiel d'alliage de notre matériau est le cuivre, ce dernier se combine avec l'aluminium pour former le composé Al<sub>2</sub>Cu, qui permet le durcissement de l'alliage. Le traitement thermique subi par les tôles permet une bonne distribution du précipité Al<sub>2</sub>Cu dans le matériau et assure sa dureté. Le précipité Al<sub>2</sub>CuMg favorise aussi le durcissement de l'alliage.

Entre 500°C et 580°C, le diagramme d'équilibre binaire Al-4%Cu montre l'existence d'une solution solide. L'alliage est considéré comme monophasé. En effet, le cuivre est en substitution dans la phase α. En dessous de 500°C, l'alliage devient biphasé et on observe l'existence du précipité β. La morphologie de la précipitation et ces proportions massives varient selon le mode de refroidissement.

Le diagramme présenté par Ringer et al [I-11] (figure I.5) présente les limites de solubilité des zones GP et des phases θ'', θ et θ-Al<sub>2</sub>Cu. ce diagramme montre que le durcissement finale du à ces précipités dépend fortement de la température de leurs mise en solution.

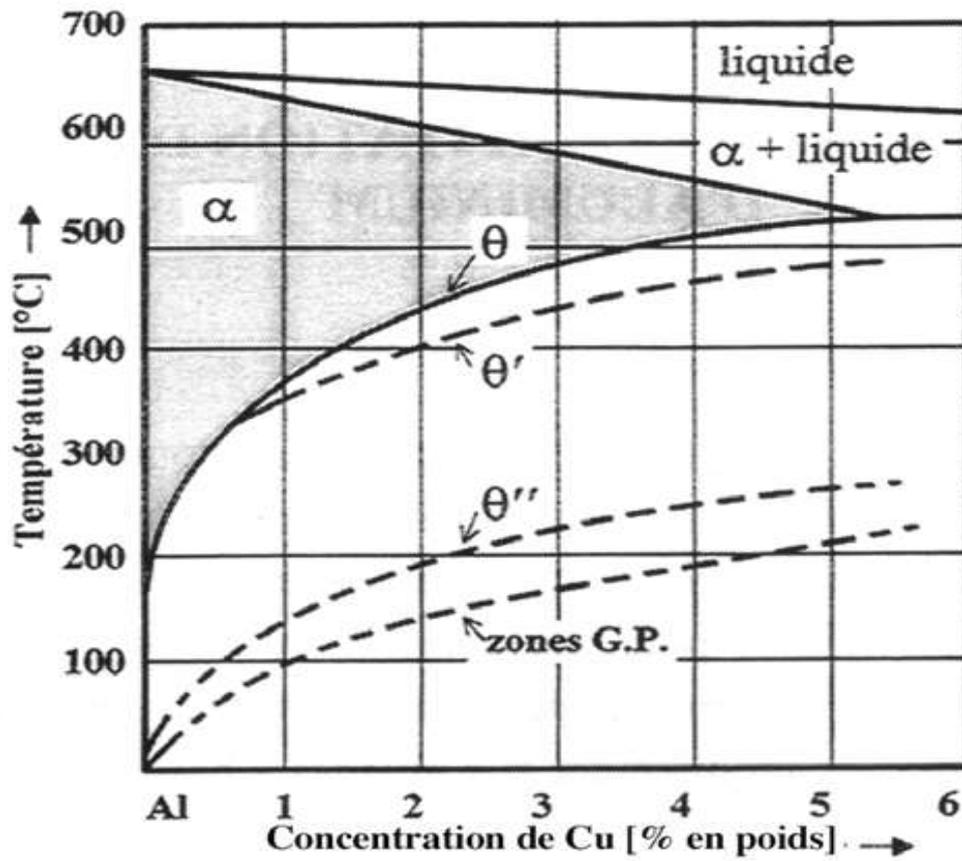


Figure I.2 : limites de solubilités des zones GP des phases  $\theta'$ ,  $\theta''$  et  $\theta$  dans l'alliage 2024T3.

### I.5. 2. Principe de durcissement structural dans l'alliage de la série 2xxx :

Le principe de durcissement structural est basé sur la précipitation. L'élément d'alliage cuivre est ajouté en teneur de l'ordre de 2 à 6% massique. Il permet, lors des processus thermomécanique, la précipitation de phase appelées phases, à l'origine des propriétés mécanique des alliages de cette série. Le phénomène de « durcissement structural », découvert en 1906 (l'alliage 2017 A). Il existe de nombreux protocoles de traitement thermique, désigné par la lettre T dans la nomenclature des alliages (T1 à T8). Les grandes étapes pouvant être suivies lors d'un traitement thermique sont les suivantes : [I-10]

i. **La mise en solution** : consiste à porter l'alliage à une température supérieure à la température de solvus de manière à ce que tous les atomes de soluté (éléments d'alliages et

d'addition) se retrouvent en solution partiel ou totale. La température de mise en solution est généralement comprise entre 400 et 550°C. [I-8]

**ii. La trempe :** est un refroidissement suffisamment rapide après mise en solution de manière à empêcher la décomposition de la solution solide en précipités d'équilibre grossiers. Une solution solide sursaturée est ainsi obtenue, dans laquelle les atomes de soluté sont positionnés aux nœuds du réseau de l'aluminium. [I-10]

**iii. La maturation (vieillessement naturel) :** c'est le maintien, après la trempe, à température ambiante ou inférieure. Cette étape permet une décomposition lente de la solution sursaturée et la formation de petits amas d'atomes de soluté, les zones de « Guinier-Preston » ou GP. L'étape de maturation peut s'accompagner d'un écrouissage (ou traction contrôlée) de 1 à 2% déformation du matériau de manière à relaxer les contraintes et à augmenter la densité de lacunes par déformation plastique et donc à augmenter la densité des sites de germination des précipités durcissent. [I-8]

**iv. Le revenu :** c'est un chauffage ultérieur à température inférieures aux températures de mise en solution, typiquement de l'ordre de 100 à 200°C. Cette étape permet d'accélérer les phénomènes de décomposition de la solution solide sursaturée et donc la précipitation, responsable du durcissement de l'alliage.

Les précipités deviennent plus grands, changent de structure cristalline tout en restant encore en cohérence cristallographique. Ces zones **GP II**, comme on les appelle maintenant, sont constituées de la phase métastable  $\theta''$  de l' $\text{Al}_2\text{Cu}$ . Entre 200 et 300°C, il se forme des plaquettes ( $\theta'$ ) qui ont déjà la structure cristalline de l' $\text{Al}_2\text{Cu}$  en équilibre mais qui gardent encore l'orientation par rapport au réseau de l'Al. Ce n'est dessus de 300°C que la germination et la croissance produisent des grains de tailles habituelles ( $\mu\text{m}$ ) et d'orientation aléatoire. Ces grains sont constitués de la phase  $\theta$  qui est la phase d'équilibre de l' $\text{Al}_2\text{Cu}$  (tetragonale). Le tableau I.7 résume cette séquence de précipitation. La solution solide (phase  $\alpha$  cc.), qui toujours présente, s'appauvrit graduellement en Cu lorsque la microstructure s'approche de l'équilibre  $\alpha + \theta$ . [I-13] [I-14] [I15] [I-16]

	Structure crist.	a [nm]	c [nm]	Remarque
$\theta$	tetragonale non-cohérent	0,607	0,487	survieillissement, diminue résistance à la corrosion
$\theta'$	tetragonale partiellement cohérent	0.404	0.580	survieillissement
$\theta'' = \text{G.P. II}$	tetragonale cohérent	0.404	0.760	durcissement
G.P. I	cc. cohérent	0.404	-----	durcissement

**Tableau I.7 :** séquence de précipitation et effet des précipités dans l'alliage Al-4%Cu. [I-13] [I-14] [I15] [I-16]

### I.5. 3. Microstructure :

Les traitements thermomécaniques aboutissent à une microstructure complexe composée de nombreux intermétalliques. Il est possible de les classer en trois catégories [I-10] :

#### I.5. 3. 1. Les précipités durcissants :

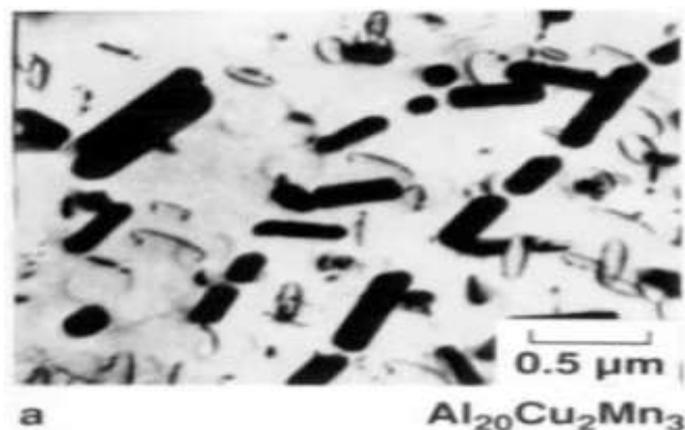
Ont une taille allant du nanomètre jusqu'à plusieurs centaines de nanomètres. Ils sont formés lors de la trempe ou de manière contrôlée lors de la maturation ou du revenu. Il s'agit des amas d'atomes décrits précédemment ou de phases métastables issues de leur précipitation. Les mécanismes de durcissement structural sont complexes mais il est possible de retenir que ces précipités jouent le rôle de frein dans le mouvement des dislocations, en partie responsables de la déformation plastique. Ces phases doivent donc être :

➤ **Cohérents :** ces précipités forment une interface cohérente avec la phase mère, c'est-à-dire que le plan d'atome constituant l'interface, indépendamment de la nature chimique de ces précipités, est commun avec les deux phases. Une condition nécessaire pour la cohérence est que deux cristaux possèdent soient identique ou presque identique.

➤ **Semi-cohérents** : ce type de précipité constitue une interface entre les précipités et la matrice. Il constitue une région de cohérence totale, séparée par des réseaux de dislocation.

### I.5. 3. 2 Les dispersoïdes (précipités incohérents) :

Sont de taille variant de vingt à quelques centaines de nanomètres, et se forment par précipitation à l'état solide. Ils ne sont pas cohérents avec la matrice et ne participent donc pas directement au durcissement structural. Cette distribution fine de précipitation permet de retarder ou empêcher la recristallisation statique. La figure I.3 montre les dispersoïdes existant dans les alliages 2024 [I-8].



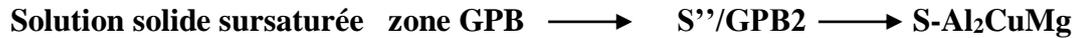
**Figure I.3** : Dispersoïdes (précipités incohérents) dans l'alliage 2024.

### I.5. 3. 3 les particules intermétalliques grossières :

Leur taille dépasse des dimensions de l'ordre du micromètre et peuvent atteindre des tailles de l'ordre de la vingtaine de micromètres. Elles ne participent pas au durcissement de l'alliage. Il s'agit soit de phases ordonnées (composés définis,  $\text{Al}_2\text{Cu}$ ,  $\text{Al}_2\text{CuMg}$ , ..... pour les alliages de la série 2000) soit de particules issues d'une décomposition eutectoïde ( $\text{Al}$  ( $\text{Cu}$ ,  $\text{Mn}$ ,  $\text{Fe}$ ) ou bien d'autres) et donc de composition en générale non homogène.

#### I.5. 4. Séquences des précipitations dans les alliages de la série 2xxx :

Dans la série 2000, le cuivre et le magnésium ont pour principal objectif d'augmenter les propriétés mécaniques de l'alliage par précipitation des phases durcissantes. Avec une séquence de précipitation en 4 étapes : [I.10] [I.11]



Avec :

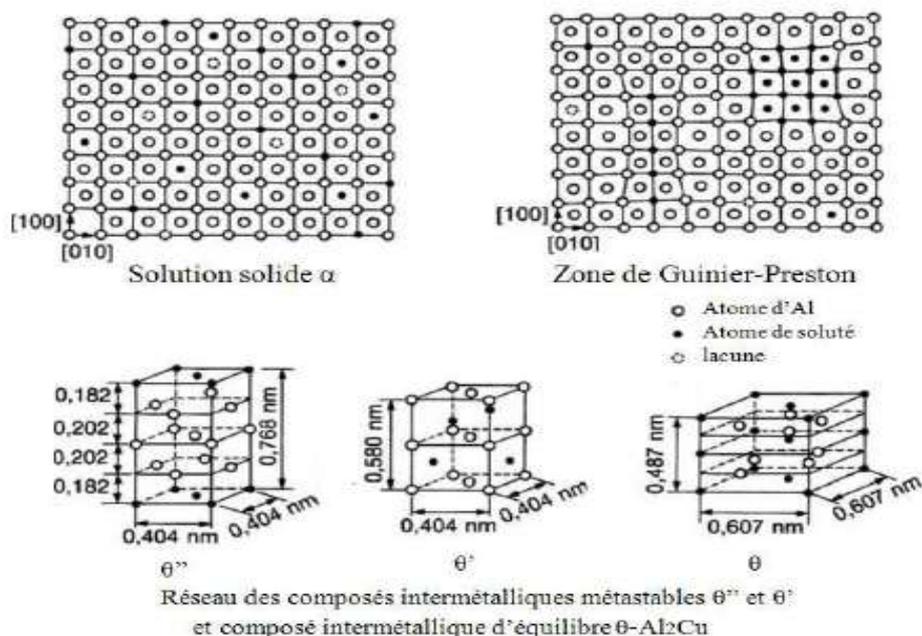
**GPB** : sont les zones de Guinier-Preston-Bagayatsky formées de précipités Al-Cu-Mg.

**S''** : est une phase transitoire appelée aussi GPB2, elle représente la précipitation de la phase intermédiaire S.

Depuis les années 1950, des travaux cherchant à décrire les phénomènes complexes de précipitation durcissant dans les alliages Al-Cu-Mg sont toujours en cours et montrent que la précipitation est très dépendante de la composition des alliages et des traitements thermomécaniques qu'ils subissent. Contrairement aux phases  $\theta''$  et  $\theta'$  des alliages Al-Cu qui sont des plaquettes, les phases S' et S-Al<sub>2</sub>CuMg sont des aiguilles parallèles à [001] Al. [I-11]

D'après Dubost et al. [I-10], les alliages Al-Cu-Mg ayant un rapport des teneurs en cuivre et magnésium (%Cu / %Mg) égal à 2,2 appartiennent au système quasi binaire Al-Al<sub>2</sub>Cu-Mg alors que ceux présentant un excès de cuivre par rapport à la valeur précédente, présentent une séquence de coprécipitation mixte : [I-10]





**Figure I.4 :** Séquences des précipitations du système Al-Cu. [I-10]

Les précipites durcissants, l'alliage contient un certain nombre de particules intermétalliques grossières. Parmi ces particules, un certain nombre sont des phases ordonnées (composés définis). Ces particules, d'une taille bien supérieure aux précipites durcissant, n'interviennent pas dans le processus de durcissement de l'alliage.

Buchheit et al. ont étudié les phénomènes associés à la dissolution locale des particules de phases S de l'aluminium 2024-T3 [I-12]. Les auteurs ont en particulier caractérisé les différents types de particules présents dans l'alliage selon leur taille et leur composition chimique. Une partie des résultats est présentée dans le (Tableau I.8).

Particules	Proportion en nombre	Fraction surfacique
Al <sub>2</sub> CuMg	61,1	2,69
Al <sub>6</sub> (Cu,Fe,Mn)	12,3	0,85
Al <sub>7</sub> Cu <sub>2</sub> Fe	5,2	0,17
(Al <sub>2</sub> Cu) <sub>6</sub> Mn	4,3	0,11
Indéterminé	16,9	0,37

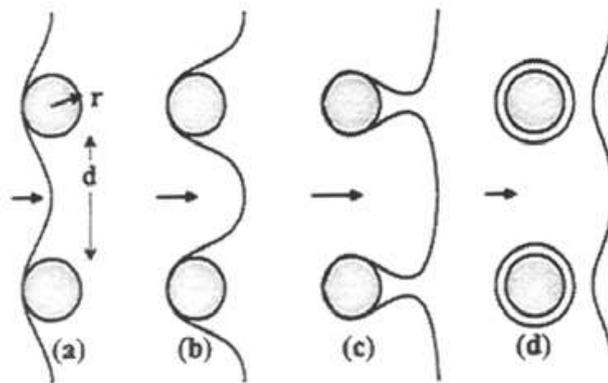
**Tableau I.8 :** distribution des particules intermétalliques de l'alliage 2024 d'après leur nature chimique.

### I.5. 5 Mécanismes de durcissement :

Le durcissement par la solution solide que provoque la solution figée, immédiatement après la trempe, augmente avec la concentration de l'élément en solution. Néanmoins, avec les 4% de Cu dans l'Al, cet effet reste faible, comme le montre le tableau I.9, et dans la suite ne sert pratiquement à rien car il disparaît avec la précipitation du Cu. Mais les petites particules qui se forment provoquent un autre mécanisme de durcissement. [I-13] [I-14] [I-15] [I-16]

#### I.5. 5. 1 Contournement des précipités :

Lorsque les particules sont plus dures que la matrice (solution solide résiduelle ou Al presque pur), les dislocations ne peuvent pas pénétrer les précipités. Elles sont obligées de les contourner (mécanisme d'Orowan figure I.5).



**Figure I.5 :** Interaction d'une dislocation avec des particules dures (contournement).

La contrainte de cisaillement critique dans le plan de glissement de la dislocation  $\tau_c$  se calcule, de la même manière, comme celle d'une source de Frank-Read.

$$\tau_c = \frac{Gb}{d}$$

**G** : le module de cisaillement.

**b** : vecteur de burgers.

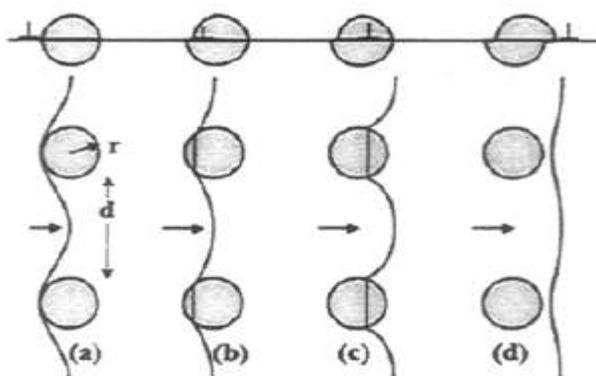
**d** : la distance moyenne entre les particules.

On en déduit que la limite d'écoulement plastique est d'autant plus élevée que la distance entre les particules est petite. C'est pour cette raison que l'on cherche à avoir une dispersion des précipités très fine. Mais comme nous ne disposons pour la formation des précipités que d'une quantité de Cu limitée, leur taille devient très vite très petite. En dessous

d'une taille critique, ils ne résistent plus à la contrainte de cisaillement  $\tau_p$  prise par rapport à l'ensemble, matrice et particules, dépend de la section des particules et de leurs propriétés mécaniques.

### I.5. 5. 2 Cisaillement des précipités : [I-13] [I-14] [I-15] [I-16]

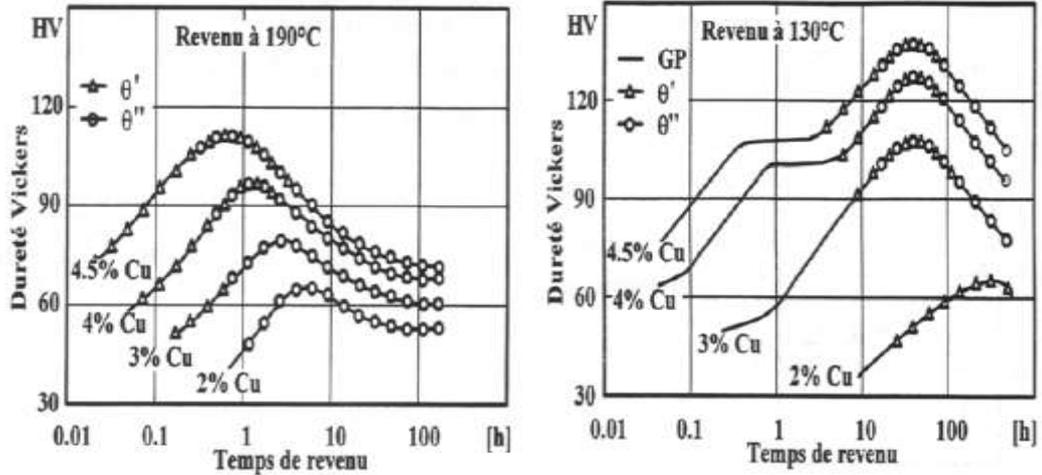
Les zones GP naissant au de but de la précipitation sont encore très petites et leur cohérence avec le réseau de la matrice permet un glissement sans déviation, sur un seul plan cristallographique. Elles cèdent au cisaillement (figure I.6).



**Figure I.6 :** Interaction d'une dislocation avec des précipités cohérents et cisillables.

Mais, leur résistance augmente avec leur taille et la progression de la transformation en particules tetragonales ( $\theta''$ ) et semi-cohérentes ( $\theta'$ ). Le durcissement s'accroît jusqu'à ce que le contournement devienne compétitif et  $\tau_c = \tau_p$ . C'est dans cet état que le durcissement est optimal. En effet, le revenu prolongé provoque une coalescence des zones GP et  $\theta'$ , et l'application d'autre phases avec des grains plus grossiers. Bien que cela fasse augmenter leur résistance, l'agrandissement de la séparation  $d$  facilite le contournement et adoucit le métal (survieillissement). Les courbes de temps de revenu qui montrent bien ce maximum (figure I.7).

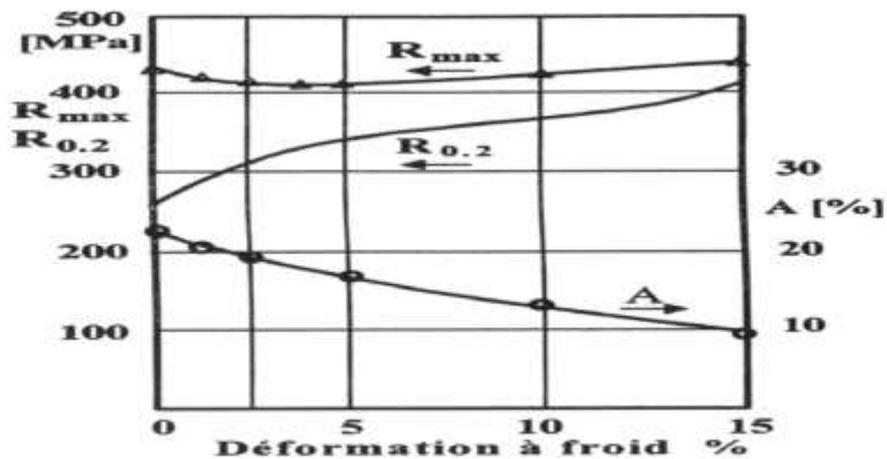
Mais, leur résistance augmente avec leur taille et la progression de la transformation en particules tetragonales ( $\theta''$ ) et semi-cohérentes ( $\theta'$ ). Le durcissement s'accroît jusqu'à ce que le contournement devienne compétitif et  $\tau_c = \tau_p$ . C'est dans cet état que le durcissement est optimal. En effet, le revenu prolongé provoque une coalescence des zones GP et  $\theta'$ , et l'application d'autre phases avec des grains plus grossiers. Bien que cela fasse augmenter leur résistance, l'agrandissement de la séparation  $d$  facilite le contournement et adoucit le métal (survieillissement). Les courbes de temps de revenu qui montrent bien ce maximum (figure I.7).



**Figure I.7 :** Dureté en fonction de temps de revenu à 130 et 190°C pour les alliages binaires Al-Cu.

### I.5. 5. 3. Ecroissage :

Pour augmenter la limite élastique et résistance à la rupture des alliages durcissables, on peut les travailler à froid. L'effet combiné de l'écrouissage et de la précipitation est représenté dans la figure I.8. Pour que ce traitement soit efficace, on doit l'effectuer après la trempe et avant le vieillissement ou le revenu. Autrement, la mise en solution à 500°C avant la trempe effacera autrement tout effet d'écrouissage. par rapport au durcissement par précipitation sans écrouissage le durcissement combiné rend le métal fragile. Dans la pratique, on doit se limiter à quelques pour-cent de travail à froid. Le tableau I.10 indique les contributions des différents de durcissement. . [I-13] [I-14] [I-15] [I-16]



**Figure I.8 :** durcissement de l'Al-4%Cu par l'effet combiné de l'écrouissage et de la précipitation.

**Tableau I.10** : les différents effets de durcissement.

	$R_{0,2}$ [MPa]	$R_{max}$ [MPa]	A [%]
<b>Al 99.5%</b>	40	80	40
<b>Al-Cu : recristallisé (<math>\alpha + \theta</math>)</b>	40	150	30
<b>Solution sursaturée (<math>\alpha</math>, trempée)</b>	130	280	25
<b>Durcissement par précipitation</b>	250	410	22
<b>Trempe + 15% travail à froid + précipitation</b>	400	430	9

### I.6. Les Phases MAX :

Dans les années 1960, le groupe de Hans Nowotny [I-17] à découvert plus de 30 nouvelles phases de carbures et nitrures, dénommées phases H (ou phases de Hägg). En dépit de cette réalisation impressionnante, ces phases sont restées complètement inexplorées juste dans les années 1990, période au cours de laquelle Barsoum et El-Raghy [I-18] à l'Université de Drexel (Philadelphie, USA) ont réussi à synthétiser sous forme massive un matériau monophasé de composition  $Ti_3SiC_2$ . Les travaux préliminaires qu'ils réalisèrent démontrèrent que ce matériau possède une combinaison unique de propriétés : il allie de très bonnes propriétés typiques d'un matériau métallique et celles des matériaux céramiques. Ainsi, comme les métaux, ils présentent des conductivités électriques et thermiques élevées et sont usinables à température ambiante avec des outils traditionnels. Ils sont par ailleurs extrêmement résistants à l'oxydation, possédant une densité faible et une forte rigidité tout comme les céramiques. Plus tard la même équipe a découvert la phase  $Ti_4SiC_3$ . [I-19][I-20]

Il a été clairement montré que cette phase partage la même structure de base que la phase  $Ti_3SiC_2$ , qu'elle possède des propriétés similaires. Plus généralement, il a été démontré que c'est un très grand nombre de phases possédant des compositions chimiques différentes qui possèdent le même type de propriétés.

Ces différentes découvertes ont conduit à l'introduction d'une nouvelle nomenclature pour ces matériaux désormais appelés les phases  $M_{n+1}AX_n$  ( $n=1,2$  ou  $3$ ) ou phase MAX ou M est un métal de transition, A est un élément du groupe A et X est C (et/ou) N [I-21] [I-22]. Depuis, de nombreuses autres phases MAX a été synthétisées et ont révélé des propriétés très inhabituelles entraînant de nombreuses études plus fondamentales [I-23].

Ces propriétés étonnantes proviennent de la structure en couches (matériaux nanolaminaires) des phases MAX et de combinaison des liaisons M-X (métalliques iono-covalent) qui sont généralement fortes comparativement aux liaisons M-A. ces propriétés remarquables en font des matériaux à fort potentiel applicatif même si à l'heure actuelle leurs applications restent encore limitées (éléments de chauffage, contacts électrique, etc. [I-24]).

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

### I.6. 1. Composition chimique :

Les phases MAX tirent leur nom de leur composition chimique. Elles ont pour formule générale  $M_{n+1}AX_n$  (ou n=1, 2 et 3) [I-21] ou :

**M** : est un métal de transition.

**A** : est un élément du groupe du tableau périodique.

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

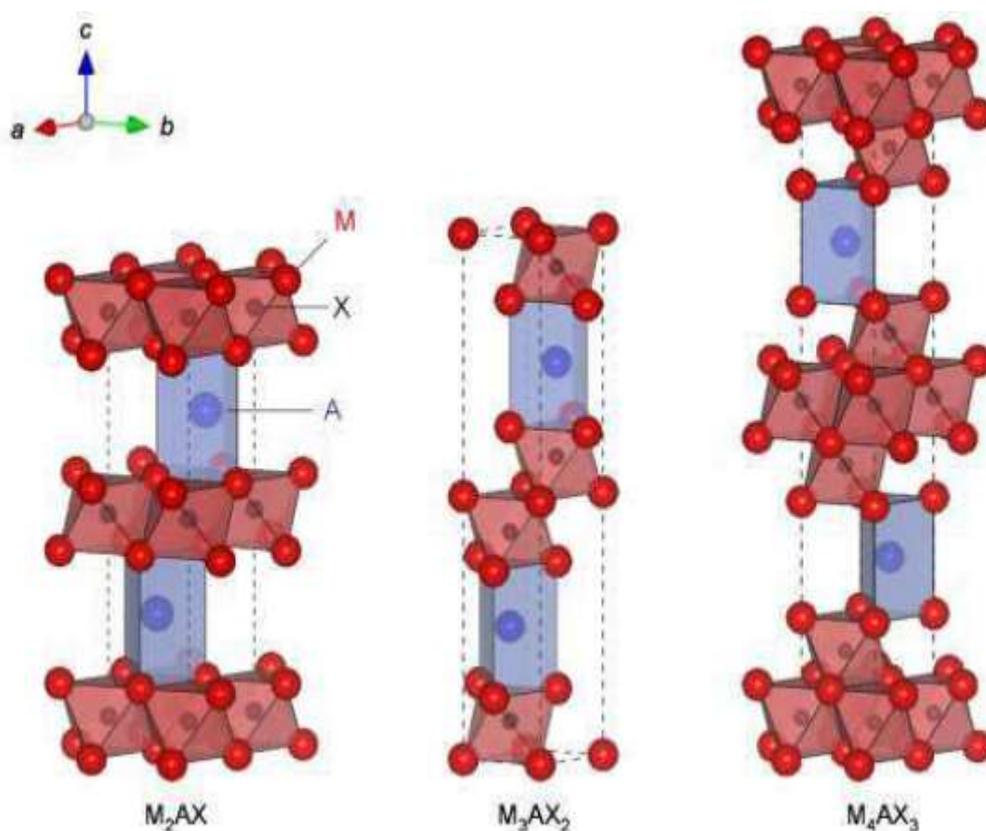
Suivant la valeur de n, les phases MAX sont dénommées phase 211 (n=1), 312 (n=2) et 413 (n=3). La figure I.9 rappelle les différents éléments pouvant être présents dans les phases MAX.

