

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

**UNIVERSITE SAAD DAHLEB - BLIDA 01-**

**Département de Génie Mécanique Blida**

**Spécialité: Matériaux et traitement de surfaces**



*Mémoire de fin des études pour l'obtention du diplôme de Master 2*

*Thème*

**Elaboration Des Composites Métal /  
Céramique: A2024-T3/MoAlB, A2024-  
T3/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**

**Réalisé par :**

**OUAMRI Mohammed**

**Djabali saida**

**Encadré par :**

**Pr.M.Hadji**

**Co-dirigent :**

**Badji riad**

**Année universitaire 2017-2018**

## Remerciements

Nous voudrions tout d'abord remercier Dieu le tout puissant de nous avoir donné courage et patience durant toutes ses années d'études

Nous adressons ce respectueux remerciement au professeur **HADJI Mohamed** nous tenons aussi à remercier monsieur **BEBOMAR Saber** pour ses conseils et son aide. Nous exprimons toute nos gratitude à **Dr Badji Riad** de centre de recherche de soudage et contrôle pour la fourniture de matériels qui nous été indispensable pour faire nos expériences.

Nous sommes très reconnaissants à **Dr HADDAD Adel**, **CHIKER Nabil** , **HADJI Youcef** pour leurs conseils et participation et toutes personnes qui ont contribué de près ou de loin pour l'aboutissement de ce mémoire de fin d'études.

Nous remercions les membres de jury pour leur précieux temps accorde à la lecture et à la critique de ce travail. Aussi nous voudrions remercier tous les enseignants de notre département.

## *Dédicace*

Je dédie ce modeste travail

A ma mère à qui je dois la lumière de ma vie ,

A mon père qui m'a tout donné ,

A ma sœur et mes frères ,

A toute ma famille Djabali ,

A mon binôme Mohamed ,

A mon promoteur ,

Bien sur à mes amis de ma promotion sortante MTS,

Et a tous mes amis et connaissances , proche et lointains ,

## SAIDA

Je dédie ce modeste travail

A ma mère,

A mon père ,

A ma sœur et mes frères ,

A toute ma famille Ouamri ,

A ma binôme Saida ,

A mon promoteur ,

Bien sur à mes amis de ma promotion sortante MTS,

Et a tous mes amis et connaissances , proche et lointains ,

## MOHAMED



## تلخيص

يميل الاحتكاك الذي يحرك المعالجة للهياكل المعدنية والهياكل المستخدمة في الطيران الى الاستخدام

المكثف لعمليات اللحام الحديثة مثل تصنيع مركبات مصفوفة معدنية. لتحسين خصائص

ميكانيكية معينة وتحسين سلوك التآكل لهذه المواد تم دمج مرحلة MAB MoALB

بنجاح في مصفوفة معدنية AA2024-T3 .

في هذا العمل يركز الاهتمام على دراسة مقارنة بين تأثير هذه  $Al_2O_3$  و MoALB كمرحلة تصلب

وجدوى هذه العملية . تمت معالجة اوراق سميكة من AA2024-T3 باستخدام سرعة دوران

من 1400 دورة في الدقيقة ومعدل تغذية 35 مم/دقيقة .

تم فحص المركبات المركبة التي تم فحصها ومعاينتها بواسطة الصلابة الجزئية والاختبارات القبلية .

## ***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 MAB MoAlB a été intégrée avec succès dans une matrice métallique AA2024-T3.

Dans le présent travail, l'intérêt est porté sur une étude comparative entre l'effet du  $Al_2O_3$  et du MoAlB comme phase durcissante, et 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 Dureté, micro-dureté, Tribologie.

## **Abstract**

The friction stirring treatment metal structures and structures for aeronautical use, tends towards the intense use of modernized welding processes such as the manufacture of metal matrix composites. To improve certain mechanical properties and improve the wear behavior of these materials, the MAB MoAlB phase has been successfully integrated into a metal matrix AA2024-T3.

In the present work, the interest is focused on a comparative study between the effect of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and MoAlB as a hardening phase, and the feasibility of this process. Thick sheets of AA2024-T3 were processed using a rotation speed of 1400 RPM and a feed rate of 35 mm-min. The composites produced were examined and checked by hardness, micro-hardness and tribology tests.