1 IA	2 IIA	Métal de transition M										Élément A						C ou N		18 VIIA
H	Li	Be											B	C	N	O	F	Ne		
Na	Mg	3 IIIB	4 IVB	5 VB	6 VIB	7 VIIB	8 VIII	9 VIII	10 VIII	11 IB	12 IIB	Al	Si	P	S	Cl	Ar			
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr			
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe			
Cs	Ba	Lu	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn			

Figure I.9 : extrait du tableau périodique indiquant les éléments M, A et X pouvant réagir pour former une phase MAX [I-27]

## I.6. 2. Structure cristallographique :

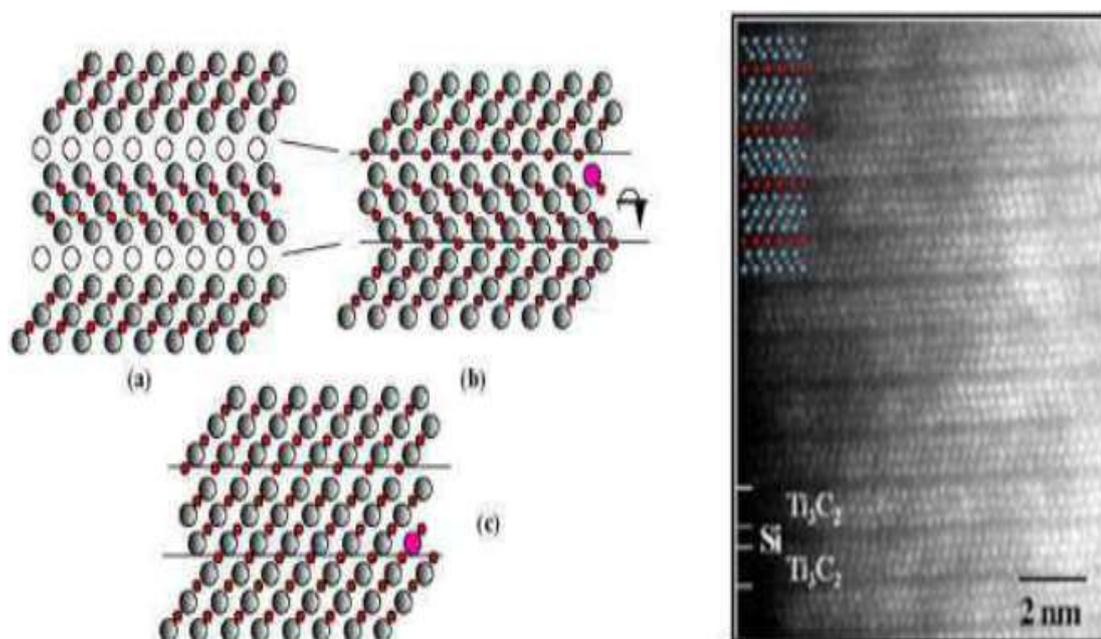
Les phases **MAX** présentent une structure hexagonale et sont représentées par le groupe d'espace  $p6_3/mmc$ . Les mailles hexagonales des phases MAX 211, 312, 413 sont formées d'octaèdres  $M_6X$  organisés en couches entre lesquelles sont intercalées des couches de l'élément A. Les trois mailles se différencient par le nombre de couches d'octaèdres  $M_6X$  séparant ses couches d'élément A : on a deux couches d'octaèdres  $M_6X$  pour les phases 211, trois pour les phases 312, et quatre pour les phases 413. Les structures cristallographiques caractérisant les phases MAX sont présentées sur la figure I.10. On remarque la forte anisotropie de la structure tandis que le paramètre de maille  $a$  est généralement très proche de  $3\text{\AA}$ , le paramètre de maille  $c$  est très grand ( $c \sim 13\text{\AA}$  (pour une phase 211),  $c \sim 18\text{\AA}$  (pour une phase 312) et  $c \sim 23\text{-}24\text{\AA}$  (pour une phase 413)).



**Figure I.10 :** représentation des mailles des phases MAX (211), (312) et (413).

Les phases MAX sont des composés nano-lamellaires [I-25]. On peut également le voir en considération que ces phases possèdent une structure cubique, de type NaCl, mais avec des couches  $M_{n+1}X_n$  maclées les unes par rapport aux autres et séparées par la couche d'atomes A qui agit donc comme plan miroir. Ceci est illustré sur la figure I.11 (figure de

gauche), qui rappelle schématiquement comment passer de la structure de  $Ti_3SiC_2$  à celle de  $TiC$  : si on remplace les atomes Si par des atomes de C, on obtient une structure du type  $TiC$  (structure NaCl) formant maclée. Le maillage entre les unités  $Ti_3C_2$  adjacentes est supprimé par une rotation autour d'un axe perpendiculaire à l'axe (c) ce qui permet d'aboutir à la structure de  $TiC$ .



**Figure I.12 :** A gauche : a- plans (11-21) de  $Ti_3SiC_2$ .

b- remplacement des atomes Si par C et illustration de la rotation supprimant le maillage.

c- structure finale ou l'on observe les plans (110) de la phase cubique de  $TiC$  de structure NaCl [I-21].

A droite : image (METHR) de  $Ti_3SiC_2$  montrant l'aspect nanométrique des phases MAX.

La figure I.11(a) présente également une image obtenue par microscopie électronique en transmission à haute résolution (METRHR) de la phase  $Ti_3SiC_2$  [I-27]. Cette image, qui a été acquise le long de l'axe (11-21) de  $Ti_3SiC_2$ , permet d'observer distinctement l'aspect nanolamellaire de la phase MAX. ce « maillage » caractérise donc l'empilement des phases MAX qui présentent donc une structure nanolamellaire « zigzag ».

Par ailleurs, s'il est possible d'obtenir plus de soixante phases MAX différentes en combinant 3 éléments M, A et X différents, notons qu'il est possible d'obtenir des solutions solides isostructurales sur chacun des sites M, A et X [I-23] offrant la possibilité de moduler

les propriétés physiques et/ou mécaniques [I-27]. De plus, l'équipe de M.W. Barsoum a très récemment découvert [I-28] de nouveaux composés 2D structurés en feuillets, nommés MXenes (M étant un métal de transition et X désignant des atomes de carbone et/ou d'azote), offrant des propriétés exceptionnelles en particulier pour des applications dans des batteries [I-29] ou en tant que super-capacités [I-30]. La synthèse des MXenes nécessite la synthèse de précurseurs (les phases MAX), l'élément A est ensuite éliminé par une attaque chimique sélective.

### **I.6. 3. Structure électrique :**

Il est maintenant établi que trois types de liaison, métallique, covalente et ionique coexistent dans les composés binaires TiC et TiN [I-31]. Les phases MAX présentant des points communs avec ces composés stœchiométriques, on peut tout naturellement supposer que ces 3 types de liaisons existent aussi dans les phases MAX.

De manière générale, on retiendra que les principales liaisons interatomiques dans les phases MAX sont les suivantes :

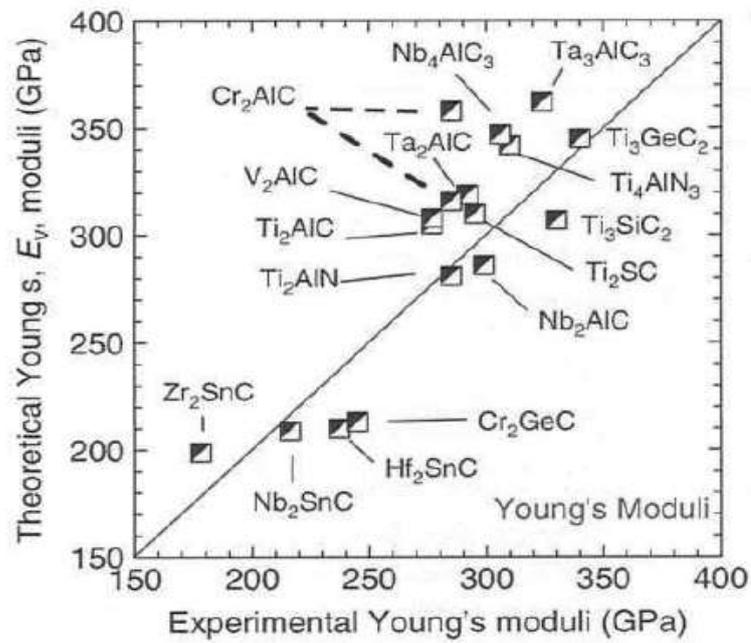
- a-** les atomes M et X forment une liaison covalente forte dans les couches M-X ce qui contribue à la grande rigidité des phases MAX.
- b-** la liaison M-A est généralement moins forte que la liaison M-X.
- c-** la liaison métallique  $M_d-M_d$  domine la densité d'états au niveau de Fermi.

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

De point de vue des propriétés élastiques, les phases MAX sont très rigides, avec des valeurs de module de Young et de cisaillement se situant respectivement dans les gammes de 178 à 362 et de 80 à 142 GPa à la température ambiante (figure I.15) [I-32] [I-33]. Comme les densités de certaines des phases MAX sont inférieures à  $4-5\text{g/cm}^3$ , leurs valeurs de rigidité spécifiques peuvent être élevées. Par exemple, la rigidité spécifique de  $\text{Ti}_3\text{SiC}_2$  est comparable à  $\text{Si}_3\text{N}_4$  et environ trois fois celle du titane.

Malgré les similitudes de plusieurs propriétés physiques entre les phases MX et les phases MAX, les différences entre leurs propriétés mécaniques sont frappantes. Les phases MX ne sont pas usinables, intolérantes à l'endommagement, et sont sensibles aux chocs thermiques. Au contraire, les phases MAX sont extrêmement tolérantes à l'endommagement, résistantes aux chocs thermiques et facilement usinables à température ambiante. Cette

dernière caractéristique particulière les rend très attractive pour de nombreux domaines d'applications. Cette différence marquée de comportement entre les phases MAX e les phases MX s'explique simplement : les dislocations sont mobiles dans ces composés nanolamellaires [I-32] [I-33]



**Figure I. 15 :** les valeurs théoriques et expérimentales de module de Young de phases MAX. [I-32] [I-33]

# Chapitre II

---

Le Traitement Par Friction Malaxage (FSP),  
Composite M tal-C ramique.

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

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

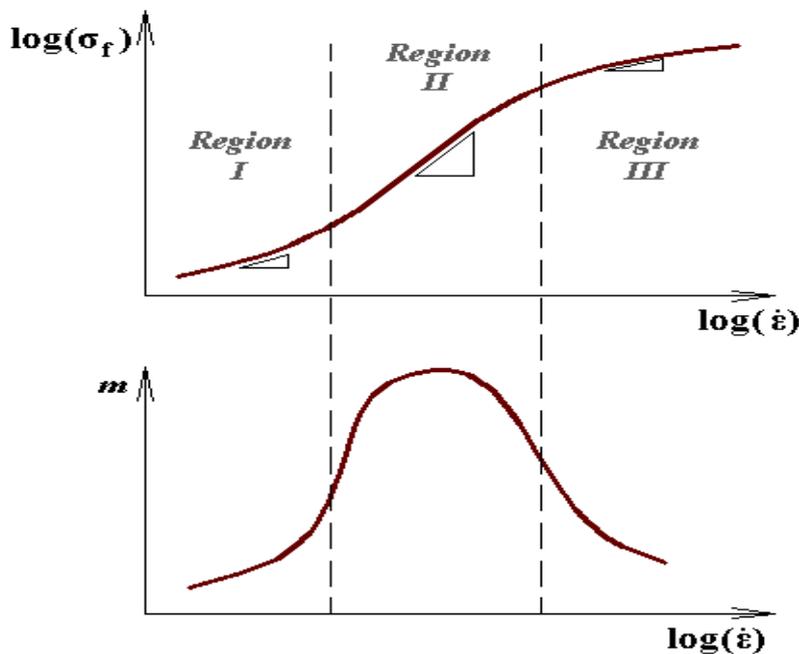
Le FSP élargit l'innovation de soudage par friction malaxage "FSW" (Friction Stir Welding) développé par l'Institut de soudure (TWI) du Royaume-Uni en 1991 pour développer les propriétés de surface et à certains endroits. Le FSP est une nouvelle et unique technique de traitement thermomécanique qui modifie la microstructure et propriétés mécaniques du matériau en un seul passage d'atteindre une performance maximale à faible coût de production en moins de temps. Dans le présent travail, le FSP est étudié comme une technique de traitement potentiel pour les alliages d'aluminium, en raison de divers avantages qu'elle offre plus d'autres processus, comme mentionné ci-dessus.

L'une des applications possibles de FPS est en formage superplastique "SPF" (Super Plastic Formation), qui est une forme net technique de façonnage. Superplasticité est un phénomène présenté par un matériau à grain fin au cours de laquelle ces matières présentent un allongement de plus de 200 % dans des conditions contrôlées. Superplasticité des microstructures est illustré par des matériaux avec une fine granulométrie, généralement moins de 10 $\mu$ m, lorsqu'ils sont déformés à l'intérieur de la gamme de vitesse de déformation 10<sup>-5</sup>s<sup>-1</sup> à 10<sup>-2</sup>s<sup>-1</sup> à des températures supérieures à 0.5T<sub>m</sub>, où T<sub>m</sub> est le point de fusion en °K. C'est un fait établi que, comme la taille des grains diminue la sensibilité de la vitesse de déformation (indice m) augmente et la vitesse de déformation optimale à laquelle la formation peut être effectuée augmente également comme indiqué dans la (Figure II-1). En outre, thermomécaniques complexes.

Le traitement est nécessaire pour obtenir une microstructure propice à la déformation superplastique. Par conséquent, on peut dire que l'utilisation généralisée des SPF alliages d'aluminium est entravé par le ralentissement de la vitesse de déformation optimale requise pour superplasticité commerciale, en particulier dans les alliages d'aluminium ainsi que des besoins de taille de grain qui peut être attribuée à l'absence de simple, rapide et efficace des coûts techniques de traitement des matériaux. Par conséquent, des efforts ont été réalisés non seulement d'améliorer les techniques de traitement des matériaux conventionnels existants mais aussi pour développer de nouvelles techniques.

L'amélioration du traitement thermomécanique, traitement de la solution consiste à sur-vieillessement, plusieurs passes de laminage à chaud (200-220°C) avec réchauffage

intermittent et un traitement final de la recristallisation. Ainsi, le traitement thermomécanique est toujours complexe et aussi le taux de déformation superplastiques optimale est inférieure à celle désirée pour l'utilisation généralisée des SPF en particulier dans l'industrie automobile, qui a donné lieu à l'élaboration de nouvelles techniques de transformation, qui utilisent la transformation plastique importante (SePD) approche de traitement tels que l'égalité angulaire Channel (ECAE) extrusion, contrainte de torsion transformation plastique importante (TS)-SePD et FSP qui rendent encore plus populaire SPF et efficace en faisant passer la vitesse de déformation superplastiques optimales d'au moins  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  dans les alliages d'aluminium produites par moulage à vélo.



**Figure II-1 :** Courbe caractéristique de matériaux superplastiques montrant l'effet de l'utilisation de la structure à grain fin. [II-1]

ECAE est l'une des nouvelles techniques de traitement des matériaux utilisées pour obtenir un taux de déformation élevé superplasticité à une température significativement plus basse. Un calendrier typique de raffinement du grain par ECAE se compose de  $8^{-10}$  passes à des températures intermédiaires. (TS) -SePD est une autre nouvelle technique produit un décalage encore plus élevé de la vitesse de déformation superplastique optimale et diminue à une température plus basse qui produit également une microstructure nanocristalline, mais est limitée par la taille du traité drap. Le FSP est un procédé unique qui produit une structure

de grains fine, équiaxe et homogène ( $<10\mu\text{m}$ ) en un seul passage qui améliore la superplasticité de taux de déformation élevée à des températures plus basses même dans des tôles d'alliage d'aluminium d'une épaisseur atteignant 75 mm.

LeFSP offre de nombreux avantages par rapport aux techniques conventionnelles, le traitement des matériaux qui comprennent un processus en une seule étape, l'utilisation de simples et peu coûteux outils, aucune exigence d'un processus de finition coûteuse en temps, utilisation de technologie de machine-outil existante et facilement disponible, aptitude à l'automatisation, adaptabilité à l'utilisation du robot, étant efficace sur le plan énergétique, moins de temps de traitement et respectueux à l'environnement. Bien que les limites du FSP sont étant réduit par la recherche et le développement intensifs, il a encore quelques limitations qui comprennent Serrage rigide des pièces à usiner, exigence de plaque de support, et le trou de la serrure à la fin de chaque passe. Ces caractéristiques de FSP mentionnées ci-dessus en font une technique de traitement potentielle non seulement d'alliages d'aluminium mais aussi pour diverses applications industrielles notamment pour le SPF mais aussi dans les domaines d'ingénierie de surface, comme la production de « composites à matrice métallique ».

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

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

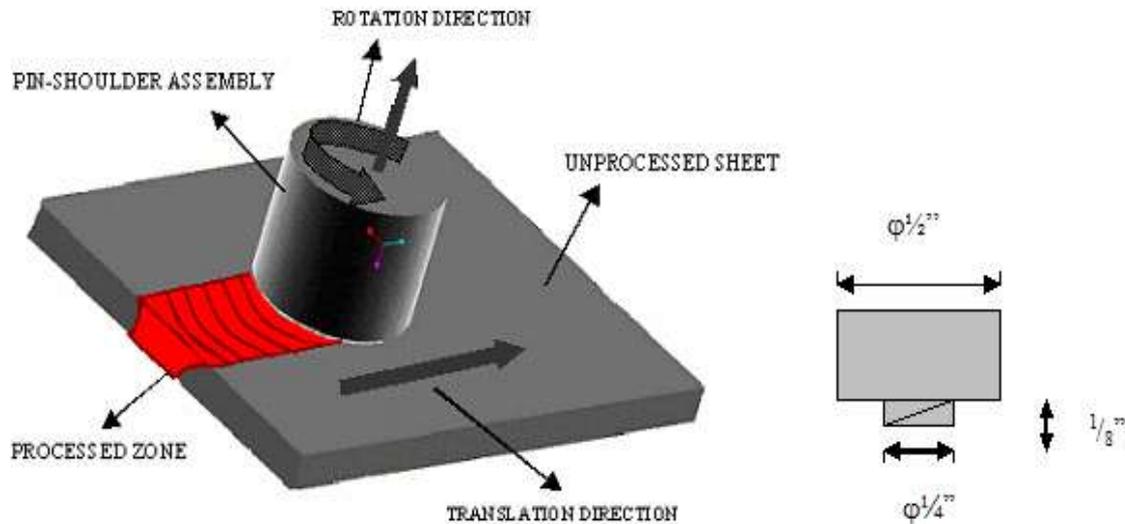


Figure II. 2 : schéma de procédé FSP. [II-1]

Pendant le FSP, la zone à traiter et l'outil sont déplacés l'un par rapport à l'autre que l'outil traverse, avec des passes qui se chevauchent, jusqu'à ce que toute la zone sélectionnée soit traitée, l'atmosphère de grain désirée lors de ce procédé est fine. La zone traitée se refroidit après passage de l'outil, ce qui génère une microstructure équiaxiale à grains fins, recristallisée dynamiquement.

### II.A. 3. Paramètres du procédé FSP :

Le traitement d'agitation par friction malaxage (FSP) utilise les mêmes principes et paramètres de procédé FSW (soudage par friction-malaxage) [II-2]. Plusieurs paramètres influencent le mouvement de la matière et les caractéristiques microstructurales et mécaniques de la zone traitée. Les paramètres les plus déterminants sont les vitesses de rotation et d'avance de l'outil. Mais aussi l'outil lui-même, sa géométrie, le matériau dont il est conçu et sa dureté. On note également d'autres paramètres comme la force appliquée sur l'outil, l'angle d'inclinaison de l'outil ou encore la profondeur de plongée de l'outil dans le matériau à traiter.

### II.A. 3. 1. Géométrie de l'outil :

L'outil assure deux fonctions principales. Tout d'abord, il produit un frottement contre la pièce provoquant ainsi une concentration de la chaleur qui va ramollir le matériau, et il permet le mouvement de la matière du côté avançant de la zone traité vers le côté reculant. [II-3]

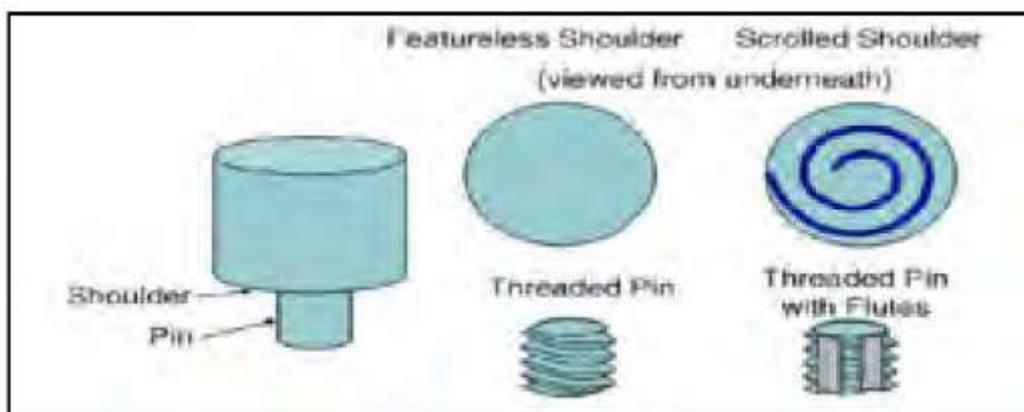
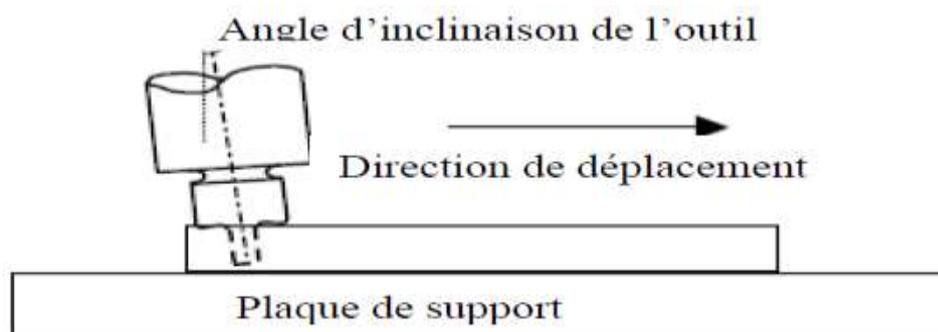


Figure II. 3 : Schéma simplifié de l'outil (tige et épaulement) dans le soudage par friction-malaxage. [II-3]

Le pion plonge dans le matériau jusqu'à ce que l'épaulement touche la pièce. La longueur du pion détermine la profondeur de plongée. Le frottement de l'épaulement sur la pièce provoque le taux de chaleur le plus élevé. Le design de l'outil joue un rôle important dans l'uniformité de la microstructure et ainsi les propriétés mécaniques de la zone traitée. Les pions filetés et les épaulements concaves sont les plus utilisés car ils permettent mieux malaxer la matière et d'éviter le débordement et les bavures. [II-3]

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

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

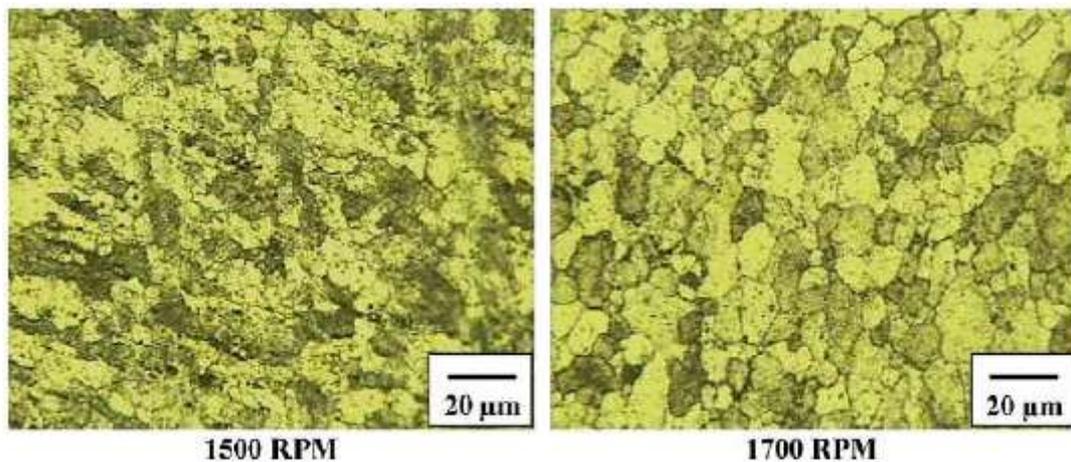


**Figure II. 4 :** *l'angle d'inclinaison de l'outil. [II-4]*

### **II.A. 3. 3. Vitesse de rotation :**

Dans le procédé FSW/FSP, le malaxage de la matière est assuré par le mouvement combiné de rotation de l'outil et de sa vitesse d'avance, de même pour la génération de la quantité de chaleur entrante. Il est donc important dans une opération de traitement par friction malaxage de bien choisir la vitesse de rotation de l'outil. Cette vitesse peut prendre des valeurs dans un large intervalle, et dépend de plusieurs critères principalement la nuance des matériaux à souder. Généralement la variation des vitesses de rotation de l'outil est imposée par les caractéristiques de la machine. Parmi les travaux qui montrent que la vitesse de rotation est une variable significative dans le processus de soudage par friction malaxage, on trouve ceux de K. Elangovan et al. [II-5] Ils expliquent qu'une augmentation de la vitesse de rotation provoque des températures plus élevées au sein du joint de soudure donc un refroidissement plus lent. D'une part, une vitesse de rotation très élevée provoque un excès de formation de bourrelets de matières. D'autre part, une vitesse de rotation moins rapide provoque une faible agitation de matière.

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



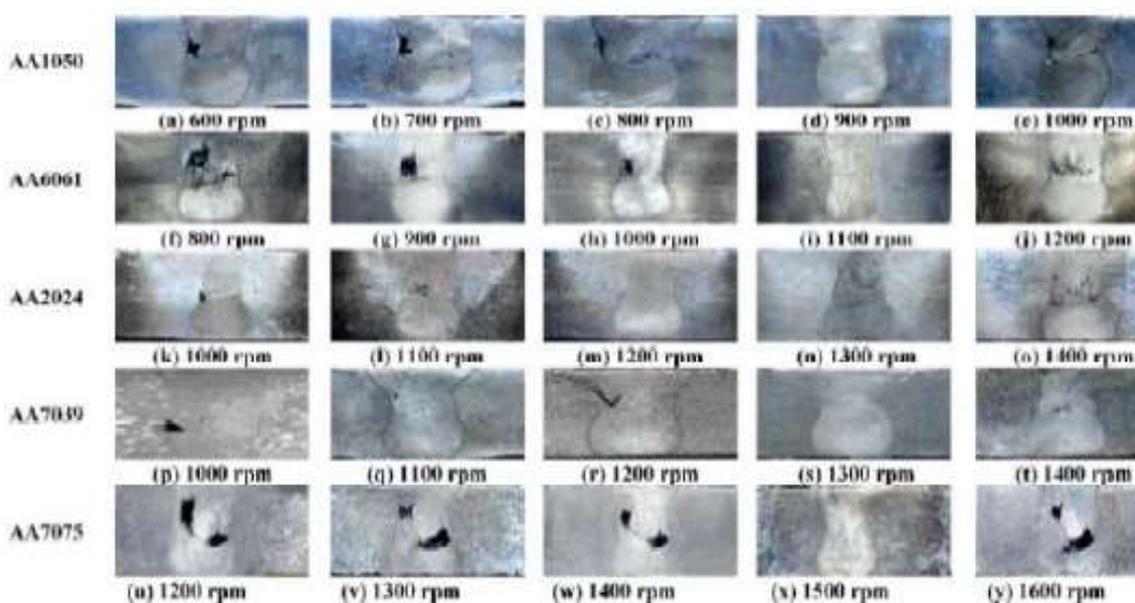
**Figure II. 5 :***Effet de la vitesse de rotation sur la microstructure. [II-5]*

Ils ont conclu qu'une vitesse de rotation optimale mène à une microstructure plus fine et une dureté plus élevée.