# SOMMAIRE

<b>INTRODUCTION GENERALE.....</b>	<b>1</b>
-----------------------------------	----------

## **Chapitre I : l'aluminium et ses alliages**

<b>I.1. Introduction : .....</b>	<b>3</b>
<b>I.2. Propriétés physico-chimiques de l'aluminium : .....</b>	<b>4</b>
<b>I.3. Les alliages d'aluminium.....</b>	<b>4</b>
<b>I.3.1 Les alliages à durcissement structurales.....</b>	<b>6</b>
<b>I.3.2 Les alliages à durcissement par écrouissage : .....</b>	<b>7</b>
<b>I.4. Désignation des états métallurgiques. ....</b>	<b>8</b>
<b>I.4.1 Rôle de la précipitation durcissement structural. ....</b>	<b>10</b>
<b>I.4.2.1 Durcissement structural des alliages d'aluminium.....</b>	<b>10</b>
<b>I.4.2.2 Durcissement par solution solide.....</b>	<b>10</b>
<b>I.4.2.3 Durcissement par écrouissage.....</b>	<b>10</b>
<b>I.4.2 Mécanismes de précipitation dans la série 2000 : .....</b>	<b>12</b>
<b>I.4.2.4 Précipités durcissant intra granulaires : .....</b>	<b>12</b>
<b>I.5. Les phases MAX : .....</b>	<b>14</b>
<b>1.5.1 Historique général.....</b>	<b>14</b>
<b>1.5.2 Composition chimique : .....</b>	<b>15</b>
<b>1.5.3 Structure cristallographique.....</b>	<b>15</b>
<b>1.5.4 Structure électronique .....</b>	<b>16</b>
<b>1.5.5 Les propriétés des phases MAX : .....</b>	<b>17</b>
<b>I.6. Molybdenum aluminum boride (MoAlB) : .....</b>	<b>18</b>
<b>1.6.1 Borures de métaux de transition binaires : .....</b>	<b>18</b>
<b>1.6.2 Propriétés des phases MAB.....</b>	<b>19</b>
<b>I.7 Conclusion .....</b>	<b>20</b>

## **CHAPITRE II : description de la procédé friction stir processing ( FSP)**

<b>II.1 Introduction : .....</b>	<b>21</b>
<b>II.2 Traitement par friction : .....</b>	<b>21</b>
<b>II.2.1 Description du procédé : .....</b>	<b>21</b>
<b>II.2.2 Caractérisation métallurgique de la zone traitée : .....</b>	<b>23</b>



<b>II.3</b>	<b>Les défauts rencontrés dans le FSP :</b>	<b>26</b>
<b>II.3.1</b>	<b>Les défauts externes :</b>	<b>26</b>
<b>II.3.2</b>	<b>Les défauts internes :</b>	<b>26</b>
<b>II.4</b>	<b>Matériaux composites à matrice métallique :</b>	<b>27</b>
<b>II.4.1</b>	<b>Typologie des composites à matrice métallique (CMM) :</b>	<b>27</b>
<b>II.4.2</b>	<b>Les propriétés des composites (CMM) :</b>	<b>28</b>
<b>II.5</b>	<b>Conclusion</b>	<b>29</b>

## **CHAPITRE III : : Techniques et procédures expérimentales**

<b>III.1</b>	<b>Procédures expérimentales :</b>	<b>30</b>
<b>III.1.1</b>	<b>Représentation des outils :</b>	<b>30</b>
<b>III.1.2</b>	<b>L'opération du FSP :</b>	<b>31</b>
<b>III.2</b>	<b>Le choix du matériau :</b>	<b>32</b>
<b>III.2.1</b>	<b>Découpage de la tôle :</b>	<b>33</b>
<b>III.3</b>	<b>Paramètres Opératoires du FSP :</b>	<b>33</b>
<b>III.3.1</b>	<b>Configuration de l'ajout de la poudre :</b>	<b>33</b>
<b>III.3.2</b>	<b>Déroulement du traitement :</b>	<b>34</b>
<b>III.4</b>	<b>Préparation des échantillons :</b>	<b>37</b>
<b>III.4.1</b>	<b>Découpage des joints soudés :</b>	<b>37</b>
<b>III.4.2</b>	<b>Pré -polissage :</b>	<b>38</b>
<b>III.4.1</b>	<b>Polissage de finition</b>	<b>38</b>
<b>III.5</b>	<b>Prélèvement des échantillons, Essais et caractérisation mécanique :</b>	<b>39</b>
<b>III.5.1</b>	<b>Essai de DRX:</b>	<b>40</b>
<b>III.5.2</b>	<b>microscope optique :</b>	<b>41</b>
<b>III.5.3</b>	<b>Essais de tribologie :</b>	<b>42</b>
<b>III.5.4</b>	<b>Essai de Dureté</b>	<b>44</b>
<b>III.5.5</b>	<b>Essai de microdureté</b>	<b>46</b>

<b>Chapitre IV : Résultats et interprétation.</b>	
<b>IV.1 Introduction .....</b>	<b>48</b>
<b>IV.2 Deffraction des rayon X:.....</b>	<b>48</b>
<b>IV.3 L'évolution de la microstructure : .....</b>	<b>49</b>
<b>IV.4 Essai Dureté : .....</b>	<b>50</b>
<b>IV.5 Essais de Micro dureté :.....</b>	<b>51</b>
<b>IV.6 Essais tribologiques :.....</b>	<b>52</b>
<b>IV.5.1 Calcule de taux d'usure : .....</b>	<b>58</b>
<b>IV.6 CONCLUSION .....</b>	<b>59</b>
<b>CONCLUSION GENERALE.....</b>	<b>60</b>