Une autre étude importante de Y.G. Kim et al [II-6] prouve qu'une vitesse de rotation très rapide associée à une force axiale importante et une lente vitesse de soudure provoque un excès de bavures. Ainsi une vitesse de rotation lente provoque des cavités. Leurs travaux ont illustrés que ce dernier type de défaut peut être observé lors d'une agitation anormale (vitesses de rotation). Une tentative a été effectuée par V. Balasubramanian pour établir une relation empirique entre la vitesse de rotation de l'outil et les propriétés mécaniques des structures soudées par FSW.

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

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



**Figure II. 6 :** *Effet de la vitesse de rotation sur la macrostructure des alliages d'aluminium (Vitesse de Soudage =75mm/min, force axiale=8kN). [II-7]*

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

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

La vitesse de soudage optimale est limitée et elle est généralement liée à la vitesse de rotation de l'outil. La direction d'avance de l'outil ou celle de la table et le sens de rotation de l'outil définissent deux zones dans les pièces à souder. La zone où la vitesse d'avance de l'outil a le même sens que la vitesse de rotation est appelée la zone d'attaque (dancing zone), dans le cas contraire, on l'appelle zone retraitée (recreation zone) (figure II. 7).

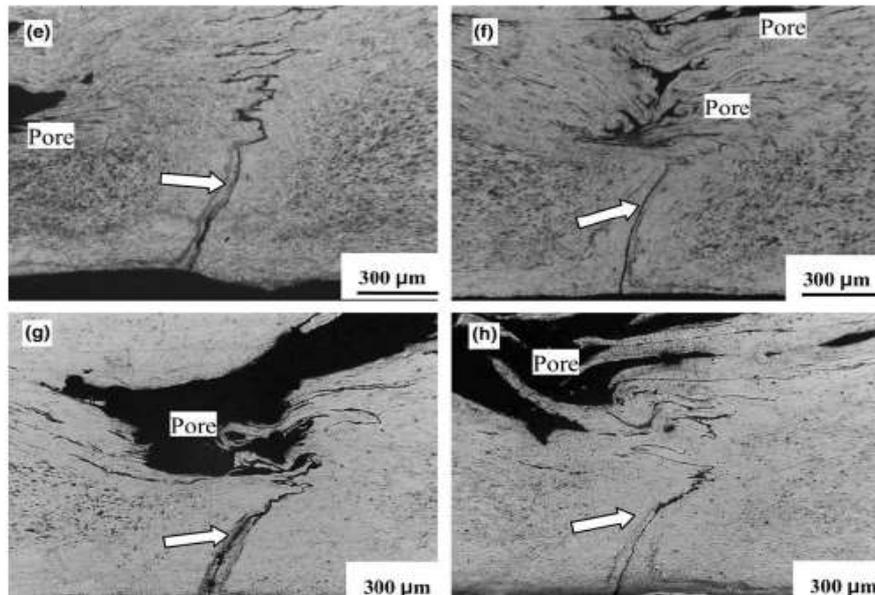
En effet, une vitesse de soudage élevée risque de produire des macro-pores et des défauts sous forme de tunnel. [II-8] [II-9]

Afin d'étudier le rapport entre la vitesse de soudure et les défauts dans un joint obtenu par FSW, H. Zhang et al [II-8] ont effectué des soudures sur un alliage de magnésium AZ31.

Les résultats expérimentaux ont prouvé que avec une vitesse de rotation constante égale à 1000 tr/min, les vides commencent à se produire à partir de la vitesse 200mm/min. Ils

se rapprochent de la zone d'attaque et de la partie supérieure du joint au fur et à mesure que la vitesse de soudage augmente. [II-8] [II-9]

Ces défauts peuvent être atténués avec un effort de forgeage optimal. H. Zhang et al. Présentent un modèle analytique qui permet de choisir les paramètres du FSW pour avoir une meilleure qualité du joint de soudure.



**Figure II. 7 :** *Présence des macro-pores dans les cordons FSW d'un alliage de magnésium AZ31 obtenus par une vitesse de soudage de 250mm /min (e), 300 (f), 400 (g), et 600 mm/min(h), avec la même vitesse de rotation et le même effort de forgeage. [II-8]*

#### **II.A. 4. Caractéristiques de la microstructure :**

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

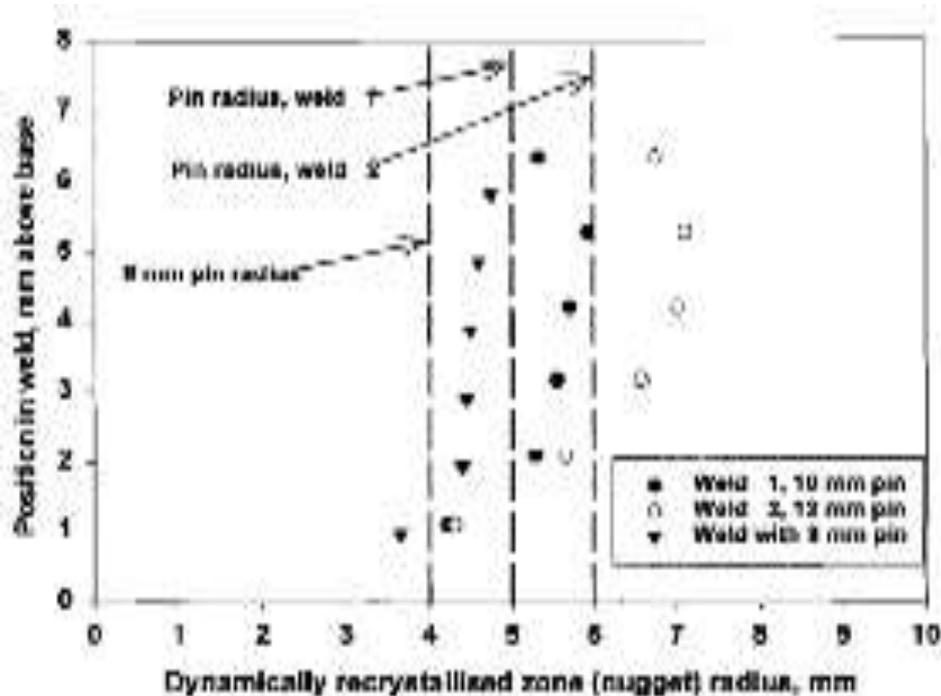
La microstructure est caractérisée par trois zones distinctes: Le noyau de la soudure (appelé "Nugget" en anglais), la zone affectée thermo-mécaniquement (TAMZ : ThermoMechanically Affected Zone) et la zone affectée thermiquement (HAZ : Heat Affected Zone).



**Figure II. 8 :** *Microstructure des différentes zones dans un joint pendant le FSP.[II-3]*

#### II.A. 4. 1. 1. Le noyau de la soudure :

Durant le FSW, le joint soudé subit une déformation plastique intense et une augmentation importante de la température. Ceci conduit à une recristallisation dynamique dans le noyau. Cette zone est donc constituée de grains recristallisés équiaxes très fins. L'interface entre le noyau de la soudure et le métal de base est confuse du côté reculé RS et assez démarquée du côté avançant AS. Le diamètre de la tige affecte naturellement la dimension de cette zone, mais il a été remarqué que le noyau est légèrement plus grand que le diamètre de la tige comme le montre la (Figure II. 9). [II-10]

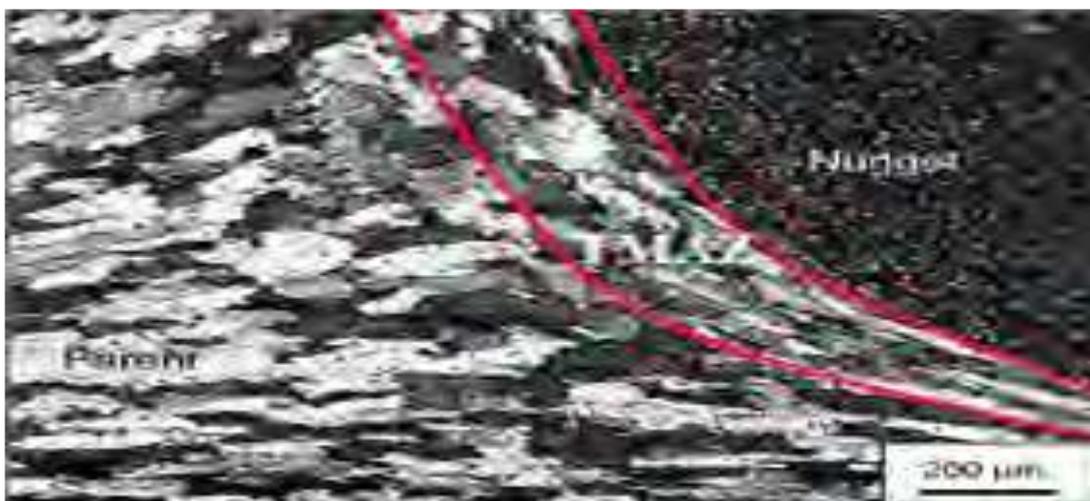


**Figure II. 9 :** *Effet du diamètre pion sur la dimension du noyau d'une soudure en AA2195-T8. [II-10]*

#### **II.A. 4. 1. 2. La zone affectée thermo-mécaniquement :**

La zone affectée thermo-mécaniquement (ZATM), représentée entre les deux lignes rouges dans la Figure II. 10, se situe directement près du noyau de la soudure et avant le matériau de base. Cette zone est caractéristique du soudage par friction-malaxage. [II-11]

Comme son nom l'indique, elle subit des transformations thermiques et des déformations mécaniques des déformations plastiques, en l'occurrence. Cependant, les déformations plastiques ne sont pas assez importantes pour permettre la recristallisation des grains qui sont allongés mais gardent leur grande taille. [II-11] [II-12] Dans cette zone, on parle plutôt de la restauration des grains qui contiennent un taux élevé de sous-grains avec des joints à faible angle de désorientation. [II-13]



**Figure II. 10 :** *Micrographe représentant la zone affectée thermo-mécaniquement entre le noyau et le matériau de base d'un processus par friction-malaxage sur un AA7075*  
[II-12]

#### **II.A.1.3.1.3. La zone affectée thermiquement :**

La zone affectée thermiquement (ZAT) se situe entre la zone affectée thermo-mécaniquement et le matériau de base. Elle subit un cycle thermique mais pas de déformations mécaniques.

Selon certains chercheurs, les grains gardent le même aspect que ceux du matériau d'origine et on les distingue généralement par la valeur de leur dureté [II-14] [II-15] [II-16]. Alors que d'autres, comme Sharma et al. ont stipulé que la taille des grains augmente par effet

de la température par rapport au matériau de base [II-17]. Dépendamment des paramètres de soudage, la température atteinte dans cette zone va dissoudre les précipités fins au dépend des plus gros. Durant le refroidissement, les précipités grossissent traduisant ainsi un vieillissement. [II-11] Il a été démontré, par plusieurs chercheurs, que la fracture sous tension d'un joint soudé par friction-malaxage se produit généralement dans cette zone [II-11]. (soudages rapides) de la matière.

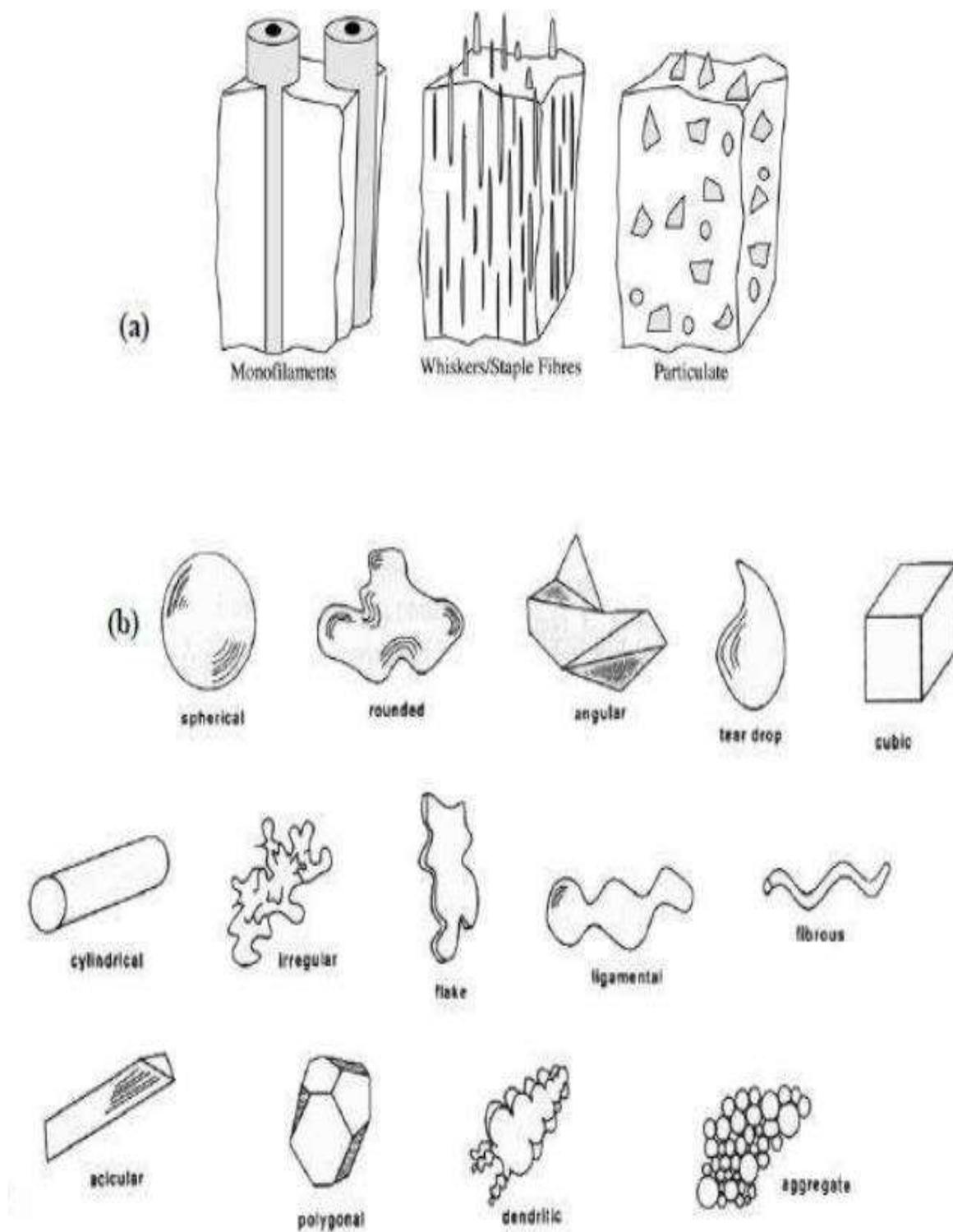
## **II.B. Composites métal-céramique :**

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

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

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

La matrice des CMM peut être une matrice aluminium, magnésium, fer, cuivre et les renforts sont soit céramiques (oxydes, carbures) soit métalliques (tungstène, molybdène). Les renforts peuvent avoir une géométrie différente selon les types d'application et les propriétés mécaniques attendues. Ils existent trois types de CMM : les CMM à fibres longues, les CMM à fibres courtes ou whiskers, et enfin les CMM particulières (Figure II.11.a).



**Figure II.11 :** (a) Vue schématique des différents CMM (b) Morphologie des particules.

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

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

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

Les matériaux composites à matrice métallique (CMM) ont sensiblement évolué depuis leur apparition dans les années 1960. Les applications envisagées étaient orientées exclusivement vers l'industrie aéronautique et spatiale. C'est seulement à partir des années 1980 avec l'apparition de renforts commercialement intéressants et de meilleure qualité que d'autres domaines d'application ont été envisagés. De nos jours, les composites à matrice métallique (CMM) intéressent les concepteurs des industries automobiles, transport terrestre, électroniques et de loisir pour leur capacité à répondre à des exigences mécaniques spécifiques.

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

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

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

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

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

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

### **II.B. 2. 2. Eléments constituant d'un matériau composite :**

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

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

- Des meilleures propriétés mécaniques.
- Une meilleure résistance au feu et à la température.

- Une meilleure conductivité électrique et thermique.
- Une résistance aux radiations, une imperméabilité au gaz et à l'humidité.

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

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

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

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

Les renforts dont toutes les dimensions sont très inférieures aux dimensions du composite. Trois types de renfort discontinu utilisés dans les composites à matrice métallique, renfort de particules, de trichites, de fibres courtes (Figure II. 9). Les caractéristiques de ces renforts sont rassemblées dans le (tableau II.1).

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	
	B <sub>4</sub> C	2,5	5	390	
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,9	3 à 30	390	
Trichites	SiC	3,2	0,1 à 0,5	400 à 700	3 à 14
	K <sub>2</sub> O <sub>n</sub> (TiO <sub>2</sub> )	3,3	0,2 à 0,5	280	17
Fibres courtes	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,3	3	300	2
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + SiO <sub>2</sub>	2,7	3	158	2.5

**Tableau II.1 :** *Caractéristiques des renforts discontinus utilisés dans les CMM [II-24].*

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

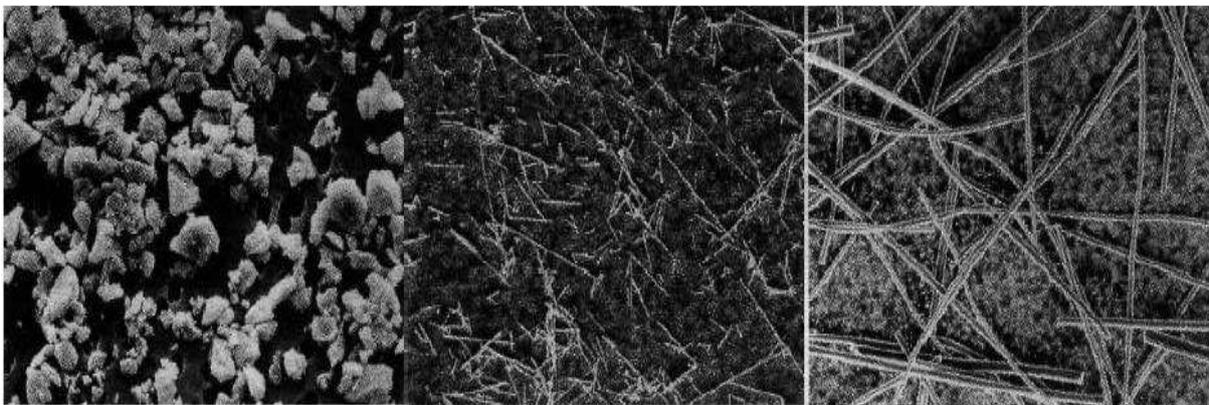
Les particules sont toutes les morphologies de renfort quasi isotropes (facteur  $l/d$  (longueur/diamètre) compris entre 0,2 et 1). Ces morphologies peuvent être de type sphérique ou aciculaire de taille moyenne des particules variant entre 5 et 50  $\mu\text{m}$ . Pour les renforts à particules, les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

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

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

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

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



**Figure II. 12 :** *Morphologie des renforts discontinus.*

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

Les renforts dont au moins une dimension est supérieure ou égale aux dimensions du composite. On distingue deux types de renforts continus :

Les Mèches multifilamentaires, les Monofilaments (figure II.13), leurs caractéristiques sont données dans le (tableau II. 2).

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

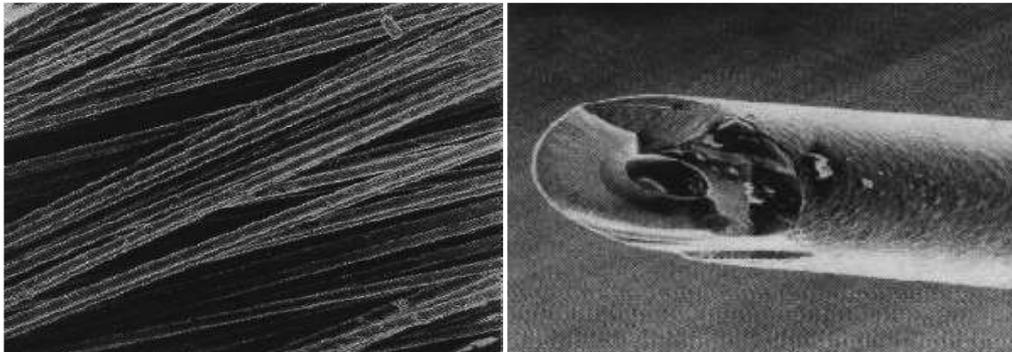
**Tableau II. 2** : caractéristiques des renforts continus utilisés les CMM.

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

**a. Mèches multifilamentaires :** Ces renforts sont présentés sous forme de mèches de 300 à 10 000 filaments unitaires, de diamètres varient entre 5 et 20 µm. Les plus utilisées sont en SiC, alumine, carbone et en acier.

**b. Monofilaments :** Il s'agit de produits à rigidité élevée, Les renforts présentent des diamètres de 100 à 300 µm. Les fibres de bore et de SiC sont élaborées

par dépôt chimique en phase vapeur sur un monofilament de tungstène ou de carbone. Elles sont les plus utilisées.



**a) Multifilamentaire.**

**b) monofilamentaire.**

**Figure II. 13 : Morphologie des renforts continus.**

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

Les techniques de fabrication des composites céramique à particules métalliques sous forme de couches mettent en œuvre les procédés sol-gel, les dépôts chimiques en phase vapeur (CVD) ou les dépôts par voie électrochimique (electroplating). Le procédé sol-gel est le plus utilisé. Il consiste en un mélange de précurseurs liquides qui constitue le sol et qui se transforme par la suite en un réseau solide tridimensionnel stable (l'état gel) par des réactions chimiques telles que l'agrégation ou la polymérisation des précurseurs à température ambiante ou au voisinage de cette température [II-25].

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Les étapes du procédé de mise en forme sont les suivantes :

### **II.B. 3. 1. 1. Le mélange :**

La première étape du procédé appliquée à l'élaboration du cermet est le mélange. Cette étape initiale a pour objectif la réalisation d'un mélange bi-phasique constitué de poudres métalliques et céramiques. Les proportions des constituants de ce matériau composite varient en fonction des propriétés requises par le cermet, en particulier la percolation de l'une ou l'autre des phases.

L'étape de mélange joue un rôle primordial pour réaliser des composants parfaitement homogènes. [II-34]

### **II.B. 3. 1. 2. La granulation :**

Cette étape est destinée à maîtriser la coulabilité de la poudre. Elle se déroule en trois étapes :

- Un précompactage du mélange de poudre pour obtenir une densité d'environ 50 % dth, réalisé par pressage.
- Une granulation forcée sur un tamis avec une ouverture de maille d'environ 1 mm.
- Une étape de sphéroïdisation des grains de poudre.

Le passage de la poudre brute (taille de particule nanométrique ou micrométrique) aux granulés (taille de particule de l'ordre de 0,5 mm) améliore la coulabilité, caractéristique requise pour un bon remplissage des matrices des presses de pastillage, et empêche les fissurations ainsi que les déformations des comprimés. [II-35]

### **II.B. 3. 1. 3. La compaction :**

Ce procédé consiste à comprimer dans une matrice, et sous l'action d'un poinçon, le mélange de poudres pour donner la forme désirée à la pièce. Cette poudre est soumise à une compaction sous de fortes pressions (plusieurs centaines de MPa), à l'aide de presses mécaniques ou hydrauliques. Lors de la compaction des pièces, les particules de poudres métalliques sont déformées et les poudres céramiques sont fragmentées sous l'effet des

contraintes exercées par l'outillage. Des liens entre les particules sont alors créés par ancrages mécaniques, ce qui confère aux comprimés une certaine résistance mécanique. Ce pressage est en général réalisé avec un lubrifiant pour faciliter les frottements entre les particules de poudres et les parois de la matrice de presse et pour obtenir une meilleure transmission de la pression exercée au sein du comprimé. Les pièces obtenues suite à la compaction sont appelées pièces à cru [II-34]. Leur taux de densification est de l'ordre de 50 à 60 % de la densité théorique du matériau.

### **II.B. 3. 1. 4 Le frittage :**

Les pièces à cru sont ensuite densifiées par frittage à haute température. Le frittage correspond à la consolidation thermique d'un matériau pulvérulent sans fusion d'au moins l'un de ses constituants. La Figure II. 14 représente le retrait ( $\Delta L/L_0$ ) du matériau en fonction du temps. Après une dilatation créée par la montée en température, un retrait important du matériau a lieu. En effet, au cours du cycle thermique, la microstructure se met en place par la diffusion de la matière. Des cols se créent entre les particules et leurs centres se rapprochent. Ensuite, la porosité ouverte entre les particules est éliminée. Une porosité fermée subsiste pour une densité relative supérieure à 92 % de la densité théorique (Figure II. 15).

Le moteur global du frittage est la diminution de l'énergie de surface de l'ensemble des grains. [II-36]

D'un point de vue thermodynamique, l'énergie de surface,  $E$ , à volume constant, s'écrit de la façon suivante :

#### **Équation**

$$E = A_{sv} \cdot \gamma_{sv} + A_{ss} \cdot \gamma_{ss}$$

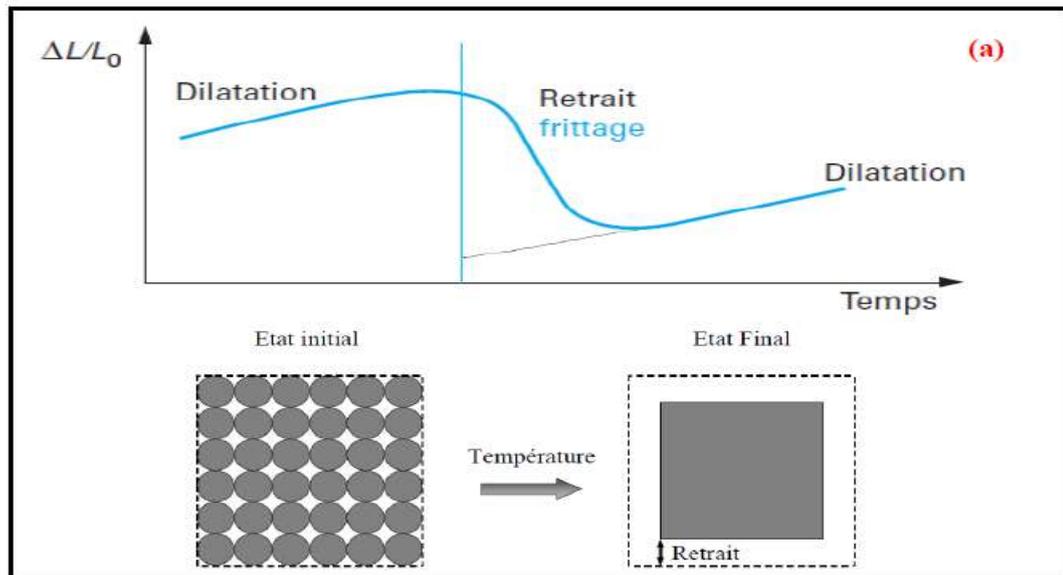
Avec :

$\gamma_{sv}$  : la tension de surface solide/vapeur.

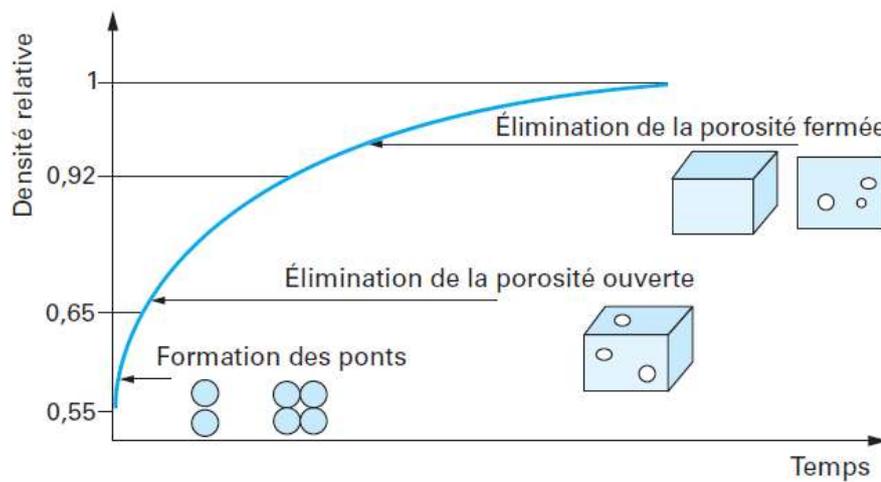
$\gamma_{ss}$  : la tension de surface solide/solide, et leurs aires respectives,  $A_{sv}$  et  $A_{ss}$ .

Ainsi, au cours du frittage, les surfaces solide/solide augmentent (la taille et les aires des interfaces solide/solide augmentent) et les surfaces solide/vapeur diminuent afin de

minimiser l'énergie de surface du système et atteindre ainsi un état final de plus faible énergie.



**Figure II. 14 :** Courbe de retrait d'un échantillon en fonction de la température.



**Figure II. 15 :** évolution de la densité relative au cours des étapes de densification

[II.37]

## **II.B. 4. Composites de phase MAX :**

### **II.B. 4.1. Ti-Al-C renforcé :**

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

### **II.B. 4. 2. Ti-Si-C Renforcé :**

Benko et al. Augmenté le module de Young et la dureté Vickers de  $Ti_3SiC_2$  en pressant à chaud le nitrure de bore cubique (cBN) avec  $Ti_3SiC_2$ . L'extrême dureté de cBN, qui est le deuxième seulement au diamant, a radicalement amélioré celle du  $Ti_3SiC_2$  à partir d'une valeur de dureté Vickers de 4 GPa à 19,9 GPa (dureté Vickers pour TiC = 16,0-28,0 GPa [II-39]). L'ajout du cBN a également augmenté le module de 320 GPa à 525 GPa. [II-40]

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

### **II.B. 4. 3. MAX-Métaux :**

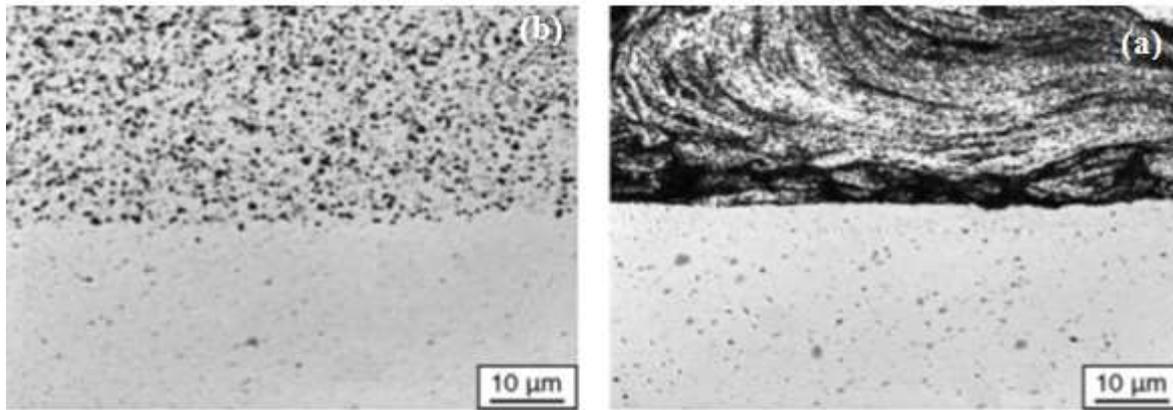
Des études récentes de plusieurs groupes ont montré les possibilités de renforcement de telles phases MAX comme  $Ti_2AlC$  et  $Ti_3SiC_2$  avec des métaux, tels que : Ag, Cu et Mg. Ngai et al. et Zhang et al. Ont renforcé les matrices Cu avec des particules de  $Ti_3SiC_2$ . Pour améliorer les performances tribologiques de plusieurs phases MAX, Gupta et al.  $Ta_2AlC$  et  $Cr_2AlC$  renforcés avec 20% d'Ag. Il est proposé que ces composites soient utilisés comme lubrifiant solide à haute température qui aurait pu être utilisé contre les superalliages à base de Ni et l'alumine. [II-45] Travail présenté par Amini et al. [II-46] a récemment montré le renforcement réussi de  $Ti_2AlC$  avec des nanoparticules de Mg, un pour synthétiser des composites  $Ti_3SiC_2 / TiC$ . En utilisant des poudres initiales de  $TiH_2 / SiC / TiC$ , les échantillons ont été frittés avec une texture (001) et présentaient des valeurs de dureté de 4-6 GPa et une résistance à la flexion de 400-550 MPa. Ho-Duc et autres [II-44] étude de la

fabrication de  $Ti_3SiC_2 / TiC$  et  $Ti_3SiC_2 / SiC$ , 30% vol.% de renforcement, composites par pressage isostatique à chaud de poudres de Ti, SiC et C pendant 8 h à des températures aussi élevées que 1600 ° C. La résistance à la flexion des deux composites a diminué, mais la tolérance aux dommages et la résistance aux chocs thermiques ont augmenté jusqu'à une trempe à partir de 1400 °C. Mélange 50/50. Le composite résultant était facilement usinable, rigide (70 70 GPa), fort, léger (2,9 g / cm<sup>3</sup>) et présente des capacités d'amortissement exceptionnelles. [II-46]

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

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

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



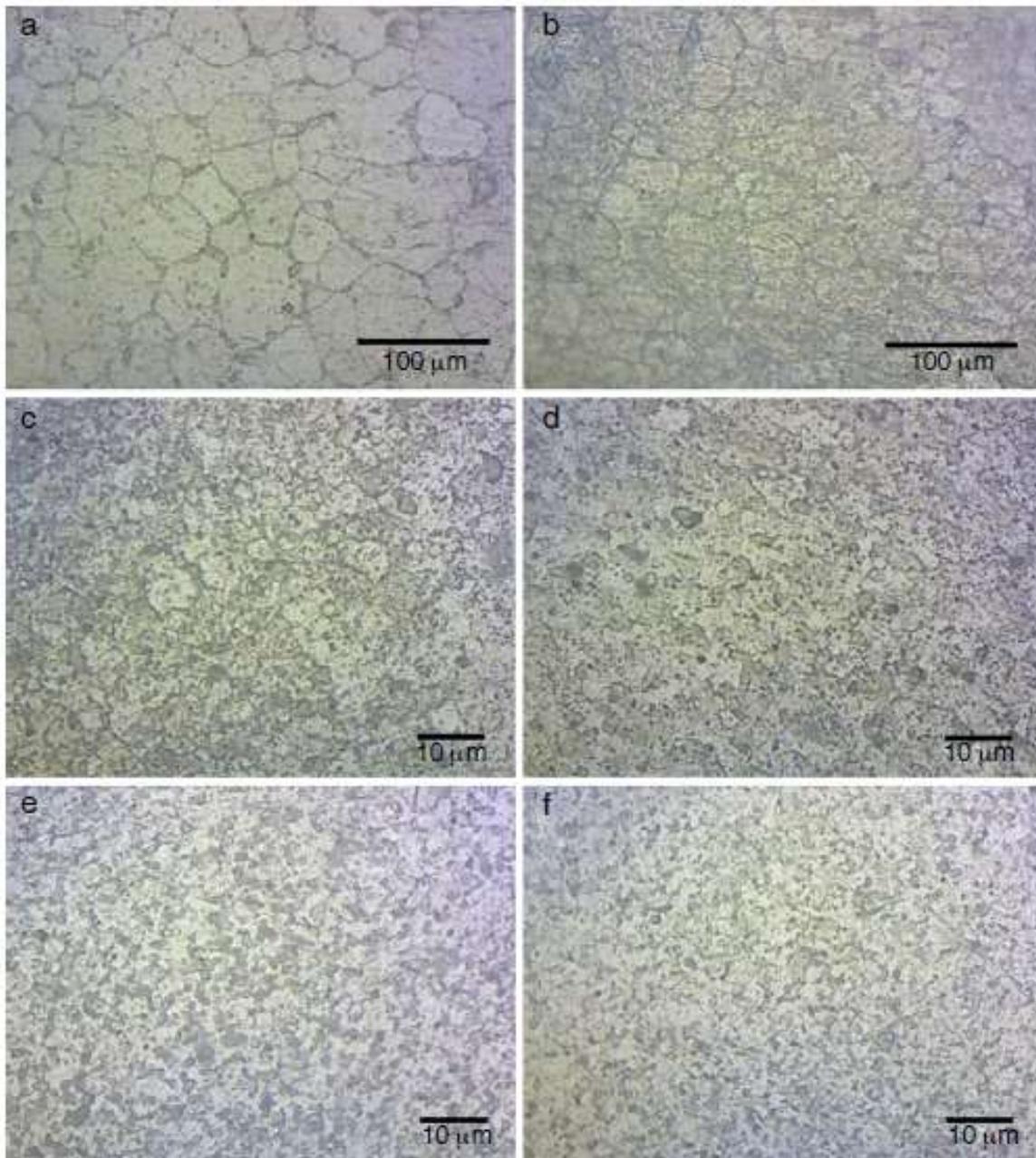
**Figure II.16 :** *Micrographie optique montrant la surface composite AA5083-SiC produit à une vitesse de rotation de l'outil de 300 tr / min et une vitesse de déplacement de: (a) 25,4 mm / min et (b) 101,6 mm / min [II-48].*

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

Certaines combinaisons de vitesse de rotation de l'outil et de vitesse de traitement ont résulté dans la formation de défauts tels que des vides et des tunnels dans la zone FSP. La figure II. 17 montres les micrographies SEM de la zone FSP. Les particules de TiC sont réparties de manière homogène dans la zone FSP. La taille des grains de l'alliage d'aluminium a évidemment été affinée par FSP. Une la distribution homogène des particules céramiques est essentielle pour atteindre des propriétés mécaniques plus élevées dans SMMC. L'agitation provoque une contrainte plastique plus élevée qui entraîne le réarrangement des particules de TiC. La taille des particules de TiC n'est pas uniforme dans toute la zone FSP. La fragmentation des particules céramiques a été largement reconnue dans le FSW des composites à matrice d'aluminium. [II-49]

Ces chercheurs ont signalé l'émoussement des bords tranchants des particules de  $Al_2O_3$  ou de SiC ( $> 20 \mu m$ ) ce qui a entraîné la formation de débris fins dans la zone de soudure. La différence de taille des particules dans le SMMC, comme le montre la figure II.15, c'est le moins qui indique une fragmentation faible ou nulle pendant le FSP.





**Figure II. 18 :**Micrographies optiques de coupe transversale des échantillons de la zone FSP (a) matériau de base, (b) passage sans particules, zone d'agitation, (c) particule B4C de taille micro un passage, (d) particule B4C de taille micro trois passes, (e) particule B4C de taille nanométrique un passage , (f) particules B4C de taille nanométrique de trois passes.[II-50]

# Chapitre III

---

## Méthode expérimentale.

### III.1. Matériels utilisé dans ce travail :

#### III.1. 1. Métal de base (matériaux à traiter) :

Le matériau utilisé dans ce travail est l'alliage d'Aluminium 2024 T3 sa composition chimique est indiquée dans le tableau III. 1, sous forme de tôle 250.250.10 mm<sup>3</sup> pour un traitement par friction malaxage, la tôle est représentée dans la figure III. 1.



**Figure III. 1 :** tôle d'alliage d'aluminium 2024 T3.

**Tableau III. 1 :** composition chimique d'alliage d'aluminium 2024 T3.

Elément	Al	Cu	Mg	Mn	Fe	Si	Zn	Ti	Cr	Autres
%masse	Base	3.8-4.9	1.2-1.8	0.3-0.9	0.5	0.5	0.25	0.15	0.1	< 0.15

#### III.1. 2. Métal d'ajout (Phase MAX Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>) :

La phase renforçant est sous forme de poudre Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> (34 μm de granulométrie), qui a été remise par l'équipe de MAX MXene research group de Drexel university, par le Dr.M.W.Barsoum, élaboré par la société MAXTHAL, la poudre est représentée sur la figure III



**Figure III. 2 :** *la poudre de la phase MAX  $Ti_3SiC_2$ .*

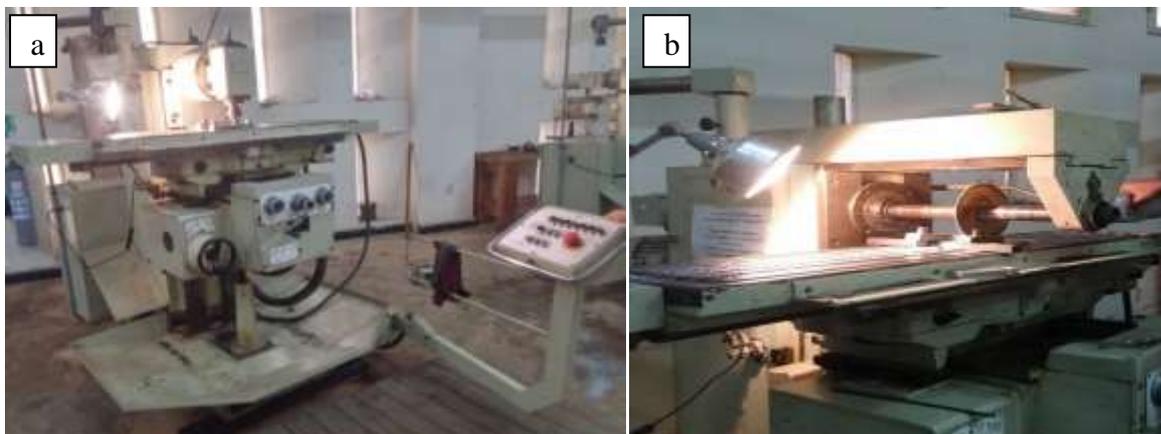
### **III.1. 3. Machine utilisé dans le procédé :**

#### **III.1. 3. 1. Fraiseuse horizontale automatique :**

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

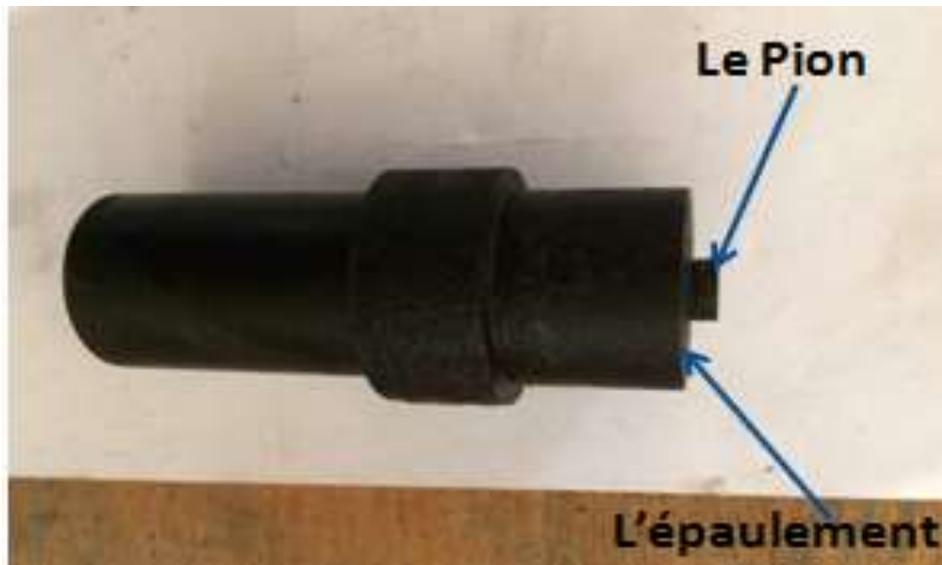
#### **III. 1. 3. 2. La fraiseuse verticale automatique :**

Une fraiseuse verticale automatique (figure III. 3.a) pour effectuer notre procédé FSP (l'élaboration).



**Figure III.3 :** *a) Fraiseuse automatique vertical. b) Fraiseuse automatique horizontal.*

➤ **Les outils de friction** : un outil non consommable en acier qui contient un épaulement (20mm Ø) sans borne qui contient un pion de (6 mm Ø) et de 3 mm de longueur réalisé au niveau de l'atelier d'usinage au département de Génie Mécanique. (Figure III.4).



**Figure III. 4** : l'outil FSP.

### III.2. La manipulation expérimentale :

#### III.2. .1. Élaboration des outils :

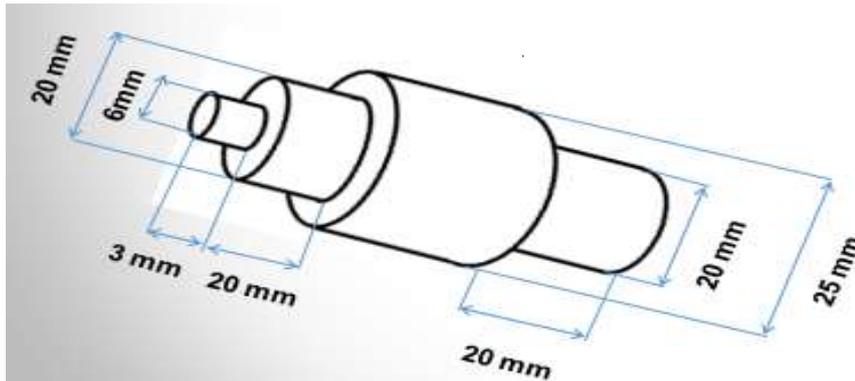
On prend une barre cylindrique (Ø 25 mm) d'acier XC 47 et on découpe des morceaux de 60 mm à l'aide d'une scie à métaux automatique au niveau de l'atelier d'usinage de département Génie Mécanique (figure III. 5).



**Figure III. 5** : scie à métaux automatique.

Après le découpage on passe à l'étape d'usinage des outils dans le tour d'usinage :

- **Le planage (dressage) :** on utilise un outil à dresser pour une diminution de la longueur pour avoir une surface plane sur les deux cotés de la pièce.
- **Le chariotage cylindrique :** pour l'usinage d'un épaulement (20 mm  $\varnothing$ ) on utilise un outil couteau pour avoir une diminution dans le diamètre. Et même chose on utilise l'outil couteau pour usiner le pion de l'outil. Un pion de (6 mm  $\varnothing$ ) et 3 mm de longueur. L'outil est représenté dans la figure III. 6.



**Figure III. 6:** *l'outil du FSP a fabriqué.*

Après avoir fabriqué l'outil pour une raison d'augmentation de ses propriétés mécaniques (la dureté...ect) en le traitant thermiquement. (Toutes ses étapes d'usinage sont réalisées au niveau de l'atelier d'usinage du département de Génie Mécanique).

### **II. 2. 2. Le traitement thermique effectué pour l'outil :**

**Trempe à l'huile :** un chauffage à une température de 900°C avec un maintien pendant 30 min pour obtenir l'état martensite avec refroidissement par immersion dans l'huile.

**Le revenu :** consiste au chauffage au dessous de AC1 dans notre cas une température de 300°C avec maintien d'1 heure durée suffisante, suivi d'un refroidissement qui peut-être relativement rapide (refroidissement à l'air).

### **III. 2. 3. Découpage de la tôle :**

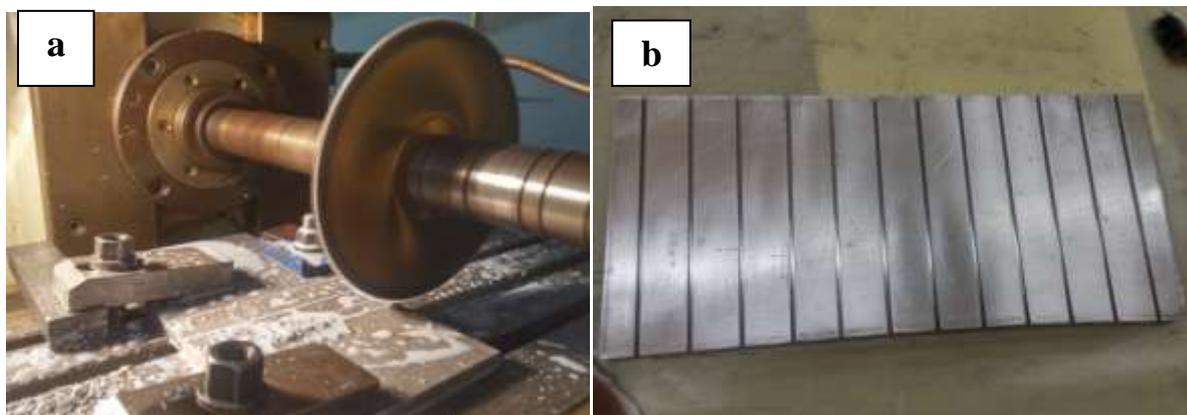
Le découpe de la tôle est réaliser dans une fraiseuse horizontal automatique à l'aidé d'une lame circulaire de 2 mm d'épaisseur (figure III. 7).



**Figure III. 7 :** *le découpage de la tôle.*

#### **III.2. 4. L'usinage des rainures sur la surface de la tôle :**

Pour l'usinage des rainures sur la tôle on utilise la fraiseuse horizontale automatique a l'aidé d'un lame de coupe circulaire de 2 mm d'épaisseur etavec un jet d'eau (lubrifiant) pour la lubrification et pour éviter l'affectation thermique de la tôle.On réalise des rainures de 3 mm de profondeur et 2 mm de largeur sur la surface de la tôle et entre une rainure et une autre une distance de 20 mm pour la configuration 1<sup>er</sup> et pour la 2<sup>eme</sup> configurationde 2 rainures entre chaque rainure on àune distance de 10 mm (figure III. 8).



**Figure III. 8 :** *a)Fraiseuse horizontale automatique d'usinage (l'usinage de la tôle).b) la tôle après l'usinage des rainures.*

### III.2. 4. Préparation de la surface de la tôle pour le traitement :

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

### III.2. 5. Remplissage de la poudre :

Le remplissage des rainures se fait en deux méthodes différentes :

- i. Remplir les rainures en poudre de la phase MAX ( $Ti_3SiC_2$ ) avec un bon compactage (figure III. 9. a).
- ii. La méthode de fermeture des rainures, après avoir rempli les rainures en poudre de la phase MAX ( $Ti_3SiC_2$ ) avec compactage. La rainure est fermée à l'aide d'un outil non consommable qui ne contient pas un pion à l'épaulement (figure III.9. b) et à cause de la chaleur générée lors de la friction entre l'épaulement plat de l'outil et la surface de la tôle qui subit une déformation plastique et est fermée pour faciliter aux particules de ne pas s'envoler ou s'échapper de la rainure pendant l'FSP.



**Figure III. 9 :** a) remplissage de la poudre dans les rainures. b) outil sans pion.

### III.2. 6. Le procédé FSP :

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

Le montage nécessaire pour l'élaboration du procédé FSP est représenté dans la figure III. 10, et pour cela on fixe la tôle d'aluminium sur la table de la fraiseuse à l'aide d'un bridage, avec le montage de l'outil qui doit être fixe dans le mandrin de la fraiseuse à l'aide d'un porte-outil.

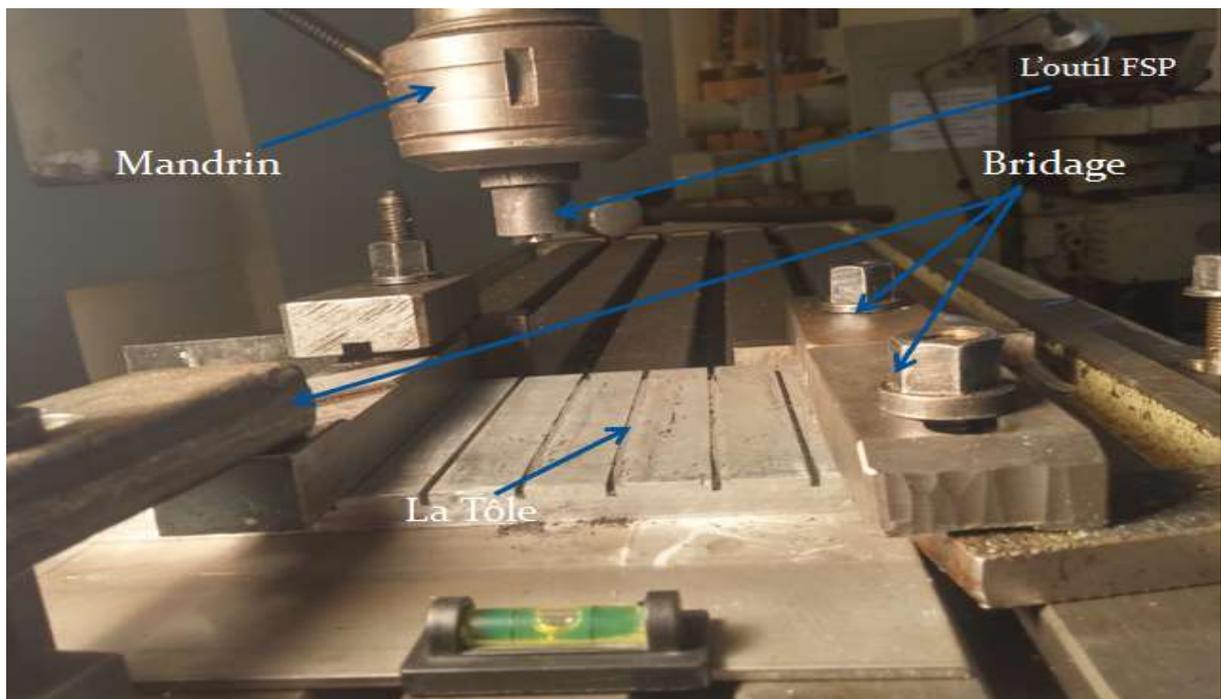


Figure III. 10 : le montage expérimental.

### III.2. 7. Les paramètres et les configurations appliqués dans le procédé FSP :

Dans notre travail d'élaboration de procédé FSP on a travaillé sur 4 configurations différentes et pour chaque configuration on a effectué 2 essais (1 passe et 3 passe).

- **1 passe** : c'est de faire passer l'outil FSP une seule fois.
- **3 passes** : c'est de faire passer l'outil FSP en 3 passes, on fait passer l'outil FSP pour le 1<sup>er</sup> passe après pour le 2<sup>ème</sup> passe et on termine par un 3<sup>ème</sup> passe.

Les paramètres et les configurations sont représentés dans le tableau III. 2.

Paramètres de procédé	Vitesse de rotation $V_R$ (rpm)	Vitesse d'avance $V_a$ (mm/s)	Angule de tilt ( $\theta^\circ$ )	Nombre de passage
1Rainure fermé	1400	35	2°	1 passe 3 passes
1Rainure ouvert	1400	35	2°	1 passe 3 passes
2Rainures fermés	1400	35	2°	1 passe 3 passes
2Rainures ouvert	1400	35	2°	1 passe 3 passes
Témoins FSP sans poudre	1400	35	2°	1 passe 3passes

Tableau III. 2 :paramètres de procédé FSP.

### III.2. 8. Les étapes d'élaboration du procédé :

**i. La pénétration de l'outil :** pendant que l'outil tourne à une vitesse de rotation de 1400 rpm, le pion de l'outil est forcé dans la tôle (pénétrant dans la tôle pour une épaisseur de 3 mm) et l'épaulement entre en contact avec la surface de la tôle. Le frottement entre l'outil et la surface de la tôle génère une chaleur qui ramolli le matériau (AA2024 T3) sans atteindre la température de fusion du matériau (une déformation plastique du matériau).

**ii. Le déplacement de l'outil :** l'outil FSP rotatif est transversal selon la direction souhaitée avec une vitesse d'avance de 35 mm/s selon le long de la rainure. La rotation du pion fait l'action d'agitation du métal de base ramolli et un chauffage est produit par le frottement de l'épaulement rotatif et la surface de la tôle ce qu'il rend le matériau subi une déformation plastique intense produisant une dynamique structure cristalline fine.

**iii. Le dégagement de l'outil :** à la fin de la zone traitée (extrémité de la tôle) l'outil remonte verticalement à la même vitesse de rotation initiale.

Les étapes d'élaboration sont schématisées dans la figure III. 11.



a

*1<sup>er</sup> étape : pénétration de l'outil.*



b

La Zone Traitée

*2<sup>eme</sup> étapes : le déplacement de l'outil selon la transversal de la tôle.*



c

*3<sup>eme</sup> étapes : dégagement de l'outil.*

**Figure III. 11:** les étapes d'élaboration. *a) pénétration de l'outil. b) déplacement de l'outil selon la transversal de la tôle. c) dégagement de l'outil.*

**III.2. 9. Les surfaces traitées selon chaque configuration :**

Les configurations	Surfaces des zones traitées
<b>1 rainure fermée à 1 passe.</b>	
<b>1 rainure fermée à 3 passes.</b>	
<b>1 rainure ouverte à 1 passe.</b>	
<b>1 rainure ouverte à 3 passes.</b>	
<b>2 rainures fermées à 1 passe.</b>	
<b>2 rainures fermées à 3 passes.</b>	
<b>2 rainures ouvertes à 1 passe.</b>	
<b>2 rainures ouvertes à 3 passes.</b>	

### III.3. Préparation des échantillons :

**III.3. 1. Le découpage des zones traitées :** pour le découpage des zones traitées on a utilisé une fraiseuse automatique horizontale avec un jet d'eau (lubrifiant) et à l'aide d'une lame circulaire de 2 mm d'épaisseur au niveau d'atelier d'usinage du département de génie mécanique.

Le découpage a été fait dans le plan transversal de la zone de traitement par friction-malaxage (figure III. 12. a). Après avoir découpé chaque zone de traitement selon chaque configuration on découpe des échantillons de 20.20 mm<sup>2</sup>. Le début et la fin de la zone traitée ont été évités car ils présentaient des irrégularités les échantillons sont représentés dans la figure III. 12. b.



**Figure III. 12 :** *a) les coupes des zones traitées. b) les coupes des échantillons.*

### III.3. 2. Le polissage mécanique des échantillons :

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

- **Surfaçage :** le but du surfaçage est d'éliminer les défauts engendrés par le découpage et rendre l'échantillon parfaitement plane.
- **Pré-polissage :** il doit diminuer fortement la zone écaillée par le surfaçage et laisser sur la surface des rayures très fines et uniformes. Le pré-polissage a été réalisé à

l'aide d'une polisseuse Metasinx à double plateau (figure III. 13) au niveau du labo science des matériaux (SDM) département Génie Mécanique avec des papiers abrasifs de granulométrie de plus en plus fine (P80. P400.P600. P800. P1200).