## Liste des figures

### Chapitre I : l'aluminium et ses alliages

Figure I.1 : i) Cisaillement d'un précipité par une dislocation, ii) Contournement par glissement dévié d'un précipité par une dislocation coin, iii) Contournement d'Orowan de précipités par une dislocation.....	9
Figure I.2 : Figure représentant les précipités durcissant dans la série 2000 a) fines aiguilles,.....	11
Figure I.3 : Extrait du tableau périodique indiquant les éléments M, A et X pouvant réagir pour former une phase MAX. ....	13
Figure I.4 : Représentation schématique des mailles des phases MAX (211), (312) et (413). ....	14
Figure I.5 : la cellule orthorhombique MoAlB.....	18

### CHAPITRE II : description de la procédé friction stir processing ( FSP)

Figure II.1 : schéma de procédé de traitement par friction malaxage (FSP). ....	20
Figure II.2: schéma représente les étapes de traitement par FSP. ....	21
Figure II.3 : Macrographie de la zone traitée. ....	22
Figure II.4 : Noyaux soit en forme de cuvette soit en forme d'ellipsoïde ....	23
Figure II. 5 : Profil de dureté dans le cordon de soudure FSW.....	23
Figure II. 6 : les défauts internes de FSP .....	23

### CHAPITRE III : : Techniques et procédures expérimentales

Figure III.1 : Réalisation des outils FSP. ....	28
Figure III.2: Opération du traitement thermique des outils.....	29
Figure III.3: la fraiseuse utilisée au niveau de l'atelier. ....	30
Figure III.4. : tôle en aluminium série 2024-T3 (épaisseur = 10 mm).....	30
Figure III.5 : découpage de la tôle.....	31
Figure III.6 : Schéma illustratif de l'ajout de la poudre. ....	32
Figure III.7 : Photo illustratif de l'ajout de la poudre.....	32

Figure III.8: bridage de tôle avant le soudage.....	33
Figure III.9 : a) Seller les rainures par un outil sans pions, b) une tôle 2024 après traitement FSP. ....	34
Figure.III.12. La tôle soudée en FSP. ....	35
Figure.III.13 : découpage des échantillons de poudre $Al_2O_3/ MoAlB$ . ....	35
Figure. III.14 : polisseuse à disque tournant. ....	36
Figure III.15 : Polisseuse feutre de finition. ....	37
Figure III.16 : microscope optique.....	38
Figure III.17: Positionnement et dimensions des échantillons de frottement. ....	39
Figure III.18 : les composants de tribomètre. ....	40
Figure.III.19 : image des traces d'usure sur les échantillons 2024-T3 $Al_2O_3/2024-T3 MoAlB$ après passage au tribomètre. ....	41
Figure III.20 : appareil de duromètre.....	42
Figure III.21 : Appareil de microduromètre. ....	43
Figure III.22 : appariel de diffratomètre. ....	43

## Chapitre IV: résultats et interprétation.

Figure IV.1 : Diagramme de diffraction des Rayons X du 2024-T3. ....	48
Figure IV. 2 : La microstructure du composite 2024-T3/ $Al_2O_3$ , (a) à l'état brute (sans traitement), (b) traité par FSP avec trois passes. ....	49
Figure IV.3 : La microstructure du composite 2024-T3/ $MoAlB$ , (a) à l'état traitee par une seule passe, (a) traité par trois passes. ....	50
Figure IV.4 : Profils de micro dureté des composites A2024-T3/ $Al_2O_3$ . ....	51
Figure IV.5 : Profils de micro dureté des composites A2024-T3/ $MoAlB$ . ....	52
Figure IV. 6 : Variation du coefficient de friction par rapport à la distance parcourus du 2024-T3 sans FSP sous la charge 4N .....	52
Figure IV. 7 : Variation du coefficient de friction par rapport à la distance parcourus du 2024-T3 sans FSP sous la charge 7N. ....	53
Figure IV.8: Variation du coefficient de friction par rapport à la distance parcourus du 2024-T3/ $Al_2O_3$ , 1 <sup>e</sup> passe . Sous un chargement de 4N. ....	53

<b>Figure IV.9: Variation du coefficient de friction par rapport à la distance parcourus du 2024-T3/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, trois passes. Sous un chargement de 4N. ....</b>	<b>54</b>
<b>Figure IV.10: Variation du coefficient de friction par rapport à la distance parcourus du 2024-T3/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 1<sup>e</sup> passe. Sous un chargement de 7N.....</b>	<b>55</b>
<b>Figure IV.11: Variation du coefficient de friction par rapport à la distance parcourus du 2024-T3/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, trois passes. Sous un chargement de 7N.....</b>	<b>55</b>
<b>Figure IV.12 : Variation du coefficient de friction par rapport à la distance parcourus du 2024-T3/MoAlB, 1<sup>e</sup> passe . Sous un chargement de 4N. ....</b>	<b>56</b>
<b>Figure IV.13 : Variation du coefficient de friction par rapport à la distance parcourus du 2024-T3/MoAlB, trois passes. Sous un chargement de 4N.....</b>	<b>56</b>
<b>Figure IV.14 : Variation du coefficient de friction par rapport à la distance parcourus du 2024-T3/MoAlB, 1<sup>e</sup> passe . Sous un chargement de 7N. ....</b>	<b>57</b>
<b>Figure IV.15 : Variation du coefficient de friction par rapport à la distance parcourus du 2024-T3/MoAlB, trois passes. Sous un chargement de 7N.....</b>	<b>57</b>