**Figure III. 13** :polisseuse double plateau.

Et pour éliminer les rayures observées sur la surface de polissage on a effectué un autre polissage avec un papier abrasif (P2000. P4000) au niveau du Centre de Recherche en Technologie Industrielle (CRTI) à l'aide d'une polisseuse Struers LaboPol-25 (figure III. 14).



**Figure III. 14** :polisseuse double plateau.

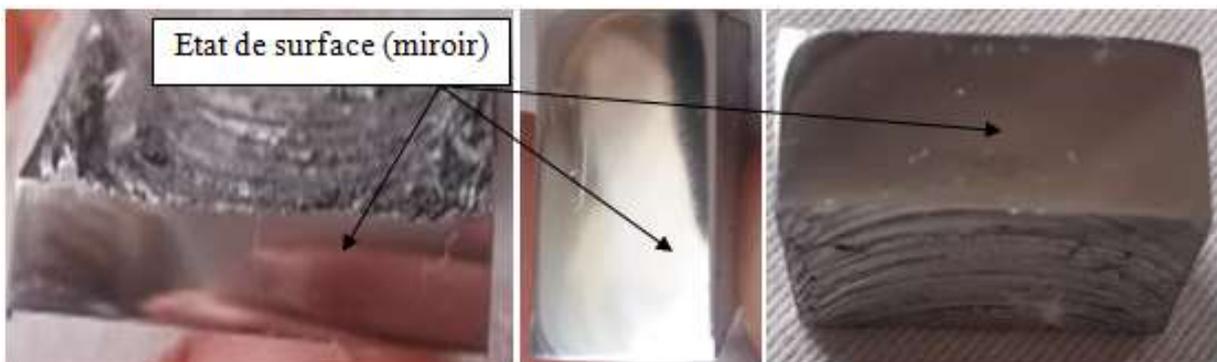
- **Le polissage de finition** : permet l'obtention du poli miroir à l'échelle microscopique. On a effectué cette étape sur un drap textile avec une patte diamanté de granulométrie 6  $\mu\text{m}$  et 3  $\mu\text{m}$ . le polissage de finition a été réalisé à l'aide d'une polisseuse

automatique Mecatech Z64 (figure III. 15) située au niveau de Centre de Recherche en Technologie Industriel (CRTI).



**Figure III. 15 :** *polisseuse automatique.*

Les échantillons en état miroir après la finition de polissage (figure III. 16).



**Figure III. 16 :** *échantillons après polissage.*

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

### III.4. La caractérisation des échantillons :

#### III.4. 1. La caractérisation optique :

##### ➤ La Microscopie Optique :

Il s'agit d'une observation de la surface moyennant des agrandissements allant de 50 à 1000. Dans un microscope optique la lumière (composée de photons) passe à travers un condenseur enfin lumineux en un rayon de lumière. La lumière ainsi focalisée traverse l'échantillon. La lentille de l'objectif permet un premier agrandissement (entre x5 et x100) puis la lentille l'oculaire apporte un deuxième grossissement (en général x10) et l'œil reçoit enfin l'image agrandie. L'agrandissement final correspond au produit des deux grossissements des deux lentilles de verre la figure III. 17 représente le principe d'un microscope optique.

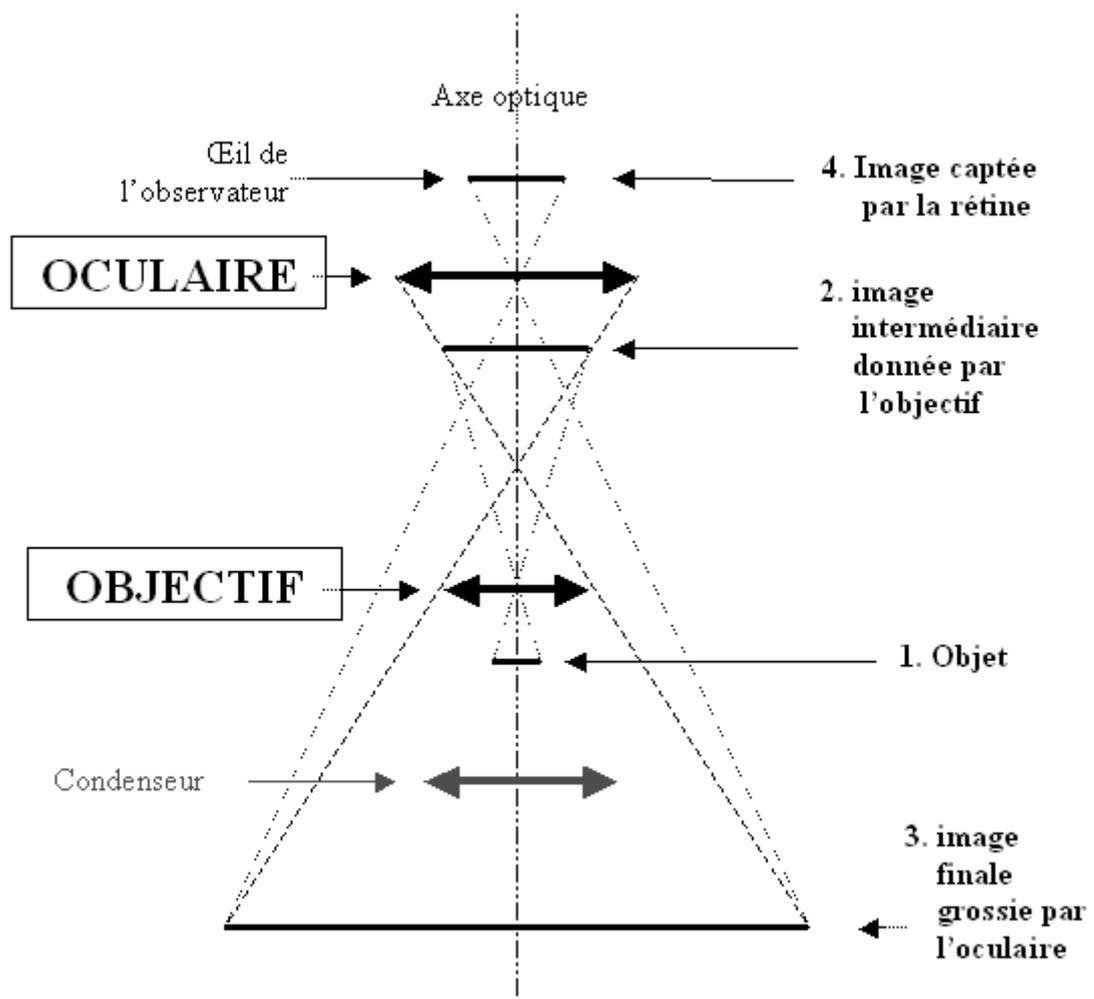


Figure III. 17 :schéma du principe d'un microscope optique Nikon Eclipse.

La qualité de l'image dépend du pouvoir de résolution du microscope qui est en grande partie liée à la qualité des lentilles grossissantes et également à la longueur d'onde de

la lumière ( $0.4\mu\text{m} - 0.7\mu\text{m}$ ). La limite de résolution du microscope standard est de  $0.22\mu\text{m}$ , ce qui permet au final un agrandissement possible de 1000 fois sans perte de qualité. En dessous de cette limite de résolution le microscope optique ne permet pas d'avoir une image correcte.

L'examen micrographique des échantillons a été effectué à l'aide d'un microscope optique Nikon ECLIPSE LV100ND. Les clichés sont obtenus par l'intermédiaire d'une caméra en couleur Nikon .... Figure III. 18.

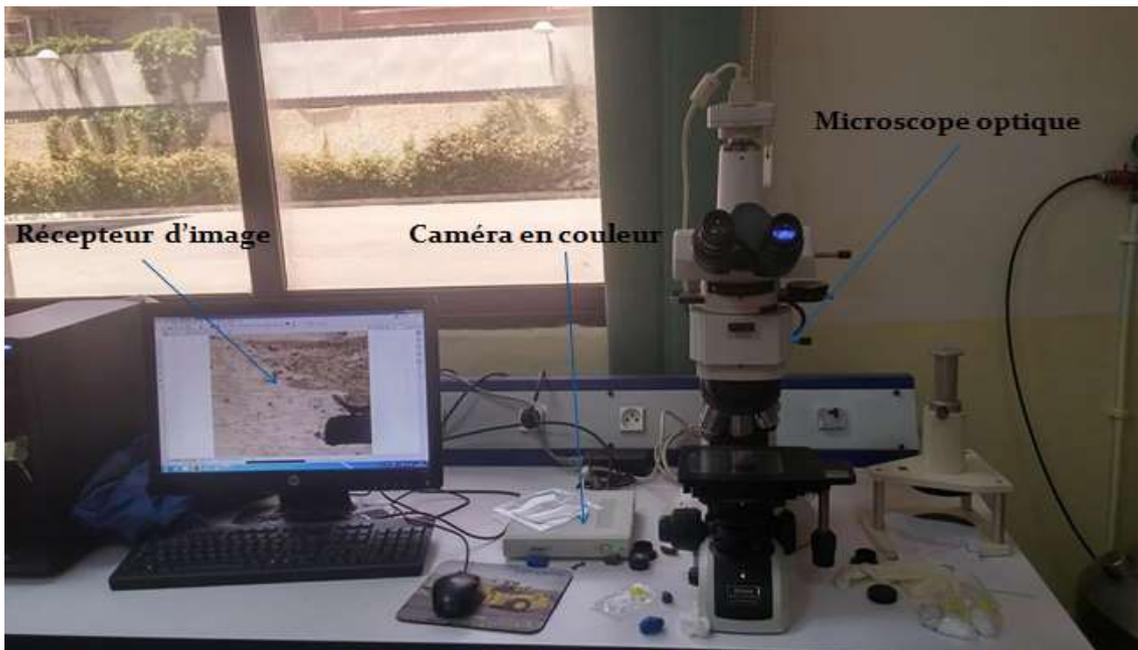


Figure III. 18 : l'équipement utilisé pour examiner la micrographie des échantillons.

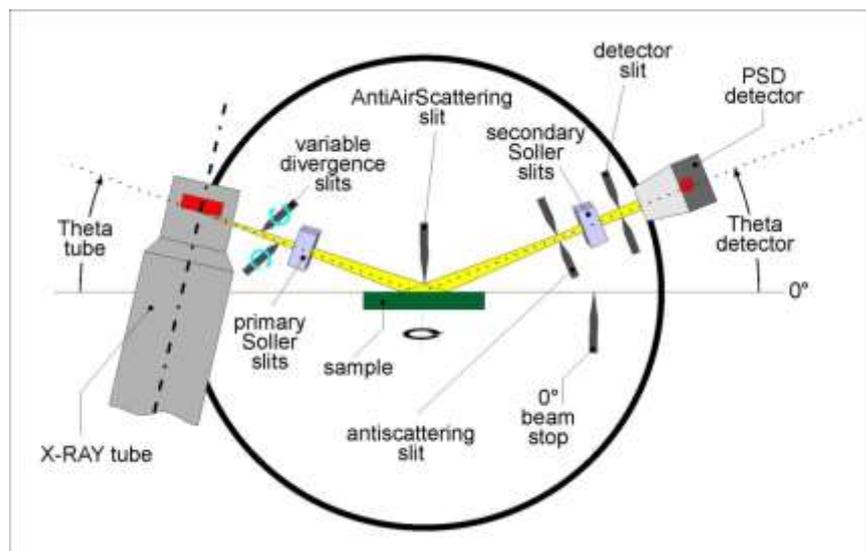
#### III.4. 2. La diffraction des rayons X :

La diffraction des rayons X (DRX) a été utilisée pour l'identification et la caractérisation structurale des phases cristallines présentes dans les différents échantillons, que ce soit à l'état de poudre (phase MAX  $\text{Ti}_3\text{SiC}_2$ ) ou à l'état massif (surface composite élaboré AA2024T3/ $\text{Ti}_3\text{SiC}_2$ ). Le principe de cette méthode est basé sur l'interaction élastique d'une onde plane de rayons X (RX) avec la matière cristallisée. La technique consiste donc à envoyer un rayonnement X sur la surface de l'échantillon suivant une direction connue et à récolter les rayonnements diffractés le schéma du principe est représenté dans la figure IV. 19.

En considérant  $\theta$  l'angle entre la direction du rayonnement  $X$  et la surface de l'échantillon, la condition de diffraction par une famille de plans d'indices de Miller (hkl) s'exprime par la loi de Bragg :

$$n \lambda = 2 d(hkl) \sin \theta$$

où  $\lambda$  est la longueur d'onde du rayonnement utilisé,  $d(hkl)$  la distance interréticulaire entre les plans de la famille (hkl) et  $n$  l'ordre de diffraction.



**Figure III. 19 :** principe de la diffraction des rayons X (DRX).

Les analyses par DRX de nos échantillons ont été effectuées en utilisant un diffractomètre de type Bruker D8 Advance (figure III. 20) au niveau du Centre de Recherche en Technologie Industriel (CRTI) à l'aide d'un Diffractomètre Bruker D8. Le bruit de fond et la raie  $K\alpha_2$  du cuivre ont été supprimés pour tous les diffractogrammes.

➤ **Caractéristiques techniques et réglages utilisés :**

Goniomètre à géométrie "Bragg-Brentano" en  $\alpha$ - $\alpha$  (l'échantillon reste toujours horizontal) :

- Diamètre de focalisation : 500 mm.
- Tube à rayons X "Céramique" à anode Cu.
- Alimentation du tube : 40 kV & 40 mA.

- Détecteur Bruker Lynxeye XE à dispersion d'énergie, ouverture à  $3^\circ$ , 192 canaux.
- Passeur automatique à 5x15 échantillons (2 chargeurs de 15 actuellement).
- Possibilité de rotation continue ou de positionnement précis en Phi de l'échantillon ("spinner").
- Domaine angulaire exploitable de  $0.5^\circ$  à  $150^\circ$  (en  $2\alpha$ ).

➤ **Fentes d'entrée :**

Fente de divergence variable (à partir de  $0.1^\circ$ ). Fentes de Soller.  
Dispositif Anti-diffusion aux petits angles (KEC : Knife Edge Cutter)escamotable manuellement.

➤ **Fentes de sortie :**

- Fentes de Soller.
- Filtre nickel (Ni 0.5).
- Ouverture en standard de  $3^\circ$  sur Lynxeye XE.

➤ **Paramètres utilisés dans notre caractérisation :**

pas	Anode	Tension (Kv)	Courant (mA)	$2\theta$	$\lambda$ (Å)
$0.005^\circ$	Cu	40	40	$16.66^\circ - 140.4^\circ$	1.5406



Figure III. 20 : diffractomètres de type Bruker D8 Advance.

### III.4.3. Caractérisations tribologiques :

Le comportement tribologique n'est pas une propriété intrinsèque des matériaux mais dépend des caractéristiques mécaniques et structurales de deux matériaux en contact. Les essais d'usure ont été réalisés à l'aide d'un tribomètre rotatif (TRIBOtechnic Pin On Disc and oscillating TRIBOtester) au niveau du Centre de Recherche en Technologie Industriel (CRTI) (figure III. 21).

Les résultats exploitables sont la courbe du coefficient de frottement correspondant aux matériaux du couple surface d'échantillon-bille, les pistes usées qui vont être le point de départ pour l'étude de l'usure. La courbe du coefficient de frottement donnée par le logiciel renseigne notamment sur les variations au cours de l'essai, ce qui doit permettre d'identifier différentes phases de l'essai, le taux d'usure est calculé à l'aide du logiciel couplé avec le tribomètre. Et d'autre part on calcule la valeur de la perte en masse après avoir pesé l'échantillon avant et après chaque test à l'aide d'une balance numérique.



**Figure III. 21** : Tribomètre rotatif.

Le tribomètre utilisé pour étudier la tenue à l'usure des échantillons est un dispositif de frottement « bille sur plan ». Ce dispositif possède deux mouvements possibles, le mouvement alternatif et un mouvement de rotation classique employé pour notre étude. Le bras supérieur (porte-bille) peut être motorisé par un système de positionnement vertical avec un capteur de position et un système de positionnement latéral avec un autre capteur de position. Sur ce

micro-tribomètre, la force de frottement dynamique et le coefficient de frottement instantanés ont été mesurés en fonction de nombre des cycles des tests.

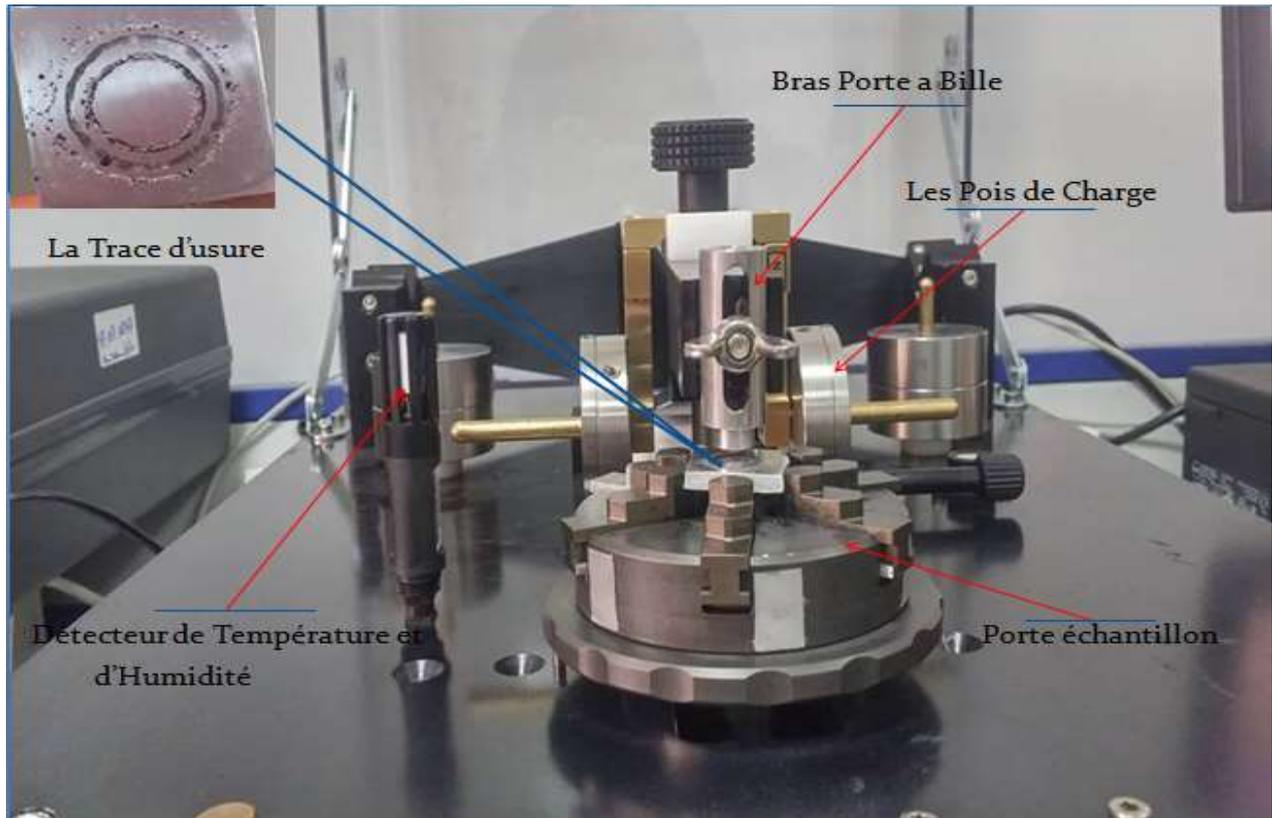
Les propriétés tribologiques d'usure (mouvement rotation) pour les différents échantillons ont été évaluées à l'aide d'un tribomètre (bille sur plan) muni d'un logiciel tribotester software, avec une humidité relative de 35,6 %, à une température de 22,4°C et un état non lubrifié. La bille en acier 100Cr6 de 6 mm de diamètre, et de module d'Young 205 GPa a été choisie comme antagoniste afin d'éviter des réactions chimiques supplémentaires. Pour nos essais, les paramètres expérimentaux sont représentés (Tableau III. 3). Une photographie de l'appareillage utilisé est présentée dans la figure III. 22.

Les principaux composants du système tribotechnic sont les suivants :

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

Conditions de travail	Charge (4N)	Charge (7N)
Rayon (mm)	6	4
Vitesse de rotation (mm/s)	150	150
Distance parcourir (m)	300	300
Température (°C)	22,4	22,4
Humidité (%)	35,6	35,6
Echantillon	Alliage d'aluminium (AA2024 T3) surface composite AA2024T3/Ti <sub>3</sub> SiC <sub>2</sub> .	
Bille	Acier 100Cr6 (Ø 6 mm).	

**Tableau III. 3 :** conditions et paramètres de travail.



**Figure III. 22:** *Système Triboteste.*

#### **III.4. 4. Microscopie électronique à balayage (M.E.B) :**

La microscopie électronique à balayage est actuellement la méthode la plus utilisée pour observer la microstructure et caractériser les matériaux.

Le principe général consiste à envoyer un faisceau d'électrons qui interagit avec l'échantillon (figure III. 23). En réponse, l'échantillon renvoie plusieurs rayonnements spécifiques qui sont détectés et analysés selon la technique choisie. En microscopie électronique à balayage (MEB) on travaille sous vide primaire avec toutes sortes d'échantillons sans préparation particulière. Le dépôt d'un film conducteur d'or ou de carbone est parfois nécessaire si l'on veut observer des échantillons isolants. Un faisceau d'électrons est produit au sommet de l'appareil à l'aide d'un canon à électrons. Ce canon est placé dans une colonne maintenue sous vide et les électrons sont obtenus en chauffant un filament de tungstène. Le faisceau d'électrons primaire ainsi formé suit un chemin vertical dans la colonne du microscope. Il est ensuite focalisé sur l'échantillon grâce à des lentilles électromagnétiques et des bobines défectrices. Les électrons secondaires permettent de distinguer les détails de la topographie de surface de l'échantillon. Les électrons rétrodiffusés

permettent d'en observer le contraste chimique. Lorsque le faisceau entre en interaction avec l'échantillon, les électrons secondaires sont recueillis par les détecteurs placés à cet effet et le signal obtenu est ensuite analysé et transformé en signal visuel.

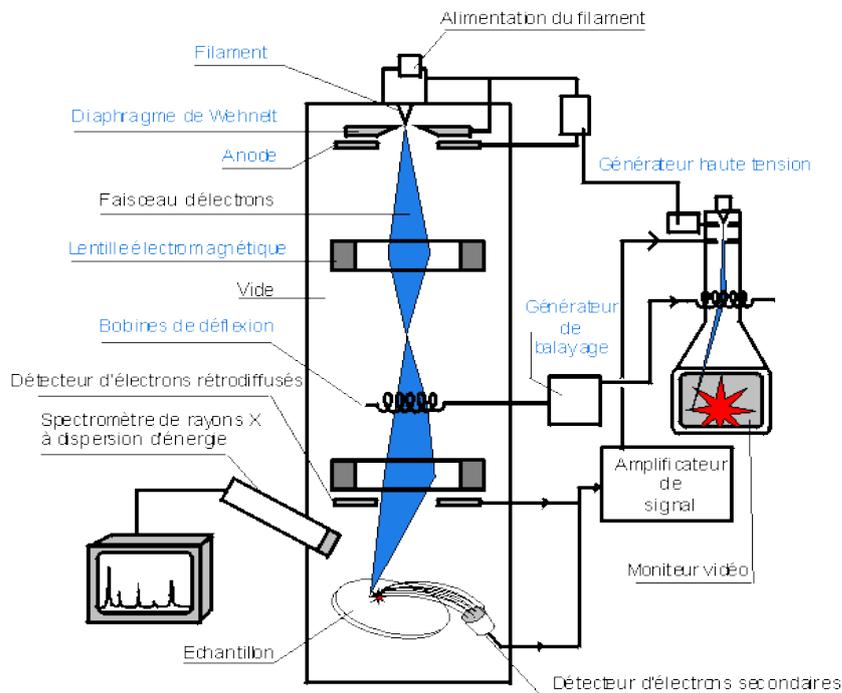


Figure III. 23 :schéma du principe MEB.

- **Spectroscopie X à dispersion d'énergie (EDS) :**

Le spectre X émis par un échantillon bombardé par un faisceau d'électrons peut être analysé grâce à la spectroscopie à dispersion d'énergie EDS (Energy Dispersive Spectroscopy). Couplé au MEB, les détecteurs EDS permettent de faire des analyses chimiques de surface, qualitatives et quantitatives avec une pénétration d'environ quelques micromètres variant selon l'énergie du faisceau d'électrons incidents et le matériau étudié. Le détecteur EDS se présente sous forme d'un monocristal de silicium dopé partiellement au lithium. Son positionnement adéquat permet de récolter un maximum de photons X caractéristiques, émis lors du changement de niveau d'énergie des électrons (désexcitation)

Un logiciel permet de traiter le spectre obtenu et de déterminer les proportions massiques et atomiques des éléments détectés. Ainsi avec cette analyse, la composition répartition des éléments d'addition sur la surface peut être calculée. Des analyses par EDS ont été systématiquement réalisées sur différentes zones.

L'analyse chimique par EDS a été réalisée à l'aide d'un microscope électronique de marque Gemini SEM 300 du Centre de Recherche en Technologie Industriel CRTI (Figure II.24).



**Figure III. 24:** *Microscope électronique à balayage.*

#### **III.4. 5 caractérisations mécaniques :**

##### **III.4. 5. 1. Essais de dureté**

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

Plusieurs types d'essais sont couramment utilisés, leur principe est le même ils ne diffèrent que par la forme de pénétrateur utilisé : essai Brinell, essai Rockwell, essai Shore et l'essai Vickers.

➤ **Essais Dureté Vickers Hv :**

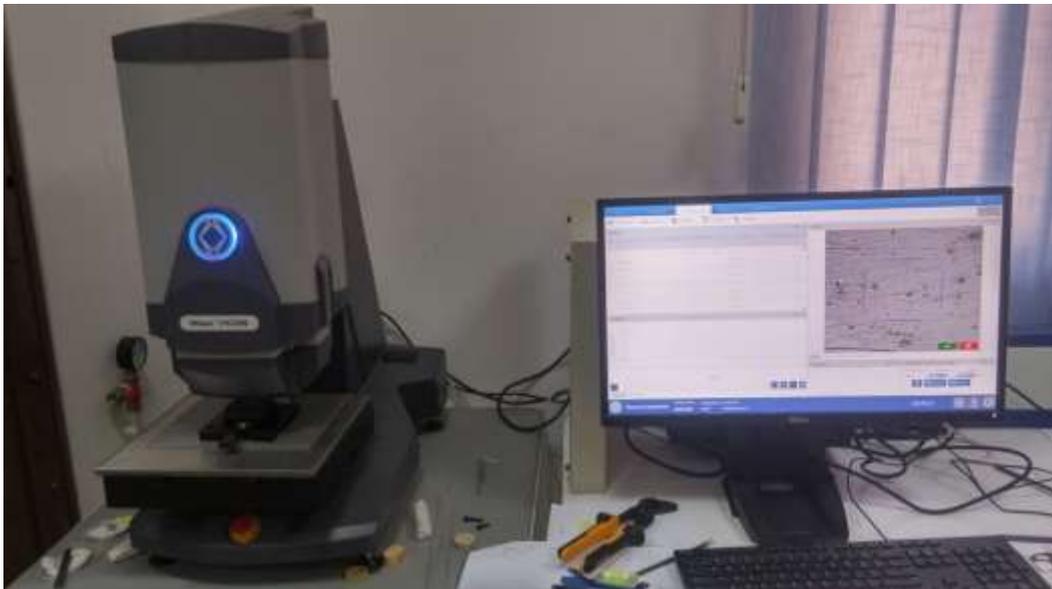
Le pénétrateur est une pyramide en diamant, à base carré et d'angle au sommet entrefaces opposées égal à  $136^\circ$ . L'empreinte est une pyramide en creux de diagonale moyenne  $d$  (en mm, moyenne des deux diagonales du carré de base, mesuré à l'aide d'un appareil optique approprié), (figure III. 24). La charge d'essai  $F$  (N) est choisie dans une gamme normalisée. La dureté est donnée par le rapport de  $F$  (en kg force à l'origine) à la surface latérale de l'empreinte pyramidale, exprimé sans dimension. Dans notre essai on utilise un duromètre INNOVATEST, avec une charge appliquée de 10 kg.



**Figure III. 24 : duromètre.**

### III. 4. 5. 2. Essais Micro-dureté Vickers :

Des mesures de micro-dureté ont été réalisées sur les 7 échantillons avec une machine de micro-dureté automatique Vickers (figure III. 25). La force appliquée est de 100 g pendant 10 secondes sur 2 profils horizontal le 1<sup>er</sup> est à 1 mm de la surface de traitement selon l'épaisseur et une autre ligne à 2mm de la surface de traitement selon l'épaisseur de l'échantillon avec un pas de 0.3 mm et autre profile vertical dans le noyau pour une épaisseur de 4.5 mm avec un pas de 0.3 mm. La force a été vérifiée sur les zones traitées ont été sélectionnées. Les indentations ont été faites sur une ligne horizontale de la zone traitée de manière à cibler toutes les zones (ZAT, ZATM, Noyau) de la surface composite (AA2024 T3/Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>) afin de comparer la dureté.



**Figure III. 25 :** *microduromètre automatique.*

# Chapitre IV.

---

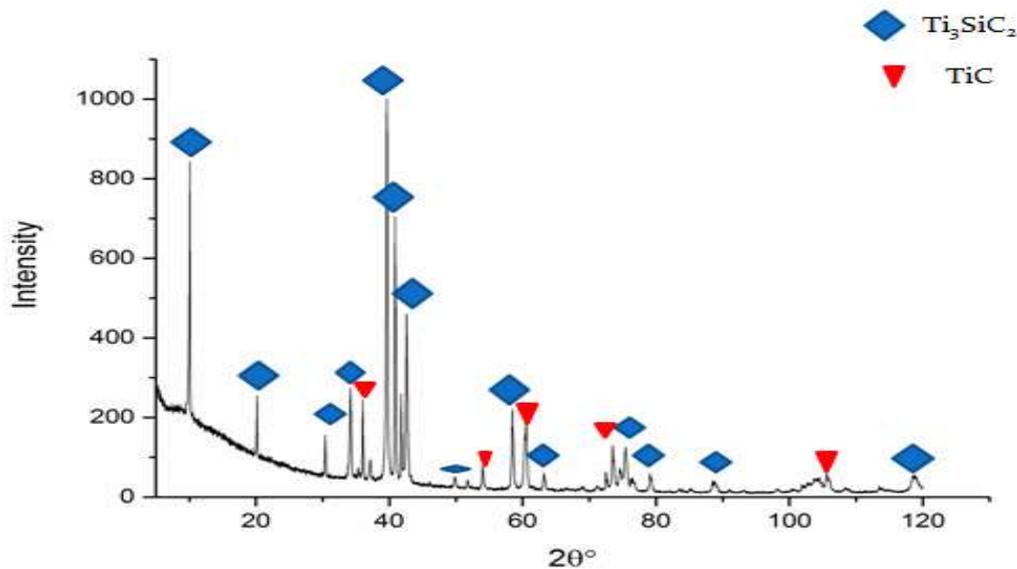
Discussion des Résultats.

## IV.1. Identification des Phases :

### IV.1. 1. Diffraction des Rayons X du la Phase MAX $Ti_3SiC_2$ :

La poudre du  $Ti_3SiC_2$  nous a été remise par l'équipe de MAX MXene research group de Drexel university, par le Dr.M.W.Barsoum, élaboré par la société MAXTHAL. La granulométrie de la poudre été de 34  $\mu m$ , et la seconde phase existante est le TiC.

La diffraction par rayons X de la poudre en question (figure IV.1) a confirmé la présence de deux phases  $Ti_3SiC_2$  majoritaire, et d'une phase minoritaire qui est le TiC, carbure de Titane. Ce dernier est inévitable lors de la synthèse de la phase MAX  $Ti_3SiC_2$ .



**Figure IV. 1 :** *diffraction des rayons X de la poudre  $Ti_3SiC_2$ .*

### IV.1. 2. Diffraction des Rayons X de l'alliage d'aluminium 2024 T3 :

La diffraction par rayons X de l'alliage d'aluminium utiliser (figure IV.1) dans ce travail à confirmer que le type d'alliage d'aluminium est de 2024 T3, par la présence de la seconde phase  $Al_2Cu$  (les précipites durcissants).

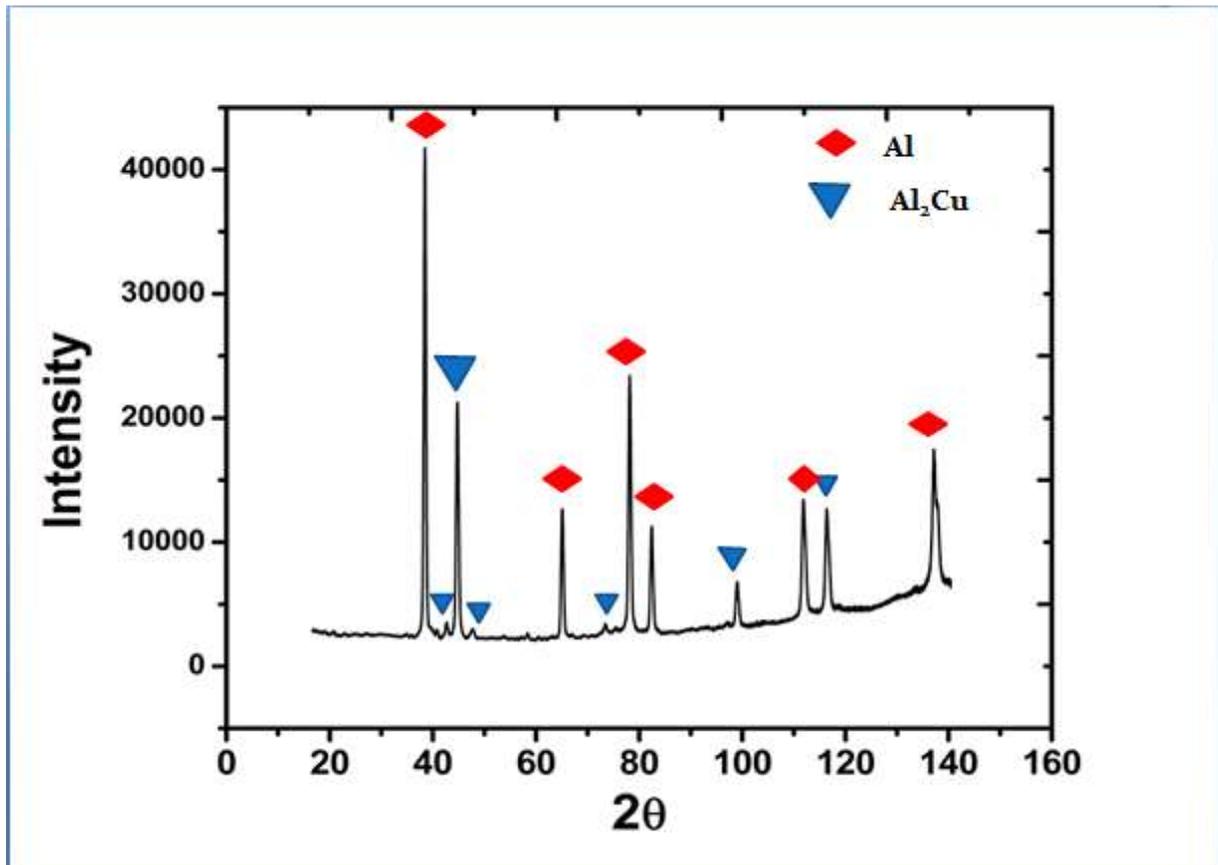
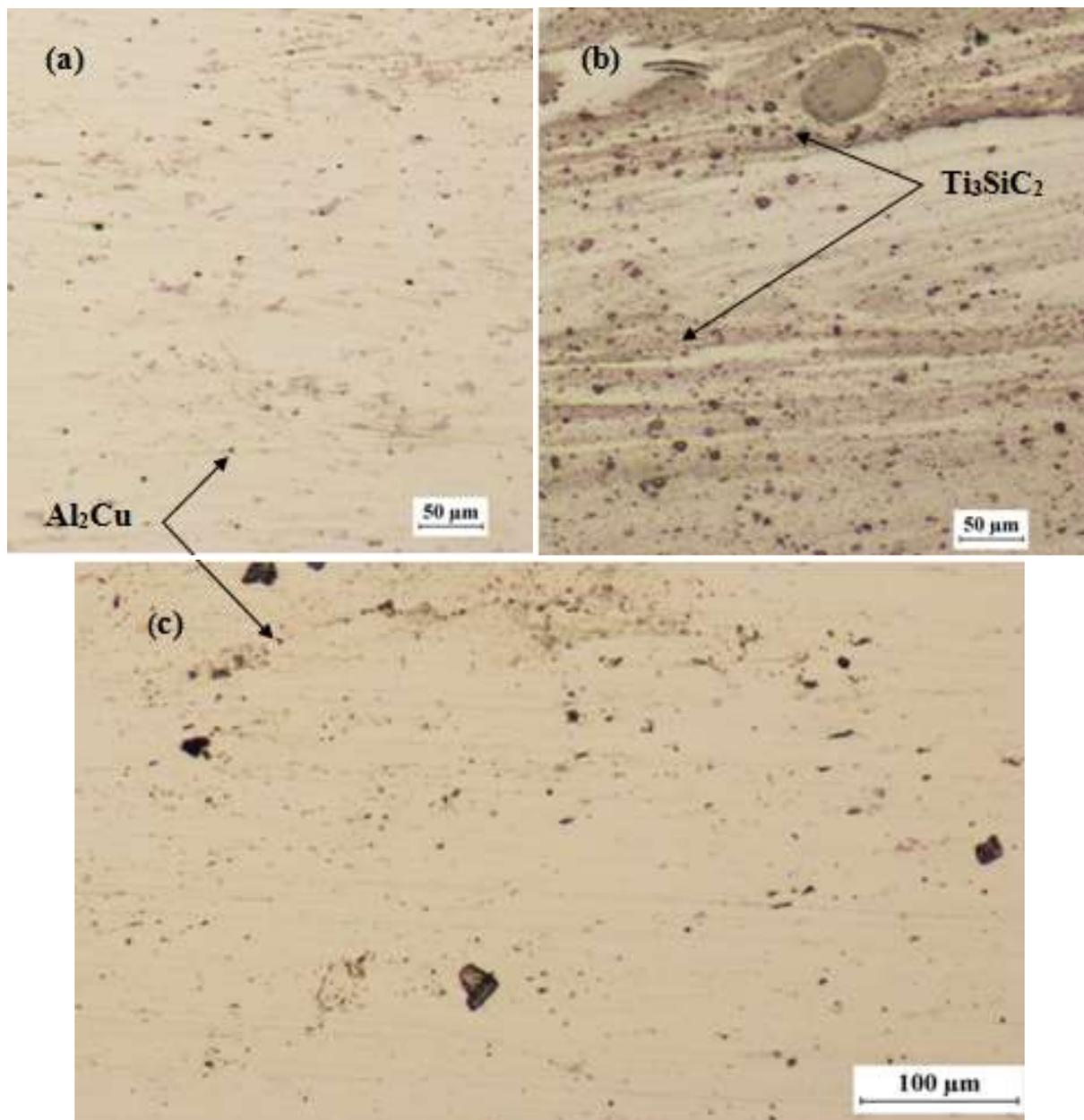


Figure IV. 2 : diffraction des rayons X de la tôle AA2024 T3.

## IV.2. Microstructure :

### IV.2. 1. Microstructure sans attaque chimique :

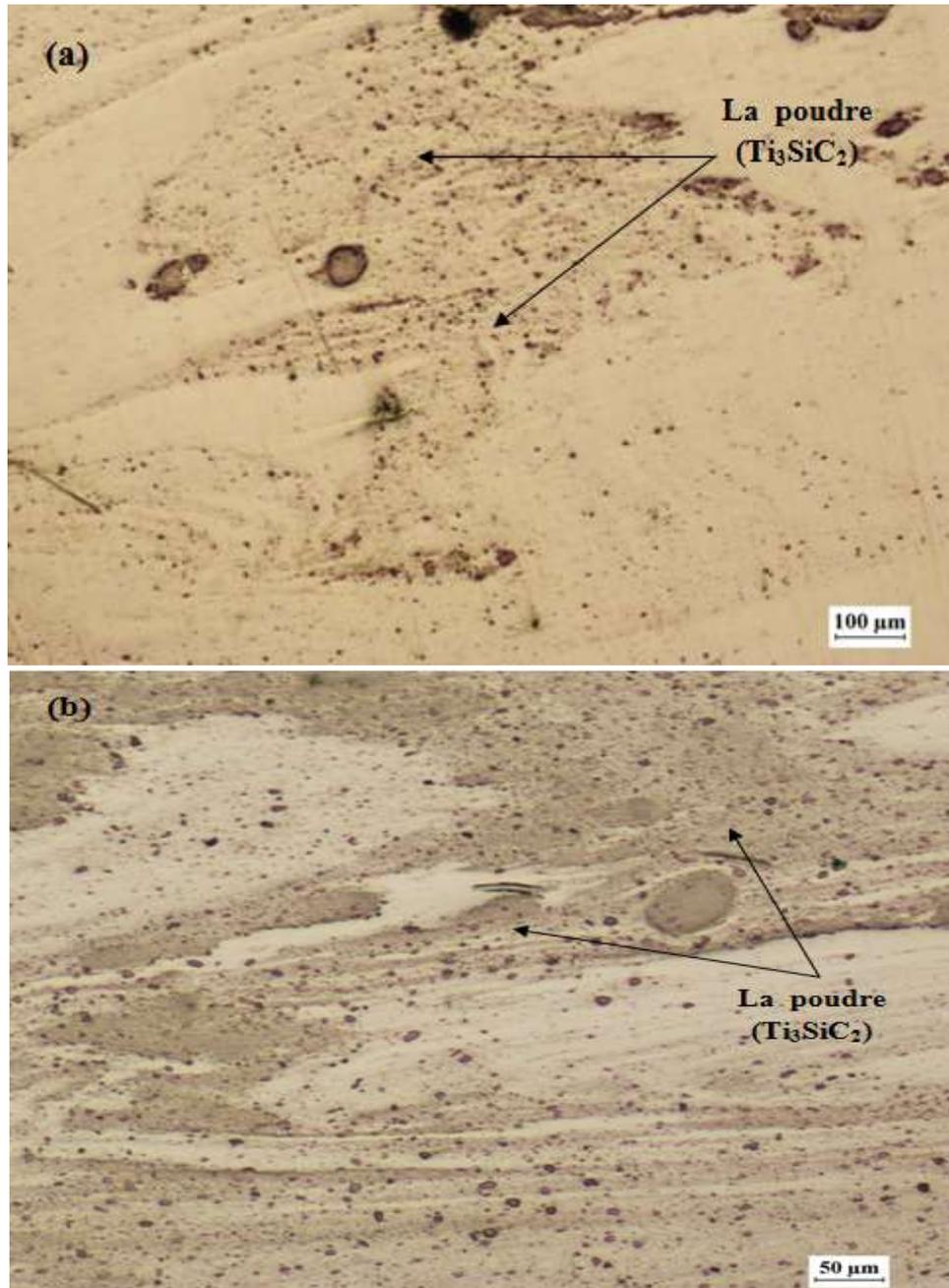
La microstructure des échantillons observés par microscopie optique (figure IV.3) des différentes configurations élaborées est globalement la même avec la présence de la phase MAX ( $Ti_3SiC_2$ ) et seconde phase  $Al_2Cu$  de AA2024 T3. D'après la taille approximative des grains du  $Ti_3SiC_2$  qui est environ 9-15  $\mu m$ , il est remarqué que la taille des particules a diminué significativement ce ci est due à l'effet du malaxage et le broyage durant le FSP des composites.



**Figure IV.3 :** micrographie optique. -a) AA2024 T3 métal de base (Témoïn)-b) AA2024 T3/ $Ti_3SiC_2$  (échantillon traité) -c)AA2024 T3 /FSP sans poudre.

La microstructure observée par la microscopie optique dans l'échantillon traité par le FSP sans poudre est globalement la même avec celle de témoins AA2024 T3, avec la présence de la seconde phase  $Al_2Cu$  donc on n'a pas une dissolution complète des précipités.

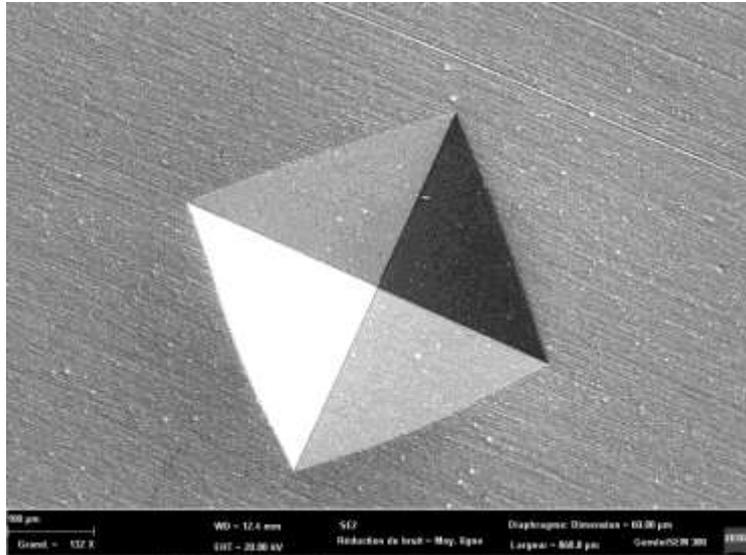
Pour la microstructure observé par la micrographie optique dans les échantillons traités on voit une différence dans la distribution de la Phase MAX  $Ti_3SiC_2$  (la poudre) entre la configuration d'un seul passage et celle de 3 passages qui a une meilleur distribution de la poudre phase MAX ( $Ti_3SiC_2$ ) la figure IV. 4 représente la différence dans la distribution de la poudre.



**Figure IV. 5 :** *micrographies optique différence dans la distribution de la poudre a) configuration avec un seule passage b) configuration avec 3 passages.*

### IV.3. Evaluation des propriétés mécanique :

#### IV.3. 1. Evaluation de la Dureté :



**Figure IV 5 :** *Micrographie au MEB d'une empreinte après l'essai d'indentation.*

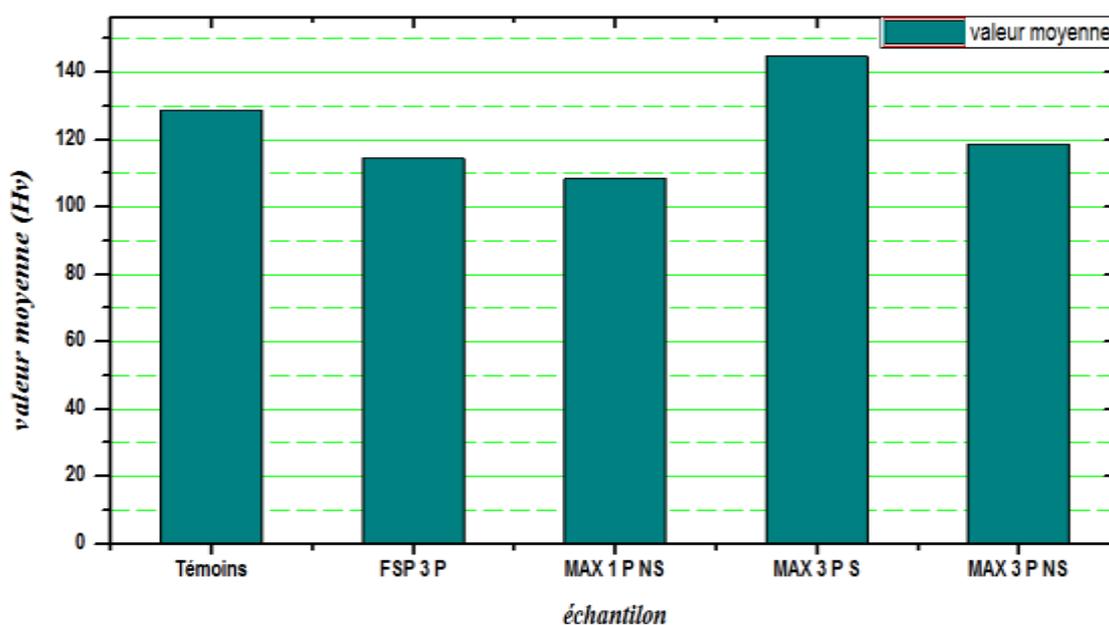
Pour évaluer la dureté de nos échantillons et s'assurer de l'effet de l'intégration de la phase MAX  $Ti_3SiC_2$  sur la dureté nous avons effectué une série d'essais de dureté Vickers Hv sur la totalité des échantillons étudiés, le Tableau IV. 1 représente les différentes valeurs de dureté Vickers Hv lors de nos essais pour chaque échantillon. la valeur moyenne a été calculée à partir de trois essais. L'essai de la dureté Hv sur le témoin AA2024 T3 nous a permis d'avoir une référence à laquelle on peut comparer les résultats des autres échantillons, il est donc apparent au cours de nos essais l'intégration de la phase MAX  $Ti_3SiC_2$  a directement contribué à l'augmentation de la dureté, par contre une chute de la dureté a été observé pour l'échantillon traité par FSP sans poudre, qui peut s'expliquer par la dissolution des précipités lors du procédé FSP qui provoque une diminution des propriétés mécanique de AA2024 T3.

La figure IV. 5 montre l'empreinte Vickers, qui indique la grande ductilité du matériau étudié.

**Tableau IV. 1 : Les valeurs de la dureté.**

échantillon	1 <sup>er</sup> essai (Hv)	2 <sup>eme</sup> essai (Hv)	3 <sup>eme</sup> essai (Hv)	valeur moyenne (Hv)
Témoin AA2024T3	128,2	130,2	127,9	128,76
AA2024T3/FSP 3P	114,3	114,9	114,4	114,53
AA2024T3/MAX 1P NS	101,8	128,2	95,5	108,5
AA2024T3/MAX 3P S	145,1	149	140,3	144,8
AA2024T3/MAX 3P NS	114,2	118	124,3	118,83

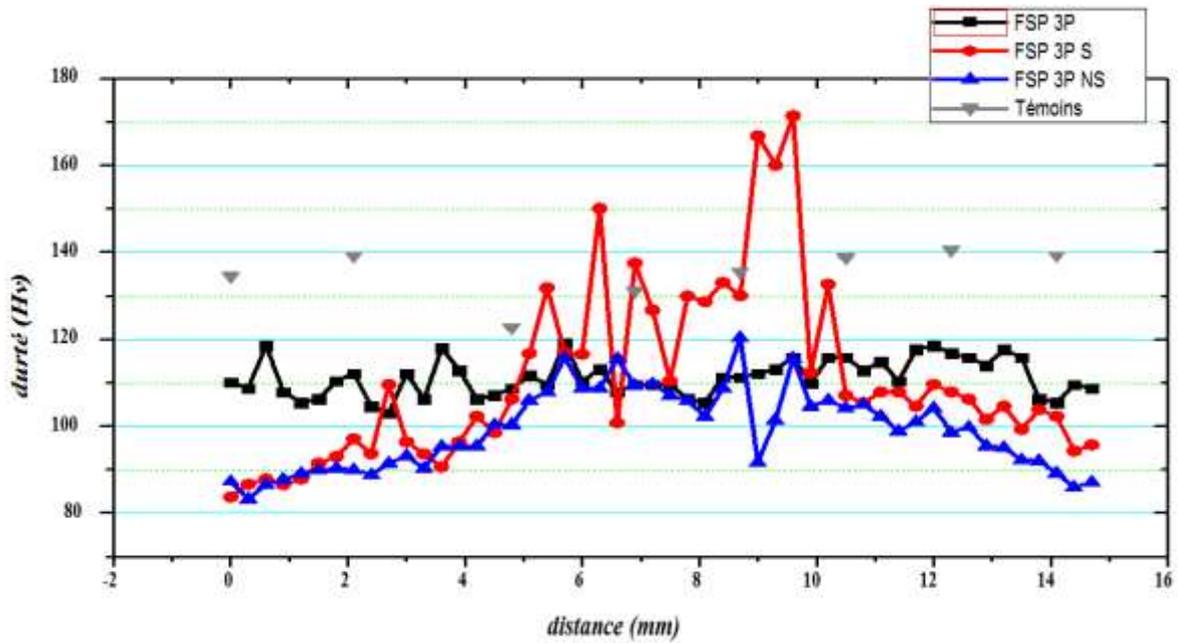
Les valeurs moyennes sont représenté dans la figure IV.6 sur l'histogramme suivant.



**Figure IV. 6 : histogramme de la dureté en fonction des échantillons.**

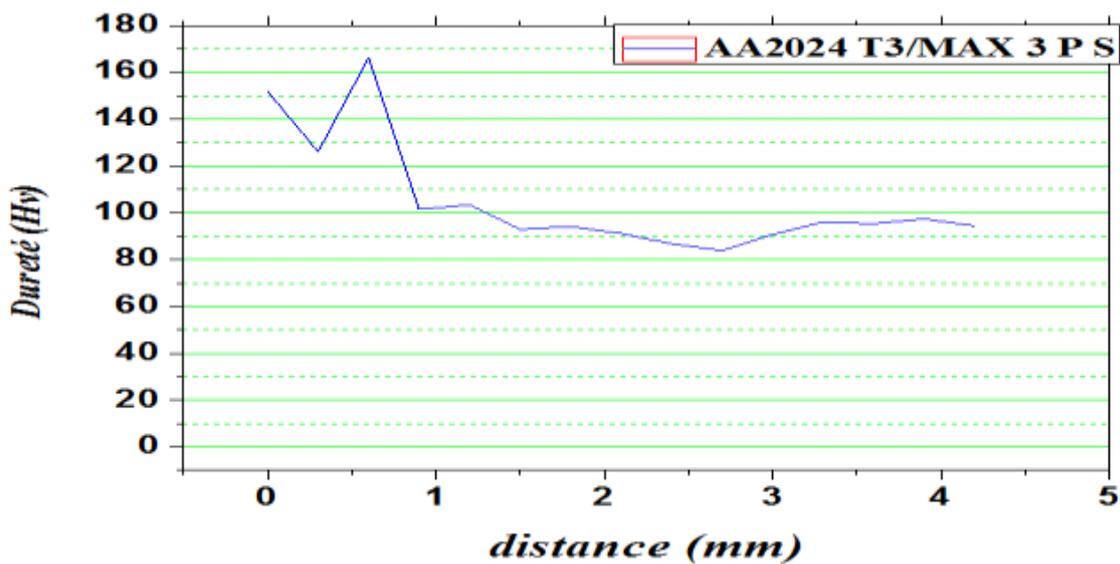
### IV.3. 2. Evaluation de la Micro-dureté Vickers :

Deux ligne d'un pat de 0.3 mm on été effectué sur les échantillons, une ligne horizontale de 1 mm de la surface traité et une autre ligne vertical au centre de la zone traité. La microdurté selon le profile horizontale de la zone traité augmente par rapport à celle du métal de base. Le profil de microdurté est présenté dans la figure IV. 7.



**Figure IV. 7 :** Les courbes d'évaluation de la micro-dureté.

La ligne verticale de la micro-dureté montre la distribution de dureté (figure IV. 8) qui diminue de haut en bas de l'épaisseur de la tôle. Donc on peut voir que la valeur de la micro-dureté augmente dans la surface traitée par l'intégration de la phase MAX  $Ti_3SiC_2$  par rapport à celle du métal de base en allant vers la zone non traitée. Cette dernière a subi un échauffement important qui a causé la diminution de la dureté de zones adjacentes de la surface traitée. Il est conclu que le traitement dans ce travail améliore les propriétés en surface des tôles traités et détériore la partie inférieure de la tôle.



**Figure IV. 8 :** courbe d'évaluation de la micro-dureté selon le profil vertical.

#### IV.4. Evaluation Tribologique :

Les essais réalisés dans ce type de contact sont des essais à mouvement rotatif pion sur disque (Figure. IV. 9). Dans des conditions de frottement à sec et à une température ambiante, nous avons effectué des essais tribologiques des composites AA2024 T3/Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> élaborés dans de ce travail, contre une bille en acier au chrome, AISI 52100 (100C6) qui se frotte sur les surfaces composites pour les différentes configurations. La sollicitation entre les deux antagonistes est un mouvement alternatif d'un diamètre de 4 mm. Avec une vitesse de glissement de 150 mm.s<sup>-1</sup> et une charge normale appliqué sur la surface composite de (F = 4 N) et (F = 7N).

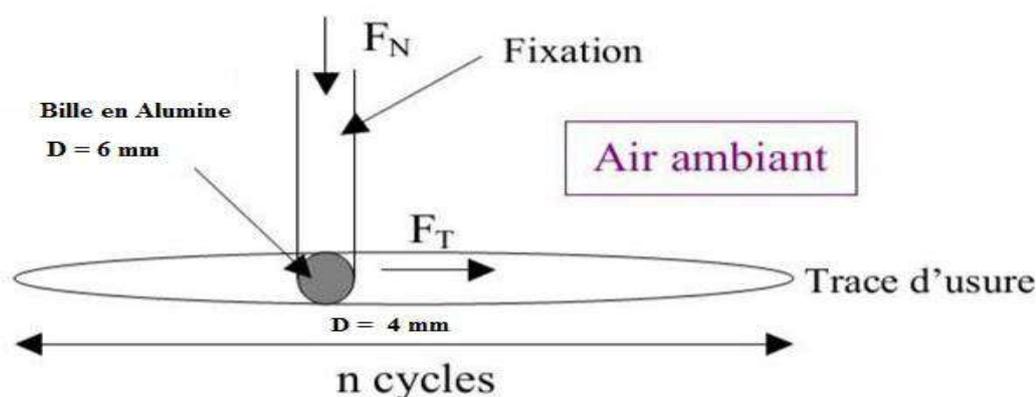


Figure IV. 9 : Schéma de principe des analyses tribologiques.

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

Le tableau IV.2 et IV. 3 résume les valeurs moyennes du taux d'usure  $Wr$  pour deux charge différentes applique (F= 4 N, F = 7 N) des échantillons de différentes configurations.

Le Taux d'usure dans le système de contact étudié (AA2024T3/Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>), se rapporte à l'usure combinée des deux corps antagonistes. Il est déterminé à partir de la formule suivante :

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

**Avec :**  $\Delta m$  : La perte en masse (g).

$\rho$  : La densité de l'aluminium. ( $\rho = 2.689 \text{ g/cm}^3$ ).