## **Chapitre I : l'aluminium et ses alliages**

<b>Tableau I.1 : propriétés de l'aluminium. ....</b>	<b>2</b>
<b>Tableau I.2 : désignation des séries principales des alliages d'aluminium.....</b>	<b>3</b>
<b>Tableau I.3 : Différents traitements thermiques et leurs symboles.....</b>	<b>7</b>
<b>Tableau I .4 : Tableau récapitulatifs des précipités durcissant dans la série 2000. ....</b>	<b>11</b>
<b>Tableau I.5 : Résumé des principales propriétés des phases MAX.....</b>	<b>15</b>
<b>Tableau I.6 : différents propriétés de céramique ordinaire .MoB et MoAlB .....</b>	<b>17</b>

## **CHAPITRE IV : RESULTATS ET INTERPRETATION.**

<b>Tableaux IV.1 : les valeurs de dureté .....</b>	<b>50</b>
<b>Tableau IV.2 : valeurs des taux d'usure de chaque échantillant. ....</b>	<b>59</b>

### 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 thermochimiques, 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 peut donner naissance à de nouvelles phases fragiles qui par la suite détériore certaines propriétés mécaniques désirées. Le renfort utilisé dans ce mémoire est la nouvelle phase MAB récemment découverte en 2016, qui a la formule chimique  $MoAlB$ , cette phase est une céramique ternaire et nano lamellaire qui combinent certaines propriétés mécaniques des métaux et des céramiques. A titre de comparaison des composites en A2024-T3/ $Al_2O_3$  ont aussi été fabriqués.

Ce mémoire présente la première tentative à ce jour, de fabriquer des composites métalliques renforcées par les phases MAB 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.

Quatre parties importantes forment le document.

-La première partie correspondant au chapitre I, comprend des généralités sur les alliages d'aluminium, la deuxième partie concerne une étude bibliographique sur le MoAlB.

-Le deuxième chapitre est consacré au procédé de traitement par déformation plastique le « FSP ».

Le Chapitre III concerne la présentation des techniques expérimentales du traitement par FSP et les techniques utilisées pour la caractérisation métallurgiques et mécaniques des composites fabriqués.

Le Chapitre IV traite des caractéristiques mécaniques et métallographiques des composites obtenus par le procédé FSP. L'effet de l'intégration de la phase durcissante en poudres et le nombre de passes lors du malaxage sur les propriétés mécaniques (dureté et micro dureté) et le comportement tribologique y est présenté.

Ce de travail de fin d'études est clôturé par une conclusion générale et des perspectives.



## I.1. Introduction :

La première apparition de l'aluminium était en 1854 lors d'une présentation à l'académie des sciences par le chimiste français Sainte-Claire Deville, sous la forme d'un lingot. Cette pièce avait été obtenue par voie chimique. En 1886 il y'a eu l'invention du procédé d'électrolyse l'aluminium par Paul Héroult (France) et Charles Martin Hall (USA).

Depuis, l'aluminium a connu un développement très important grâce notamment à son utilisation dans les industries ayant attiré au transport : aviation, automobile, marine. Il est aussi employé dans l'emballage, le bâtiment, l'électricité, la mécanique...

L'aluminium est un métal très répandu sur la terre, c'est le troisième élément après l'oxygène et le silicium. Les bauxites qui sont des roches riches en aluminium.

La bauxite est le minerai le plus utilisé pour obtenir de l'alumine, matière intermédiaire nécessaire à la fabrication de l'aluminium. La bauxite contient de 40 à 60% d'oxyde d'aluminium hydraté mélangé à de la silice et à de l'oxyde de fer.

L'aluminium est produit par électrolyse de l'alumine dans de la cryolithe ( $\text{Na}_3\text{AlF}_6$ ) fondue, à environ 1000°C dans une cuve comportant un garnissage intérieur en carbone.

L'aluminium se dépose au fond de la cuve avec un titre de 99,7% (les principales impuretés étant le fer et le silicium). Plusieurs procédés de raffinage permettent d'obtenir un titre plus élevé sachant que pour fabriquer une tonne d'aluminium, il faut deux tonnes d'alumine et quatre tonnes de bauxite.

En tonnage, la production d'aluminium ne représente que 2% environ de celle des aciers. Cependant, ce métal et ses alliages arrivent en 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 et ses alliages prennent encore aujourd'hui une place importante dans les différents domaines de l'industrie. Son utilisation s'accroît de jour en jour grâce à ses propriétés particulières.