$F$  : La charge appliquée (N).

$D$  : La distance parcourue. (m)

Les résultats montrent une diminution du taux d'usure pour certain configuration par rapport au témoin AA2024 T3. On constate que l'intégration de la phase MAX  $Ti_3SiC_2$  influe positivement sur le comportement des surfaces composites élaborées traduit par une diminution des valeurs moyennes de perte en masse.

La moindre perte de masse a été enregistré pour le composite fabriqué par 3 passes rainure fermée.

échantillon	Poids initial (g)	Poids final (g)	Perte en masse $\Delta m$ (g)	Rayon (mm)	Taux d'usure $W_r$
<b>Témoin</b>	17,662	17,6605	$1,5 \times 10^{-3}$	8	$6,35391 \times 10^{-4}$
<b>FSP 3P</b>	5,5189	5,5165	$2,4 \times 10^{-3}$	8	$4,41244 \times 10^{-4}$
<b>FSP 1P</b>	5,3108	5,3095	$1,3 \times 10^{-3}$	6	$4,94193 \times 10^{-4}$
<b>FSP-MAX 1P S</b>	13,6539	13,6525	$1,4 \times 10^{-3}$	6	$4,05944 \times 10^{-4}$
<b>FSP-MAX 1P NS</b>	9,9161	9,9151	$1 \times 10^{-3}$	6	$3,17696 \times 10^{-4}$
<b>FSP-MAX 3P S</b>	10,9303	10,9289	$1,4 \times 10^{-3}$	6	$3,52995 \times 10^{-4}$
<b>FSP-MAX 3NS</b>	9,0081	9,0071	$1 \times 10^{-3}$	6	$3,00046 \times 10^{-4}$

**Tableau IV.3 :** Valeurs moyennes du coefficient d'usure pour une charge applique de 4N.

Le tableau IV. 4 résume les valeurs moyennes du Taux d'usure des échantillons de différentes configurations avec une charge applique de ( $F = 7N$ ). Les résultats montrent une diminution du coefficient d'usure pour certaines configurations (par rapport au témoin AA2024 T3). On constate que l'intégration de la phase MAX  $Ti_3SiC_2$  influe positivement sur le comportement des surfaces composites élaborées traduit par une diminution des valeurs moyennes de perte en masse. L'augmentation de la charge appliquée lors des tests d'usure montre clairement l'effet de l'addition d'une phase dure comme le  $Ti_3SiC_2$  sur la capacité résistante (load bearing) que procure la phase durcissante.

échantillon	Poids initial (g)	Poids final (g)	Perte en masse $\Delta m$ (g)	Rayon (mm)	Taux d'usure $W_r$
<b>Témoin</b>	17,6602	17,6566	$3,6 \times 10^{-3}$	4	$6,35391 \times 10^{-4}$
<b>FSP 3P</b>	5,5167	5,5142	$2,5 \times 10^{-3}$	4	$4,41244 \times 10^{-4}$
<b>FSP 1P</b>	5,3092	5,3064	$2,8 \times 10^{-3}$	4	$4,94193 \times 10^{-4}$
<b>FSP-MAX 1P S</b>	13,6526	13,6503	$2,3 \times 10^{-3}$	4	$4,05944 \times 10^{-4}$
<b>FSP-MAX 1P NS</b>	9,9149	9,9131	$1,8 \times 10^{-3}$	4	$3,17696 \times 10^{-4}$
<b>FSP-MAX 3P S</b>	10,9287	10,9267	$2 \times 10^{-3}$	4	$3,52995 \times 10^{-4}$
<b>FSP-MAX 3NS</b>	9,0073	9,0056	$1,7 \times 10^{-3}$	7	$3,00046 \times 10^{-4}$

**Tableau IV.4 :** Valeurs moyennes du coefficient d'usure pour une charge applique de 7N.

#### IV.4. 2. Evaluation du coefficient de friction :

Tous les résultats de l'évolution du coefficient de friction en fonction de la distance parcourue des différents échantillons pour la charge applique  $F = 4$  N sont présentés dans la Figures IV.10, Figure IV.11 et la Figure IV.12.

Le coefficient de friction des échantillons à l'état initial débute avec une augmentation vers des valeurs 0,6 à 0,7 qui se termine avec stabilité relative d'environ d'une moyenne entre 0.45 a 0.55.

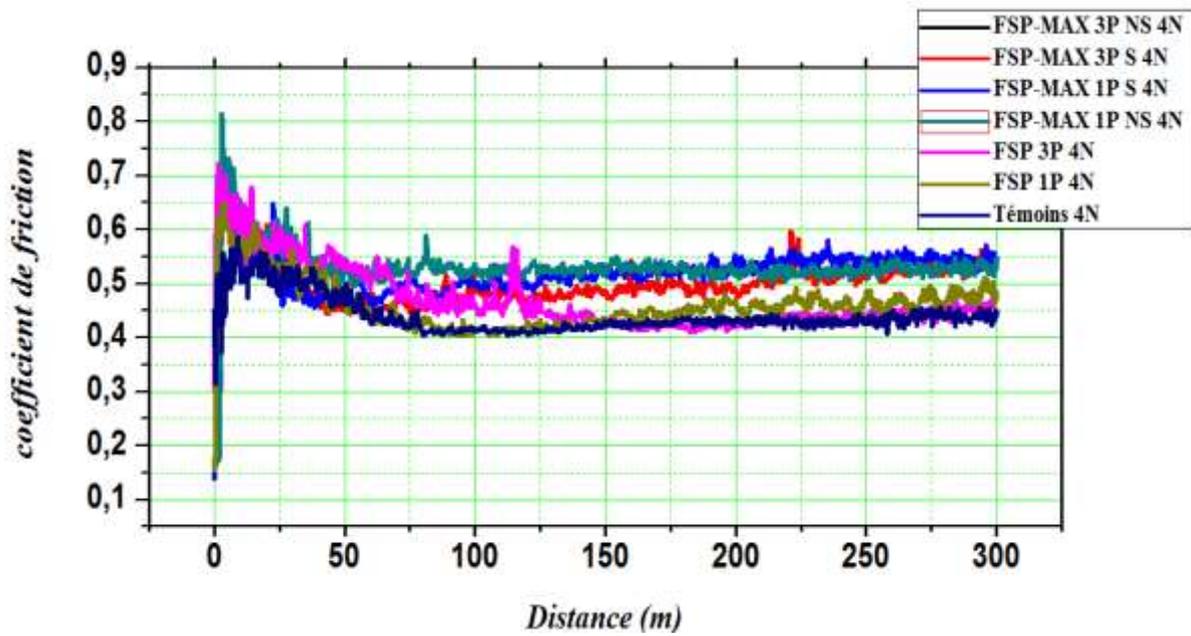


Figure IV. 10 : Courbes de friction en fonction de la distance parcourue.

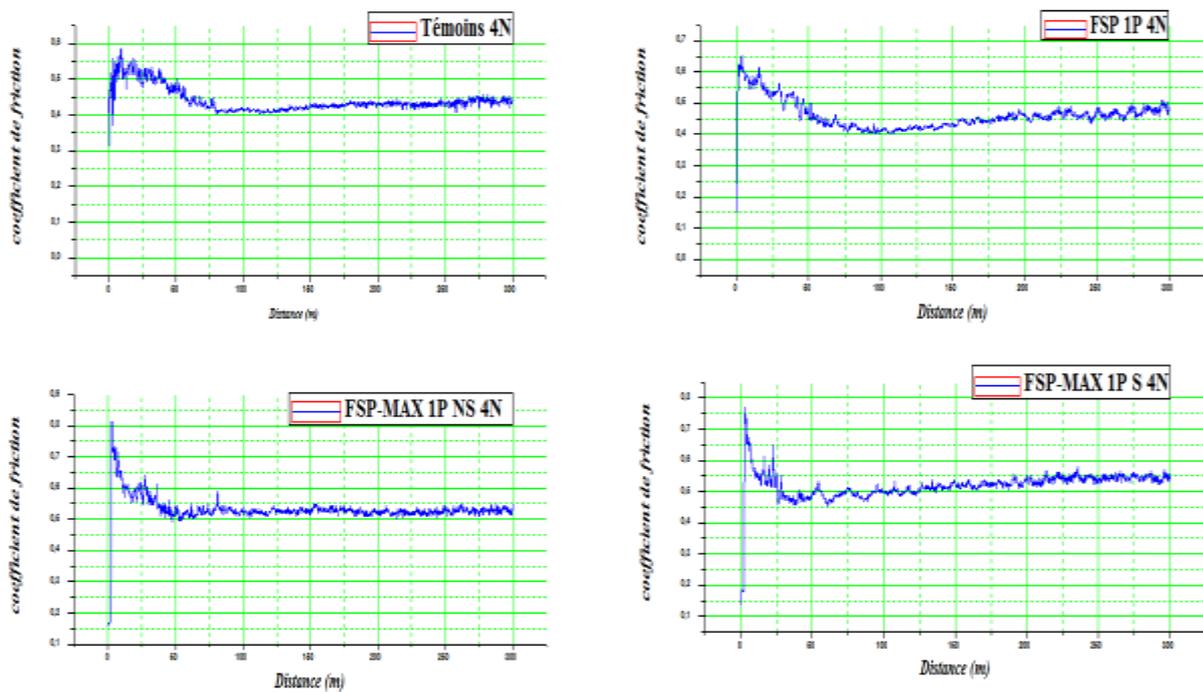
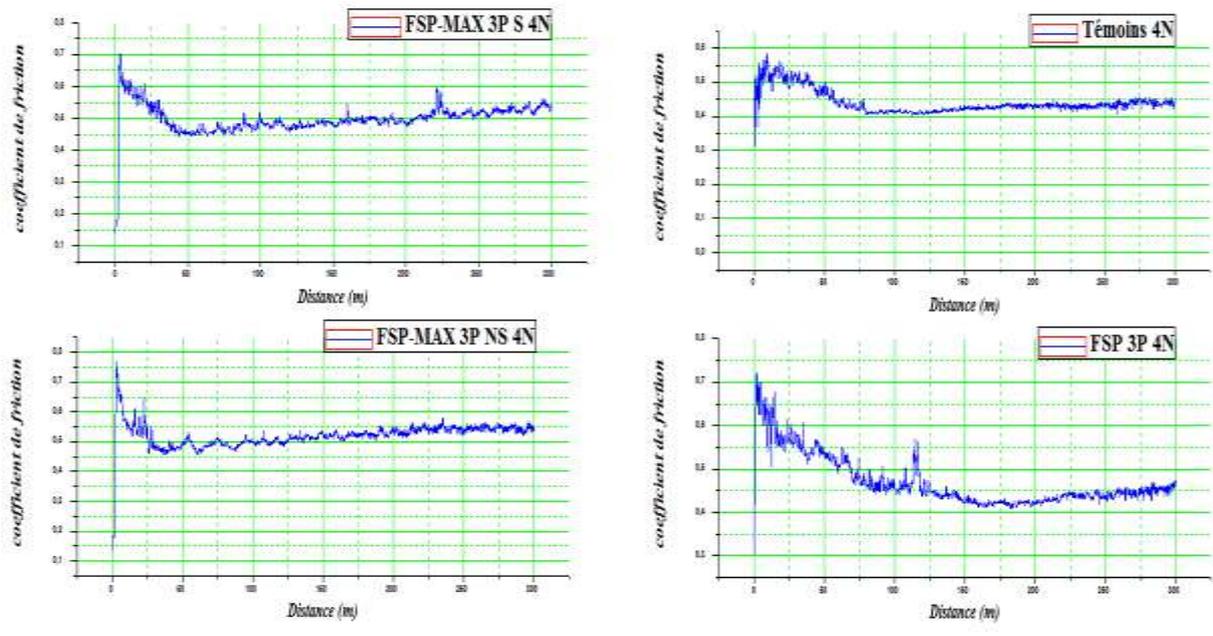
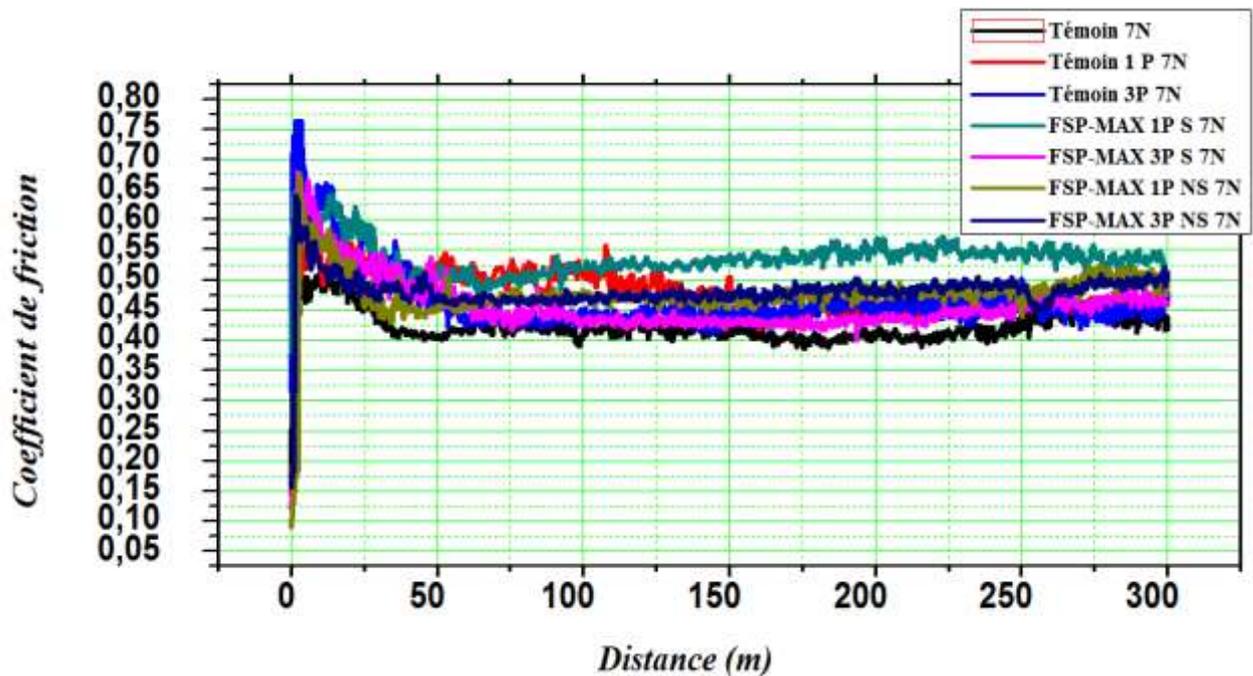


Figure IV. 11 : courbe de friction en fonction de la distance parcourue pour les configurations 1 passe ( $F=4N$ ).



**Figure IV. 12:** courbe de friction en fonction de la distance parcourue pour les configurations 3 Passes ( $F= 4N$ ).

Tous les résultats de l'évolution du coefficient de friction en fonction de la distance parcourue des différents échantillons pour la charge applique  $F = 7 N$  sont présentés dans la Figures IV.13, Figure IV.14 et la Figure IV.15.



**Figure IV. 13 :** Courbes de friction en fonction de la distance parcourue ( $F = 7N$ ).

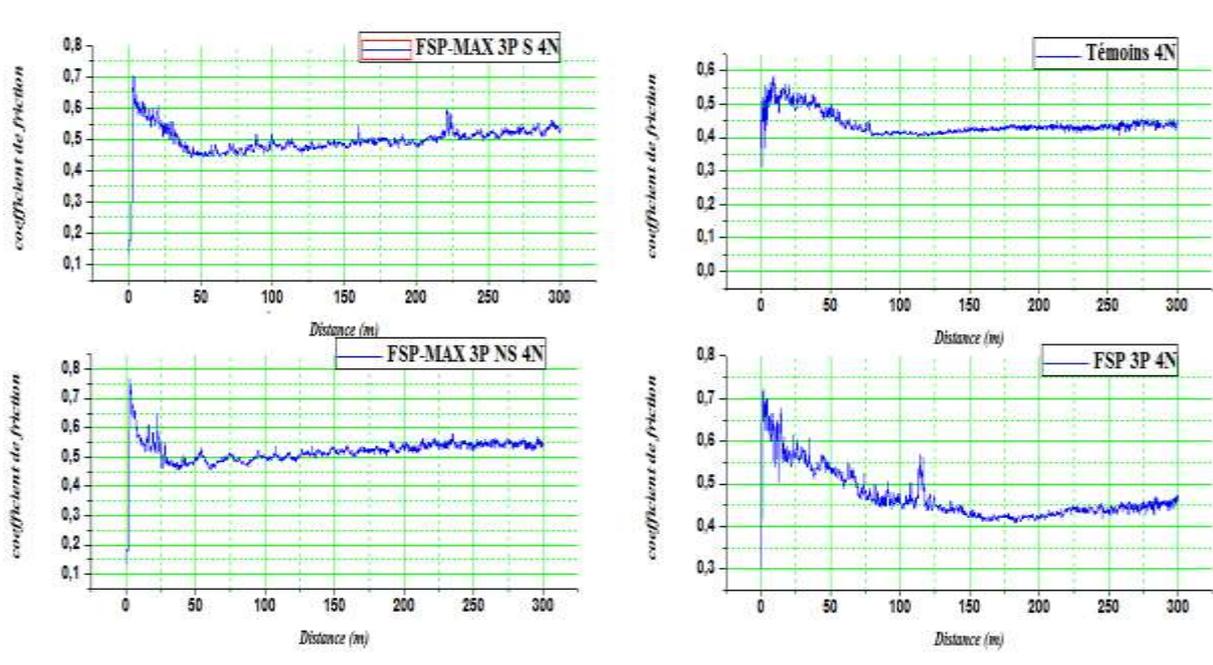


Figure IV. 14 : courbe de friction en fonction de la distance parcourue pour les configurations 3 passes ( $F=7N$ ).

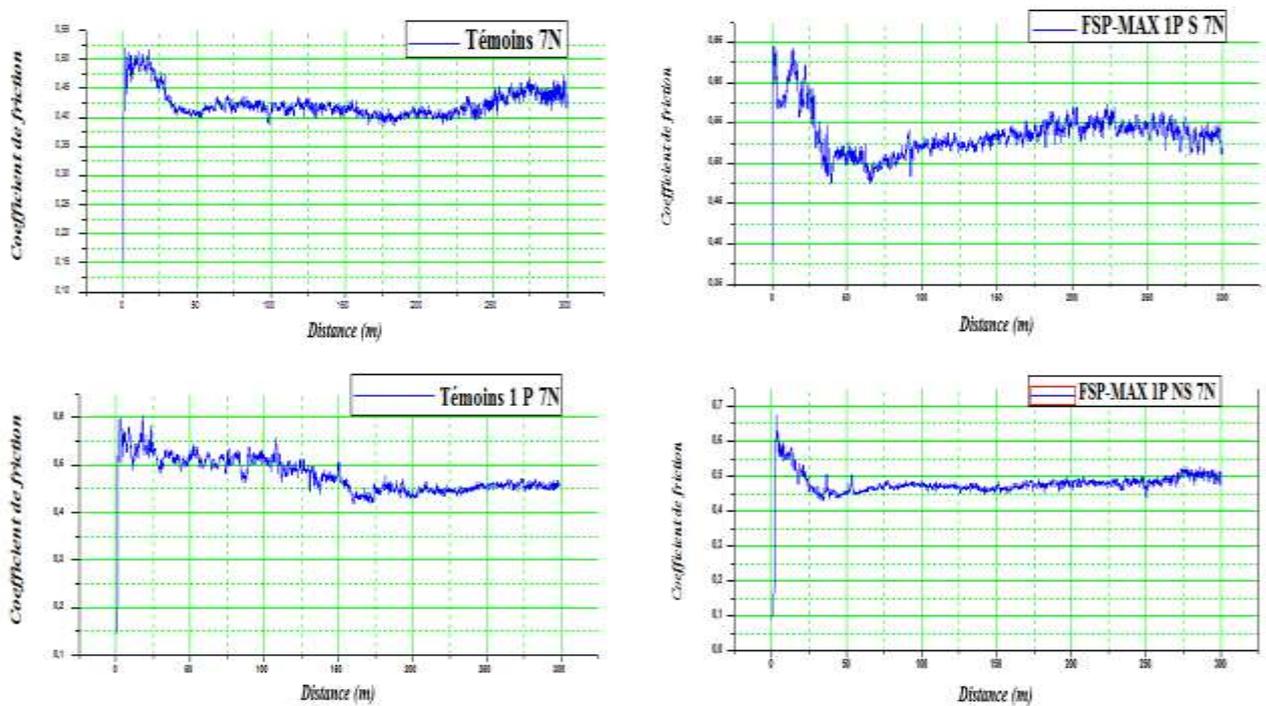
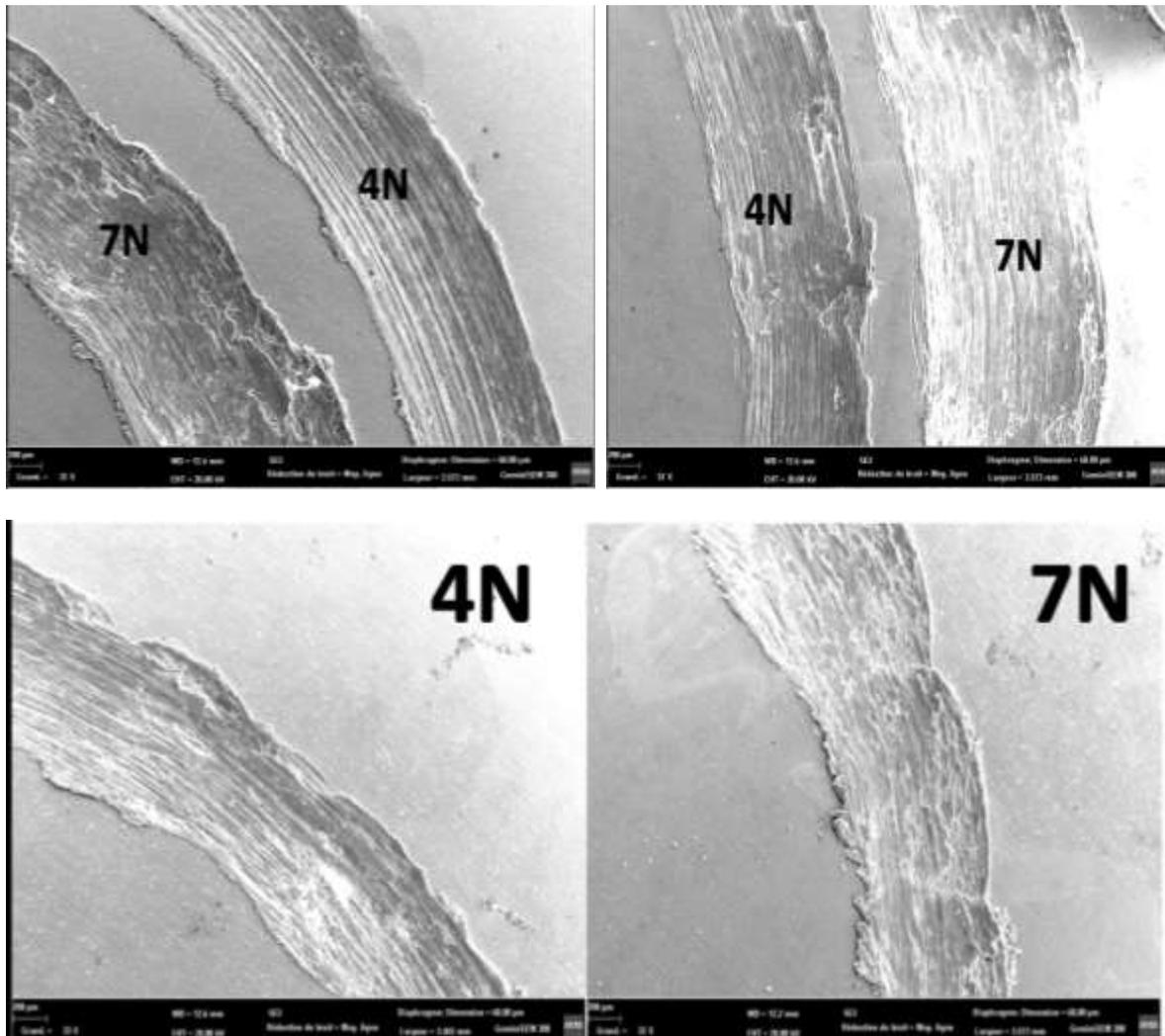


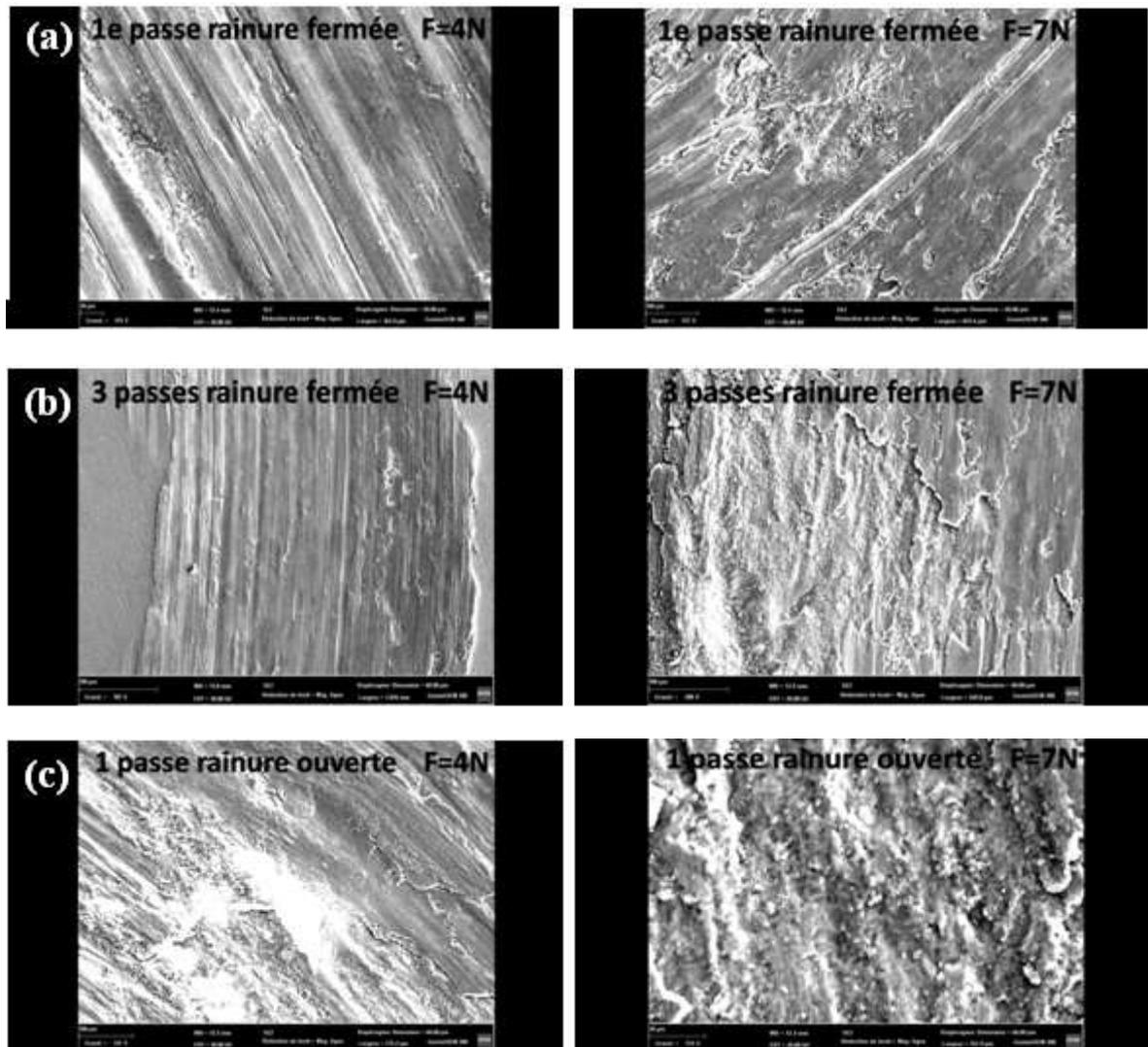
Figure IV. 15 : courbe de friction en fonction de la distance parcourue pour les configurations 1 passe ( $F=7N$ ).

### IV.4 .3 Mécanismes d'usure (imagerie MEB) :



**Figure IV.16 :** Images MEB des pistes d'usure du composite (AA2024 T3/Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> trois passes à rainure ferme).

La figure IV-16, montre une vue panoramique des pistes d'usure des composites traités par FSP, l'usure par déformation plastique est apparente, ainsi l'indice d'une perte de masse sévère est remarqués. Pour l'échantillon trois passes à rainure ferme a montré légère déformation plastique ainsi que des rainures apparaissent qui indique la présence d'un mécanisme d'abrasion à trois corps. La phase MAX semble agir comme un durcisseur qui diminue l'effet de la perte d'usure par déformation plastique en changeant le mécanisme d'usure vers une abrasion a trois corps.

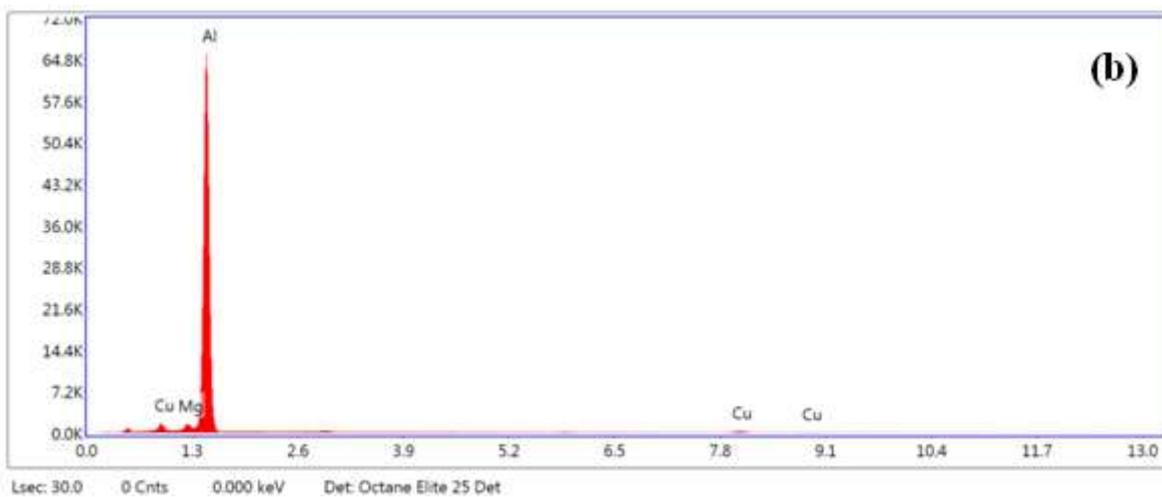
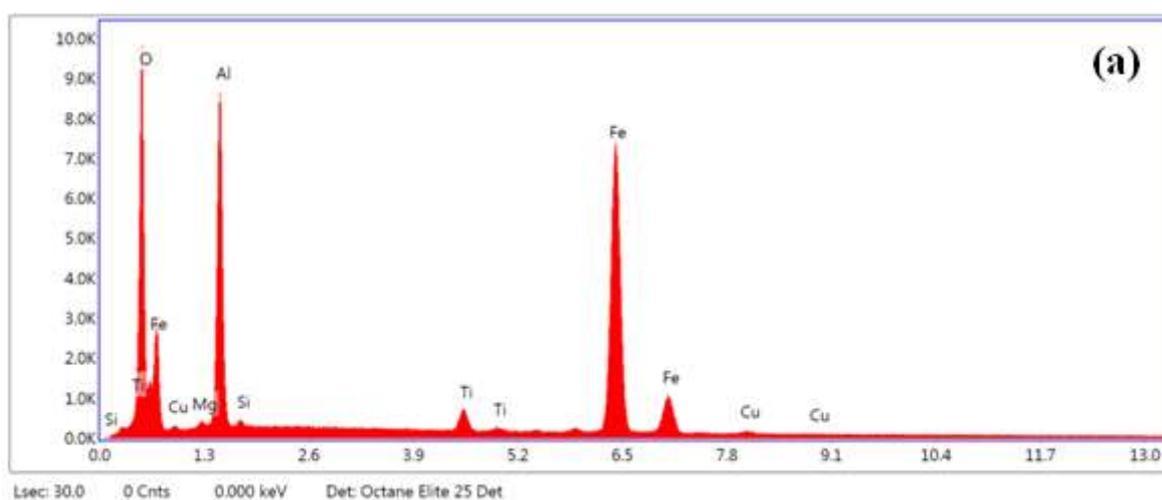
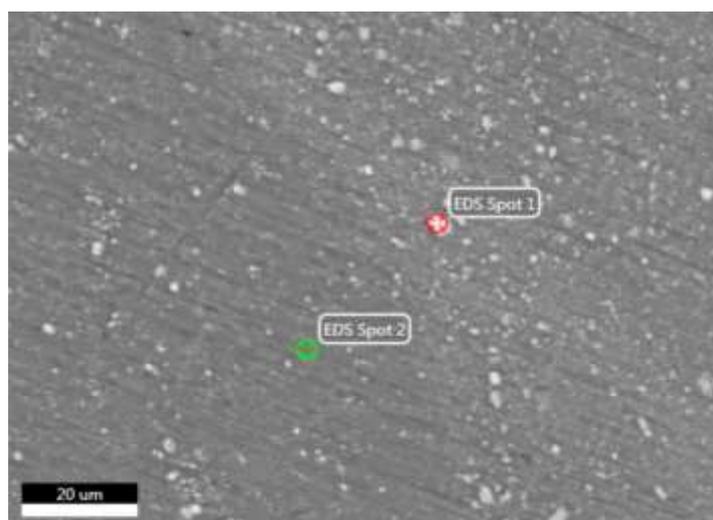


**Figure IV.17 :** Images MEB des pistes d'usure des composite :

- a) AA2024 T3/Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> 1 passe à rainure fermée  $F = 4N$  et  $F = 7N$ .
- b) AA2024 T3/Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> 3 passe à rainure fermée  $F = 4N$  et  $F = 7N$ .
- c) AA2024 T3/Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> 1 passe à rainure ouverte  $F = 4N$  et  $F = 7N$ .

D'après les grossissements de la piste d'usure sous le chargement de 4N (figure IV. 17), il est remarquable que les rainures fermé présente un mécanisme d'usure par abrasion, vue les rainures observée. Le composite à rainures ouverts ont montrés une usure sévère adhésive qui a détérioré d'une façon sévère les composites fabriqué, car la quantité de la poudre éjectée des rainures ouvertes a produit des composites a des volumes en poudre inférieurs a ceux fermées.

A 7N, l'effet de la quantité de poudre à diminuer l'usure adhésive des échantillons, le composite a rainures ouverte indique qu'un seul mécanisme qui est l'adhésive.



**Figure IV. 18:** *Spectre EDS. a) spot EDS 1.*

*b) Spot EDS 2.*

(a)	Eléments	% Peser	% Atomiques	% d'Erreur
	MgK	1.82	2.07	4.39
	AlK	94.32	96.26	2.25
	CuK	3.85	1.67	8.12

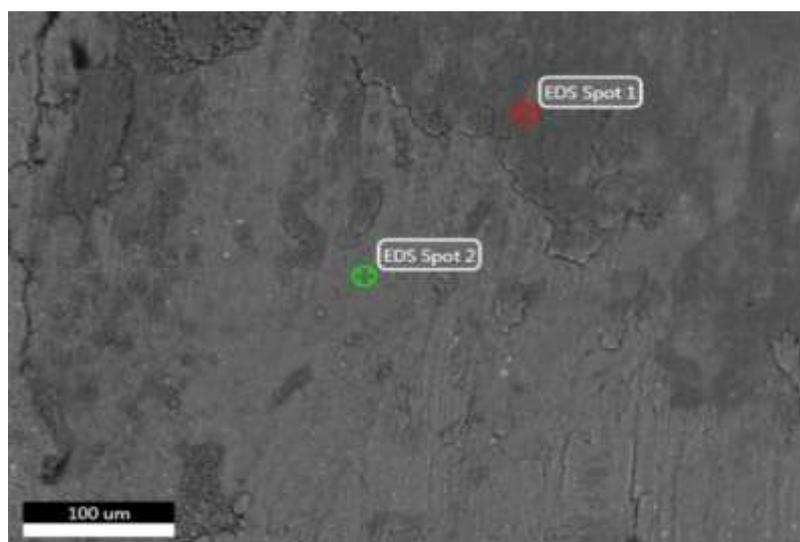
  

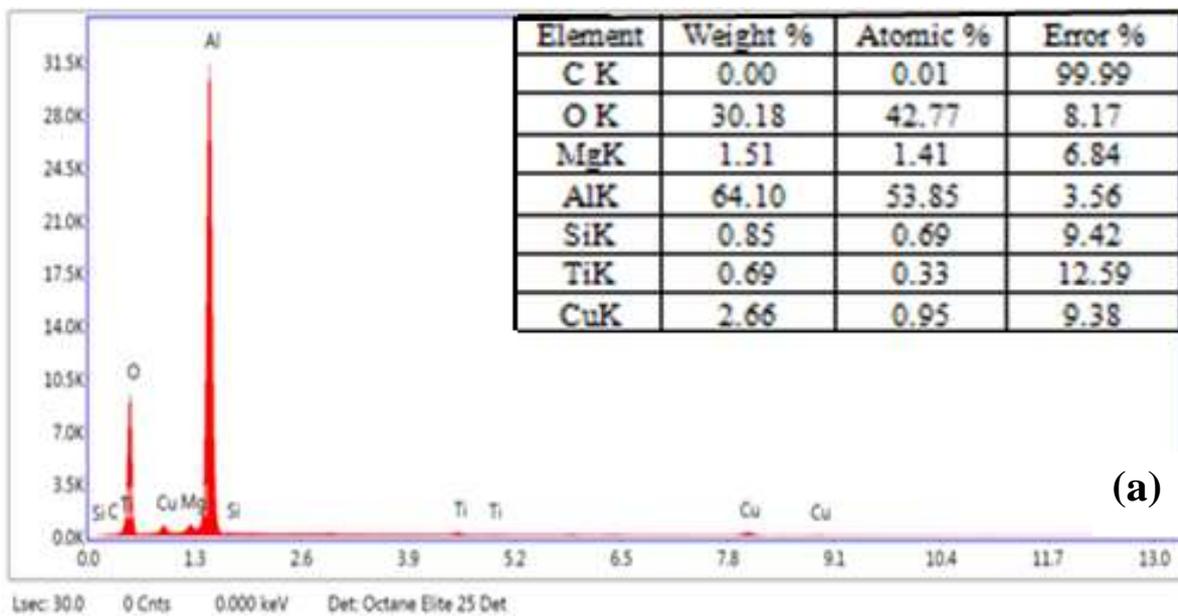
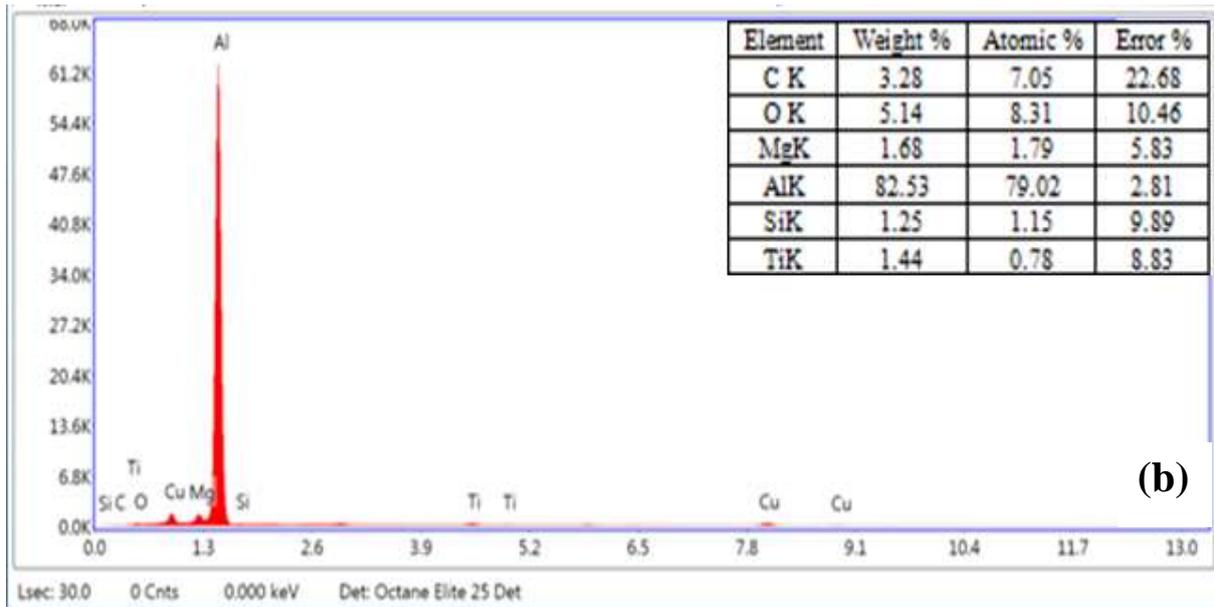
(b)	Elément	Peser %	% Atomique	% Erreur
	O K	23.30	45.10	7.26
	MgK	0.85	1.08	12.49
	AlK	19.18	22.01	7.24
	SiK	0.58	0.64	11.54
	TiK	1.55	1.00	8.21
	FeK	53.40	29.61	1.91

**Tableau IV. 5 :** *La composition chimique obtenue avec la spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (EDS. a) spot EDS 2. b) spot EDS 1*

Le point EDS 1 montre les débris éjecté sur la surface non usée, contiennent une grande quantité d'oxygène, et de Fer trouvé dans le débris, ceci montre qu'un mécanisme de tribo-oxydation qui s'est établi a la surface. L'air ambiant et l'humidité ont contribué à ce mécanisme. Ainsi qu'un transfert de matière de la bille d'acier vers l'aluminium.

Les billes en acier sont plus dure que l'aluminium composite, leur usure est due a l'érouissage du composites qui a subit une grande déformation plastique lors de l'essai tribologique, les vues panoramiques on indiqué une présence de ce qu'on appelle « Hill-Valley morphology ».





3

**Figure IV. 18:** Spectre EDS. a) spot EDS 1.

b) Spot EDS 2.

Les points EDS De l'échantillon 3 passes Fermé ont indiqué la présence d'oxygène dans le Tribofilm, et une légère présence du Titane et du carbone.

## *CONCLUSION GENERALE*

Ce travail est une contribution à l'étude et à la compréhension du procédé FSP utilisé pour la fabrication des matériaux composites à usage aéronautique, à savoir les alliages d'aluminium 2024-T3/MAX ( $Ti_3SiC_2$ ).

Les plus importantes remarques dans ce travail, sont :

- 1- Le FSP s'avère un procédé très satisfaisant pour la fabrication de composites métal/MAX.
- 2- La diffraction des rayons X a prouvé que la phase MAX  $Ti_3SiC_2$  ne s'est pas décomposer durant la fabrication, ainsi la réussite de l'intégration complète de ces phases.
- 3- Huit configurations ont été choisies durant cette étude, les composites à rainure fermée malaxées avec trois passes ont donnés les meilleur propriétés et la meilleur distribution de poudres.
- 4- La configuration de deux rainures ont montrés la présence d'un défaut type tunnel, du fait que la matière métallique été insuffisante pour assurer la fermeture des rainures durant le traitement par friction malaxage FSP.
- 5- La dureté des composites a été amélioré dans la zone composite, mais une détérioration dans le métal de base a été enregistré.
- 6- Le comportement tribologiques des composites 2024-T3/ $Ti_3SiC_2$  ont été meilleurs que les composites non traitées.
- 7- Le mécanisme d'usure a changée de l'usure adhésive à déformation plastique au abrasion à trois corps et labourage.

## *Références bibliographie*

### ❖ Chapitre I :

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

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

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

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

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

[I-6] Tho. G. Thompson. Porous anodic alumina .Fabrication characterization and application. Thin solid. Films, 29(1-2) -192-201, 1997.

[I-7] Métallerie 49- spécial soudage- Avril 2003. Méta 49A11.

[I-8] G.E. Totten and D.S. MacKenzie, Eds., Handbook of Aluminum: Vol. 1 - Physical Metallurgy and Processes, 2003, Marcel Dekker Inc. New York, NY.

[I-9] H. Benzeghimi, Mémoire de Master, étude de transformation de phases de soudage FSW des alliages d'aluminium 7075-T6, Université de SAAD DAHLEB, 2013.

[I-10] P. Dubost, P. Sainfort. Durcissement par precipitation des alliages d'aluminium. Rapport technique, Techniques de l'Ingenieur, M240, 1991.

[I-11] S.P. Ringer et K.Hono. Microstructural Evolution and Age Hardening in Aluminium Alloys: Atom Probe Field-Ion Microscopy and Transmission Electron Microscopy Studies. Materials Characterization, 44(1-2), 101, 2000

- [I-12] R. G. Buchheit, R. P. Grant, P. F. Hlava, B. Mckenzie et G. L. Zender. Local Dissolution Phenomena Associated with S Phase ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ) Particles in Aluminum Alloy 2024-T3. *J. Electrochem. Soc.* **144**(8), 2621, 1997
- [I-13] Aluminium, Properties and physical metallurgy, Ed. J.E. Hatch, American Society for Metals, Ohio 1984.
- [I-14] Aluminium Taschenbuch, Ed. Aluminium Zentrale Düsseldorf, W. Hufnagel, Aluminium Verlag Düsseldorf 1983
- [I-15] Le Comportement de l'aluminium et de ses alliages, Christian Vargel, Dunod 1979
- [I-16] Phase Transformation in metals and alloys, D.A. Portis, K.E. Easterling,, Van Nostrand Reinhold 1980.
- [I-17] H. Nowotony, Strukturchemie einiger verbindungen der ubergangsmetalle mit den elementen C, Si, Ge, Sn, *Prog. Solid. State. Chem* **5**, 27-70 (1970).
- [I-18] M. W. Barsoum, and T.El-Raghy, Synthesis and characterization of a remarkable ceramic:  $\text{Ti}_3\text{SiC}_2$ , *J.Am.Ceram.Soc* **79**, 19556 (1996).
- [I-19] A. T. Procopio, T. El-Raghy, and M. W. Barsoum, Synthesis of  $\text{Ti}_4\text{AlN}_3$  and phase equilibria in the Ti-Al-N system, *Metall. Mater. Trans A* **31**(2), 373–378 (2000) .
- [I-20] M. W. Barsoum, L. Farber, I. Levin, A. Procopio, T. El-Raghy, and A. Berner, Highresolution transmission electron microscopy of  $\text{Ti}_4\text{AlN}_3$ , or  $\text{Ti}_3\text{Al}_2\text{N}_2$  revisited, *J. Am. Ceram. Soc* **82** (9), 2545–2547 (1999).
- [I-21] M. W. Barsoum, The  $\text{MN}_{+1}\text{AX}_n$  phases: A new class of solids; Thermodynamically stable nanolaminates, *Prog. Solid State Chem* **28**, 201-281 (2000).
- [I-22] M. W. Barsoum, T. El-Raghi, The MAX phases: unique new carbide and nitride materials, *American* **89**, 336-345 (2001).
- [I-23] M. W. Barsoum, MAX Phases. Properties of machinable ternary carbides and nitrides, Wiley-VCH, Verlag GmbH&Co. KGaA, (2013).
- [I-24] P. Eklund, M. Beckers, U. Jansson, H. Högberg, L. Hultman, The  $\text{Mn}_{+1}\text{AX}_n$  phases: Materials science and thin-film processing, *ThinSolid Films* **518**, 1851-1878 (2010).

- [I-25] C. Höglund and M. Beckers, N.Schell, J.V. Borany, J. Birch and L.Hultman, Topotaxial growth of Ti<sub>2</sub>AlN by solid state reaction in AlN/Ti 0001 multilayer thin films, *J. Appl. Phys* **90**, 174106 (2007).
- [I-26] H. Hogberg, L. Hultman, J. Emmerlich, T. Joelsson, P. Eklund, J.M. Molina-Aldareguia, J.-P. Palmquist, O. Wilhelmsson, U. Jansson, Growth and characterization of MAX-phase thin films, *Surface and Coatings Technology* **193**, 6-10 (2005).
- [I-27] T. Cabioch, P. Eklund, V. Mauchamp, M. Jaouen, M.W. Barsoum, Tailoring of the thermal expansion of MAX Phases in the Cr<sub>2</sub>(Al<sub>1-x</sub>Gex)C system, *Journal of the European Ceramic Society* **33**(8), 397-904 (2013).
- [I-28] M. Naguib, M. Kurtoglu, V. Presser, J. Lu, J. Niu, M. Heon, L. Hultman, Y. Gogotsi, and M.W. Barsoum, Two-Dimensional Nanocrystals Produced by Exfoliation of Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub> *Advanced Materials* **23**, 4248–4253 (2011).
- [I-29] M. Naguib, J. Come, B. Dyatkin, V. Presser, P. Tabern, P. Simon, M.W. Barsoum, and Y. Gotsi, MXene : a promising transition metal carbide anode for lithium-ion batteries *Go*, *Electrochemistry Communications* **16**, 61–64 (2012).
- [I-30] M. R. Lukatskaya, O. Mashtalir, C. E. Ren, Y. Dall’Agnese, P. Rozier, P. L. Taberna, M. Naguib, P. Simon, M. W. Barsoum, Y. Gogotsi. Cation, Intercalation and High Volumetric Capacitance of Two-Dimensional Titanium Carbide, *Science* **341** (6153), 1502-1505 (2013).
- [I-31] Miladin Radovic and M. W. Barsoum, MAX phases: Bridging the gap between metals and ceramics. *American Ceramic Society Bulletin* **92**(3), 20-27.
- [I-32] M.W. Barsoum and M.Radovic, Edited by D.R. Clarke and P. Fratzl, *Annual Reviews*, Palo Alto, Calif **41**, 195–227 in *Annual Review of Materials Research* (2011).
- [I-33] Z.M. Sun, Progress in research and devel-opment on MAX phases: A family of layered ternary compounds, *Int. Mater. Rev* **56**, 143–66 (2011).

## ❖ Chapitre II :

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

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

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

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

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

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

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

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

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

**[II-11]** Mahoney, MW, CG Rhodes, JG Flintoff, WH Bingel, and RA Spurling. 1998. «Properties of friction-stir-welded 7075 T651 aluminum», Metallurgical and Materials Transactions A, 29: 1955-64.

- [II-12]** Ma, Z. Y., R. S. Mishra, and M. W. Mahoney. 2002. «Superplastic deformation behaviour of friction stir processed 7075Al alloy», *Acta Materialia*, 50: 4419-30.
- [II-13]** Sato, Yutaka S. Hiroyuki Kokawa, Masatoshi Enomoto, and Shigetoshi Jogan. 1999. «Microstructural evolution of 6063 aluminum during friction stir welding», *Metallurgical and Materials Transactions A*, 30: 2429-37.
- [II-14]** Mishra, R. S., and Z. Y. Ma. 2005. «Friction stir welding and processing», *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 50: 1-78.
- [II-15]** Lee, W. B., Y. M. Yeon, and S. B. Jung. 2003. «Evaluation of the microstructure and mechanical properties of friction stir welded 6005 aluminum alloy», *Materials Science and Technology*, 19: 1513-18.
- [II-16]** Threadgill, P. L., A. J. Leonard, H. R. Shercliff, and P. J. Withers. 2009. «Friction stir welding of aluminium alloys», *International Materials Reviews*, 54: 49-93.
- [II-17]** Sharma, Chaitanya, Dheerendra Kumar Dwivedi, and Pradeep Kumar. 2012. «Effect of welding parameters on microstructure and mechanical properties of friction stir welded joints of AA7039 aluminum alloy», *Materials & Design*, 36: 379-90.
- [II-18]** Cour leux, A., *Physico-chimie des échanges matrice/renfort dans un matériau composite acier/TiC*. 2011, Université Claude Bernard-Lyon I.
- [II-19]** CLYNE, T. and P. WITHERS, *An introduction to metal matrix composites*. Cambridge: Cambridge University Press, 1993. 509 p. 155 [DALM, 1997] DALMAZ, A. *Etude du comportement en fatigue cyclique à hautes températures du composite tissé fibres de carbone/matrice carbure de silicium 2, 5D C/SiC*. 1997, Thèse de doctorat: Institut National des Sciences Appliquées de Lyon.
- [II-20]** Gay, D., *Matériaux composites*. 2015: Lavoisier.
- [II-21]** Nathalie VILLAR, J.M., *Élaboration des composites à particules*. 2006: Ed. Techniques Ingénieur.
- [II-22]** Kaw, A.K., *Mechanics of Composite Materials, Second Edition*. 2005: CRC Press.

- [II-23]** Ly, E.H.B., Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose. 2008, Grenoble, INPG.
- [II-24]** German, R.M., Supersolidus liquid phase sintering. II: Densification theory. International journal of powder metallurgy (1986), 1990. **26**(1): p. 35-43.
- [II-25]** E. Breval, Z. Deng, S. Chiou, et C. G. Pantano, « Sol-gel prepared Ni-alumina composite materials », Journal of Materials Science, vol. 27, 1992.
- [II-26]** V. Peres, Contribution à l'étude de la dispersion de particules de phases secondaires dans le dioxyde d'uranium polycristallin. 1993.
- [II-27]** J. Zhu, Z. Lai, Z. Yin, H. Jeon, et S. Lee, « Fabrication of ZrO<sub>2</sub>-NiCr functionally graded material by powder metallurgy », Mater. Chem. Phys., vol. 68, 2001.
- [II-28]** J. Li et P. Xiao, « Joining ceramic to metal using a powder metallurgy method for high temperature applications », J. Mater. Sci., vol. 36, 2001.
- [II-29]** O. Gillia et B. Caillens, « Fabrication of a material with composition gradient for metal/ceramic assembly », Powder Technol., vol. 208, no 2, p. 355-366, mars 2011.
- [II-30]** A. Chesnaud, F. Karolak, C. Bogicevic, S. Phothirath, C. Estournès, et G. Dezanneau, « Densification par Spark Plasma Sintering (SPS) de matériaux d'électrolytes, difficilement densifiables, pour piles à combustible », Matériaux & Techniques, vol. 95, 2008.
- [II-31]** G. Bernard-Granger et C. Guizard, « Spark plasma sintering of a commercially available granulated zirconia powder: I. Sintering path and hypotheses about the mechanism(s) controlling densification », Acta Materialia, vol. 55, 2007.
- [II-32]** R. M. German et A. Bose, Injection Molding of Metals and Ceramics. Metal powder Industries Federation 1997.
- [II-33]** Schatt et K. P. Wieters, Powder metallurgy: processing and materials. European Powder Metallurgy Association, 1997.
- [II-34]** P. Balakrishna, K. P. Chakraborty, P. S. A. Narayana, et P. Ramakrishnan, « Cracking, end-capping and other defects in pressed ceramic compacts », Interceram, vol. 41, 1992.

- [II-35]** R. M. German et A. Bose, Injection Molding of Metals and Ceramics. Metal Powder Industry, 1997.
- [II-36]** R. M. German, Sintering Theory and Practice, 1<sup>re</sup> éd. Wiley-Interscience, 1996.
- [II-37]** D. Bernache-Assolant et J.-P. Bonnet, Frittage: Aspects Physico- Chimiques. Ed. Techniques Ingénieur.
- [II-38]** Chen, J., Liu, M., Bao, Y., and Zhou, Y., Failure-mode dependence of the strengthening effect in Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>/10 vol.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite. Int. J. Mat. Res., 2006. 97(8): p. 1115-1118.
- [II-39]** Barsoum, M.W., Fundamentals of Ceramics. Second ed. Series in Materials Science and Engineering, ed. B. Cantor, and Goringe, M.J. 2003, New York: Taylor & Francis. 603.
- [II-40]** Benko, E., Klimczyk, P., Mackiewicz, S., Barr, T.L. and Piskorska, E. cBN-Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> composites. Diamond and Related Mater. 2004. 13(3): p. 521.
- [II-41]** Wang, L.J., Jiang, W., Chen, L.D., and Bai, G.Z., Microstructure of Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>/TiC/Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> and Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>/TiC nanocomposites in situ synthesized by spark plasma sintering J. Mater. Res., 2004. 19(10): p. 3004.
- [II-42]** Konoplyuk, S., Abe, T., Uchimoto, T., and Takagi, T., Synthesis of TiSiC/TiC composites from TiH/SiC/TiC powders. Mater. Lett., 2005. 59(18): p. 2342.
- [II-43]** Konoplyuk, S., Abe, T., Uchimoto, T., and Takagi, T., Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>/TiC composites prepared by PDS. J. Mater. Sci., 2005. 40(13): p. 3409.
- [II-44]** Ho-Duc, L.H., El-Raghy, T., and Barsoum, M.W., Synthesis and characterization of 0.3 Vf TiC-Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> and 0.3 Vf SiC-Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> composites. Journal of Alloys and Compounds, 2003. 350: p. 303-312.
- [II-45]** Gupta, S., Filimonov, D., Palanisamy, T. El-Raghy, T., and Barsoum, M.W. Ta<sub>2</sub>AlC and Cr<sub>2</sub>AlC Ag-based composites - New solid lubricant materials for use over a wide temperature range against Ni-based superalloys and alumina. Wear, 2007. 262: p. 1479-1489.

**[II-46]** Amini, S. Ni, C. and Barsoum, M.W., Processing, microstructural characterization and mechanical properties of a Ti<sub>2</sub>AlC/nanocrystalline Mg-matrix composite. *Comp. Sci. and Tech*, 2009. 69: p. 414-420.

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

**[II-48]** Marzoli L M, Strombeck A V, Santos J F D, Gambaro C and Volpone L M 2006 Friction stir welding of an AA6061/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/20p reinforced alloy. *Compos. Sci. Technol.* 66: 363–371  
Ceschini L, Boromei I, Minak G, Morri A and Tarterini F 2007 Effect of friction stir welding on microstructure,

**[II-49]** Tensile and fatigue properties of the AA7005/10 vol.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>p composite. *Compos. Sci. Technol.* 67: 605–615

**[II-50]** Nami H, Adgi H, Sharifitabar M and Shamabadi H 2010 Microstructure and mechanical properties of friction stir welded Al/Mg<sub>2</sub>Si metal matrix cast composite. *Mater. Des.* 32: 976–983