Les alliages de l'aluminium apparaissent suivant les deux catégories :

- Les alliages non trempant : les différents niveaux de résistance sont atteints en agissant sur les phénomènes d'écrouissage et d'adoucissement par recuit ou restauration série 1000, 3000, 5000 ;
- Les Alliages trempant (à durcissement structural) : les différents niveaux de résistance sont atteints en agissant sur les différents paramètres de la trempe structurale : série 2000, 6000, 7000. [1]

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

Propriété	Valeur	Unité	Remarque
Numéro atomique	13		
Masse volumique $\rho$	2698	$\text{Kg.m}^{-3}$	Pureté comprise entre 99.65% et 99.99%
Température de fusion	660.45	$^{\circ}\text{C}$	Sous $10^5\text{Pa}$
Température d'ébullition	2056	$^{\circ}\text{C}$	Sous $10^5\text{Pa}$
Capacité thermique massique $C_p$	897	$\text{J. Kg}^{-1}.\text{k}^{-1}$	à $25^{\circ}\text{C}$
Conductivité thermique $\lambda$	237	$\text{W.m}^{-1}.\text{k}^{-1}$	à $27^{\circ}\text{C}$
Coefficient de dilatation linéique $\alpha$	23.1	$10^{-6}.\text{K}^{-1}$	à $25^{\circ}\text{C}$
Résistivité électrique $\rho$	26.548	$10^{-9} \Omega .\text{m}$	à $25^{\circ}\text{C}$
Module de Young $E$	69	$\text{G Pa}$	
Coefficient de poisson $\nu$	0.33		

**Tableau I.1 : propriétés de l'aluminium. [1]**

## I.3. Les alliages d'aluminium

Il existe un large panel d'alliages d'aluminium. En effet, les 8 familles existantes possèdent différentes propriétés, des compositions différentes et aussi des usages de ceux-ci différents. À l'intérieur de chaque famille, les alliages ont sensiblement les mêmes propriétés et aussi au niveau de la résistance à la corrosion. C'est en effet ce critère qui rend quasiment impossible, pour une application donnée, le changement d'alliage inter-famille mais le

changement intra-famille reste possible. Il est possible de noter, avec l'avancement de la technologie, que chaque alliage peut être customisé pour une application particulière. L'ajout des différents métaux permet de renforcer les propriétés de l'aluminium qui restent très limitées pour son utilisation à l'état pur dans certains domaines. Cependant, la quantité d'impuretés doit être contrôlée. En effet, une teneur en impuretés trop élevée influe de manière défavorable sur les propriétés de l'alliage. Le dernier paramètre qui peut changer, endommagement exclu, les propriétés d'un alliage est le traitement thermique.

Il existe deux grands types d'alliage d'aluminium : les alliages de moulage et les alliages de corroyage.

- **Les alliages de moulage** : sont des alliages d'aluminium destinés à être modifiés par des techniques de fonderie. Dans cette famille, deux familles se distinguent. Il y a la famille des alliages de première fusion qui sont élaborés à l'aide de l'aluminium primaire et d'un autre côté la famille de seconde fusion où les alliages sont obtenus par refusions des déchets.
- **Les alliages de corroyage** : La famille des alliages d'aluminium de corroyage peut être découpée en deux familles distinctes autant au niveau des propriétés que de la fabrication :
  - ✓ Les alliages à durcissement structural.
  - ✓ Les alliages à durcissement par écrouissage.

Série Désignation	Elément d'alliage principal	Exemple
Série 1000 1XXX	99%d'aluminium au minimum	1050, 1080, 1200
Série 2000 2XXX	Cuivre (Cu)	2007, 2017, 2030.2024
Série 3000 3XXX	Manganèse(Mn)	3003, 3005, 3105
Série 4000 4XXX	Silicium (Si)	4047, 4015 ,4925
Série 5000 5XXX	Magnésium (Mg)	5083, 5086, 5754
Série 6000 6XXX	Magnésium (Mg) et Silicium (Si)	6060, 6061, 6086
Série 7000 7XXX	Zinc (Zn)	7075, 7049,7020
Série 8000 8XXX	Lithium (Li) et autre	8011, 8019

TableauI.2 : désignation des séries principales des alliages d'aluminium [2]

Dans l'état d'équilibre tous ces alliages forment une solution solide faiblement alliée et des phases intermétalliques telles que  $Mg_2Si$  (phase  $\beta$ ). Il existe deux grandes classes d'alliages d'aluminium déformés plastiquement.

### I.3.1 Les alliages à durcissement structurales.

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

Le durcissement structural obtenu par un processus comporte

- **La mise en solution** : solubiliser les éléments durcissement précipités.
- **La trempe** : c'est à dire un refroidissement rapide interdisant toute diffusion afin d'amener cette solution solide dans un état sursaturé métastable.
- **Vieillessement** : à une température inférieure à la température d'homogénéisation, afin de faciliter le retour partiel vers les conditions d'équilibre.

Les principales familles d'alliages à durcissement structural sont : 2xxx, 4xxx, 6xxx, 7xxx

#### A. Série 2XXX : (Al-Cu et Al-Cu-Mg)

- Durcissement dû à la précipitation de formes transitoires des composés d'équilibre  $CuAl_2$  et  $CuMgAl_2$ .
- Excellentes propriétés mécaniques (descendent pour les zones adjacentes aux cordons de soudure).
- En rajoutant Fe + Ni, nous obtenons une précipitation de  $Al_9FeNi$  qui nous donne une bonne tenue mécanique jusqu'à  $230^\circ C$  (fabrication des moteurs à turbine et structures d'avions supersoniques).
- À l'état trempé et vieilli, on a une résistance médiocre à la corrosion.

#### B. Série 6XXX : (Al-Mg-Si)

Normalement on a un rapport massique  $Mg/Si=1.73$ , si on a un excès de silicium on augmente les propriétés mécaniques, mais on diminue la résistance à la corrosion.

- En rajoutant Mn + Cr on augmente la résistance mécanique, la ténacité,
- et on affine la taille des grains.

- En rajoutant Cu (< 0.5%) on monte les propriétés mécaniques.
- Excellente aptitude à la mise en forme à chaud.
- Bonne soudabilité
- Excellente résistance à la corrosion.

### C. Série 7XXX : (Al-Zn)

- Propriétés mécaniques les plus élevées (après traitement thermique)
- Cu (<2%) durcit les alliages, descendre la trempabilité, soudabilité et ténacité.
- Cr (<0.3%) : on augmente leur résistance à la corrosion sous tension.
- Grand intervalle de températures de mise en solution
- Faible résistance à chaud.

## I.3.2 Les alliages à durcissement par écrouissage :

Différent mécanisme de durcissement intervient dans ces alliages (1xxx, 3xxx, 5xxx) pour moduler les propriétés mécaniques tels que :

- **Le durcissement par écrouissage** : est la modification de l'état structural d'un métal ou d'un alliage résultant d'un corroyage ou d'une déformation plastique localisée à température ordinaire. Vous pouvez obtenir de restaurer les propriétés initiales de l'alliage après traitement thermique approprié.
- **Le durcissement par addition en solution** : la présence dans le réseau cristallin de l'aluminium d'addition en substitution ou en insertion constitue un obstacle à la déformation et confère à l'alliage des propriétés de résistance mécanique. On peut superposer à ce durcissement un écrouissage.
- **Le durcissement par l'effet de phase dispersée** : lorsque les teneurs des éléments d'addition dépassent leur limite de solubilité, les éléments d'addition se séparent de la matrice riche en aluminium pour former une seconde phase dont l'effet durcissant est d'autant plus marqué lorsque les particules sont plus dispersées dans la matrice et que leur taille est petite.

**A. Série 1XXX : (99% Al au moins)**

- Propriétés faibles à l'état recuit ECROUISSAGE
- Mise en forme par déformation plastique à froid.
- Excellente tenue en atmosphère humide et marine
- Grande conductibilité électrique et thermique.
- Excellente tenue aux très basses températures.

**B. Série 3000 : (Al-Mn)**

- Très facile à déformer.
- Bonne résistance à la corrosion.
- Facilement soudable
- Remplacent l'aluminium non allié de la série 1000 quand on veut des meilleures propriétés mécaniques.

**C. Série 5000 : (Al-Mg)**

Un séjour prolongé à la température ambiante ou à une température un peu plus élevée provoque une précipitation de  $Mg_2Al_3$  aux joints de grains, ce qui a des conséquences néfastes sur la résistance à la corrosion. Pour pallier cette tendance, on soumet les alliages à un écrouissage suivi d'un recuit de stabilisation.

- Grande aptitude aux transformations à chaude et à froid.
- Excellente soudabilité.
- Très bonne résistance à la corrosion (on peut le monter encore plus par anodisation)
- Grande qualité de leurs états de surface après polissage et anodisation.

**I.4. Désignation des états métallurgiques.**

L'état métallurgique d'un alliage, en lien avec ses propriétés mécaniques, résultant de l'application d'un traitement thermique, est représenté par une désignation standard, décrite pour les alliages corroyés. Un traitement thermique est désigné par les lettres suivantes :

**F** : Tel que fabriqué à chaud

**O** : Recuit ou recristallisé

**H** : Ecoui par déformation à froid

**T** : Traité thermiquement

Les états **F** et **O** n'ont pas de subdivision. Les états **H** et **T** sont définis de façon plus précise par des chiffres complémentaires.

Subdivision de l'état **H** : Pour les pièces écouies, la lettre H est suivie de deux nombres présents.

	Traitement thermique		Symbole
<b>Traitement avec mise en solution séparé</b>	Sans écouissage	Muri	T4
		Revenu	T6
		Sur revenu	T7
	Avec écouissage	Ecoui	T3
		Revenu	T8
		Revenu et écoui	T9
<b>Traitement sans mise en solution séparé</b>	Sans écouissage	Muri	T1
		Revenu	T5
	Avec écouissage	Revenu et écoui	T10
		Ecoui Muri	T11
		Revenu	T12

**Tableau I.3** : Différents traitements thermiques et leurs symboles. [3]

## **I.4.1 Rôle de la précipitation durcissement structural.**

### **I.4.2.1 Durcissement structural des alliages d'aluminium.**

Le durcissement est représentatif de l'accroissement des caractéristiques mécaniques de plasticité (limite d'élasticité, résistance à la traction...). La déformation plastique des matériaux met en jeu la propagation de défauts linéaires du cristal : les dislocations. Tout mécanisme permettant d'augmenter la contrainte nécessaire à ce mouvement est considéré comme un mécanisme de durcissement. Les différents facteurs s'opposant au déplacement des dislocations sont :

- Le frottement du réseau
- Les joints de grains (matériau polycristallin)
- Les atomes en solution solide
- Les précipités
- Les dislocations elles-mêmes

### **I.4.2.2 Durcissement par solution solide.**

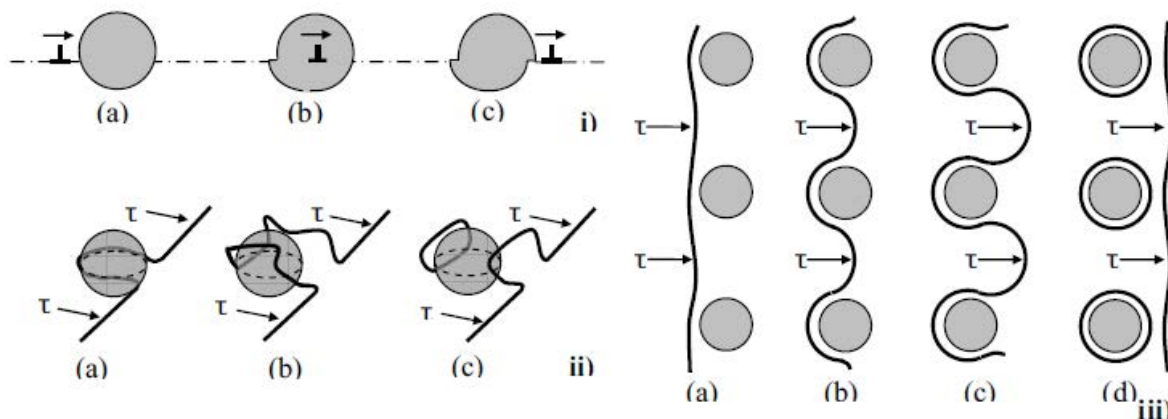
La présence du soluté en solution solide, en insertion ou en substitution dans la matrice, crée des distorsions de réseau. Le champ de contraintes de celles-ci, notamment, limite le déplacement des dislocations.

### **I.4.2.3 Durcissement par écrouissage**

La déformation plastique entraîne une augmentation de la densité de dislocations, qui interagissent entre elles. La forêt de dislocations constitue en effet une série d'obstacles au déplacement des autres dislocations, et contribue à durcir le matériau. Durcissement par précipitation

Les précipités ont pour effet de freiner ou de bloquer les dislocations, augmentant ainsi la limite d'écoulement du matériau. Il existe deux types d'interactions entre les précipités et les dislocations : le cisaillement et le contournement (contournement d'Orowan et glissement dévié). Le schéma regroupé figure I.1 présentent leurs principes. Les précipités contournés sont des obstacles forts, alors que les précipités cisailés sont faibles.





**Figure I.1 :** i) Cisaillement d'un précipité par une dislocation, ii) Contournement par glissement dévié d'un précipité par une dislocation coin, iii) Contournement d'Orowan de précipités par une dislocation.

### 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). [3]

### Cisaillement des précipités :

Les Zones GP naissant au début 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 mais, leur résistance augmente avec leur taille et la propagation de la transformation en particules semi-cohérentes ( $\eta'$ ) et incohérentes ( $\eta$ ). 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 l'apparition d'autres phases avec des grains plus grossiers. Bien que cela fasse augmenter leur résistance, l'agrandissement de la séparation facilite le contournement et adoucit le métal sur- vieillissement). [3]

- **Durcissement par effet de taille des grains :**

Les métaux possédant des grains de petites taille ont une limite d'élasticité plus élevée.

Cet effet est décrit par la loi de Hall-Petch qui relie la limite d'élasticité à la taille de grains (d).

## I.4.2 Mécanismes de précipitation dans la série 2000 :

Les alliages de la famille 200 sont des alliages d'aluminium dont les éléments d'alliages principaux sont le cuivre et le magnésium. Ce sont des alliages avec de hautes caractéristiques mécaniques, qui possèdent une bonne tenue à chaud, mais qui se soudent difficilement par les procédés usuels (en phase liquide tel que le soudage laser) et qui possèdent une mauvaise résistance à la corrosion liée à la présence de cuivre.

### I.4.2.4 Précipités durcissant intra granulaires :

La séquence de précipitation des alliages ternaires Al- CuMg dépend du rapport des teneurs en cuivre et en magnésium.

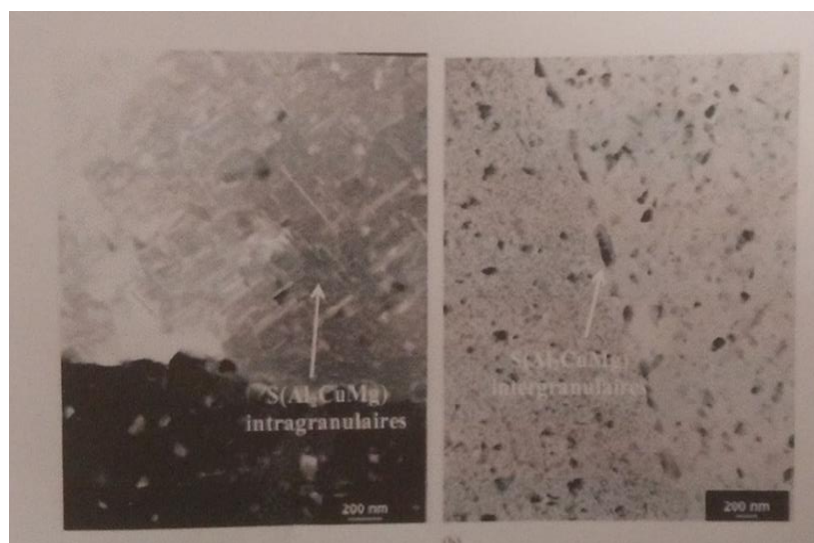
Le ration Cu/Mg pour l'alliage 2024 étant compris entre 2.7 et 3.2, la séquence de précipitation est mixte :

Solution solide initiale  $\rightarrow$  Zone GP  $\rightarrow$   $\theta''$   $\rightarrow$   $\theta'$   $\rightarrow$   $\theta$  (Al<sub>2</sub> Cu)

Zone GPB  $\rightarrow$  S''  $\rightarrow$  S'  $\rightarrow$  S (Al<sub>2</sub>CuMg)

### I.4.2.5 Précipités inter granulaires et état des joints de grains :

Guillaumin et al. Ont également pu observer la présence de phases S(Al<sub>2</sub>CuMg) aux joints de grains sous la forme de fines aiguilles, comme dans la matrice, mais également sous la forme de bâtonnets de 100nm de long. Zhang et al. Ont aussi noté la présence des phases S à la forme de bâtonnets le long des joints de grains mais également des phases  $\theta$ (Al<sub>2</sub>Cu) et Al<sub>20</sub>Cu<sub>2</sub>Mn<sub>3</sub> avec des morphologies identique (figI.). Ils ont aussi rencontré occasionnellement des précipités Al-Cu-Fe-Mn aux joints de grains. Aucune zone appauvrie en éléments d'alliages adjacente aux joints (PFZ) n'a été détectée par ces auteurs (Guillaumin et al, Zhang et al).



a)

b)

**Figure I.2 :** Figure représentant les précipités durcissant dans la série 2000 a) fines aiguilles,

b) Bâtonnets

Nature	Phase	Morphologie	Dimension (longueur L et largeur l en $\mu\text{m}$ )	Références
Composés intermétallique	S-Al <sub>2</sub> CuMg	Forme circulaire	$1 < L < 5$	[Lia 1998]
	Al-Cu-Fe-(Mn)	Forme irrégulière	$L > 5$	[Lia1998]
Dispersoïdes	Al <sub>20</sub> Cu <sub>2</sub> Mn <sub>3</sub>	Bâtonnet	$L=0.2$	[Sta1996]
Précipités durcissant intra granulaires	S-Al <sub>2</sub> CuMg	Aiguille	$0.1 < L < 0.4$ $0.008 < l < 0.03$	[Gui1999,] [Zha2003] [Gen2004]
	Zone GPB	Plaquette	$L=0.004$ $L=0.0002$	[Gen2004] [Cha2000]
Précipités intra- granulaires	S- Al <sub>2</sub> CuMg	Bâtonnet	$0.1 < L < 0.4$	[Gui1999] [Zha2003]

**Tableau I.4 :** Tableau récapitulatifs des précipités durcissant dans la série 2000.

## I.5. Les phases MAX :

### 1.5.1 Historique général

Dans les années 1960, le groupe de Hans Nowotny a 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 jusque dans les années 1990, période au cours de laquelle Barsoum et El-Raghy [2] 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 à 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  $Ti_4AlN_3$ . 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  $M_{n+1}AX_n$  ( $n=1, 2, \text{ ou } 3$ ) ou phases MAX où M est un métal de transition, A est un élément du groupe A et X est C (et/ou) N. Depuis, de nombreuses autres phases MAX ont été synthétisées et ont révélé des propriétés très inhabituelles entraînant de nombreuses études plus fondamentales.

Ces propriétés étonnantes proviennent de la structure en couches (matériaux nanolamellaires) des phases MAX et de la combinaison des liaisons M-X (métallique iono-covalente) 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 électriques, etc.).

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 de la stoechiométrie (211, 312, et 413 correspondant respectivement à  $n=1, 2$  et  $3$ ) et de la configuration de valence des électrons des éléments M et A, [4]

### 1.5.2 Composition chimique :

Les phases MAX tirent leur nom de leur composition chimique. Elles ont pour formule générale  $M_{n+1}AX_n$  (où  $n=1, 2$  ou  $3$ ) où M est un métal de transition, A est un élément du groupe du tableau périodique, X est le carbone et/ou l'azote. Suivant la valeur de  $n$ , les phases MAX sont dénommées phase 211 ( $n=1$ ), 312 ( $n=2$ ) et 413 ( $n=3$ ). La figure I.3 rappelle les différents éléments pouvant être présents dans les phases MAX. [4]

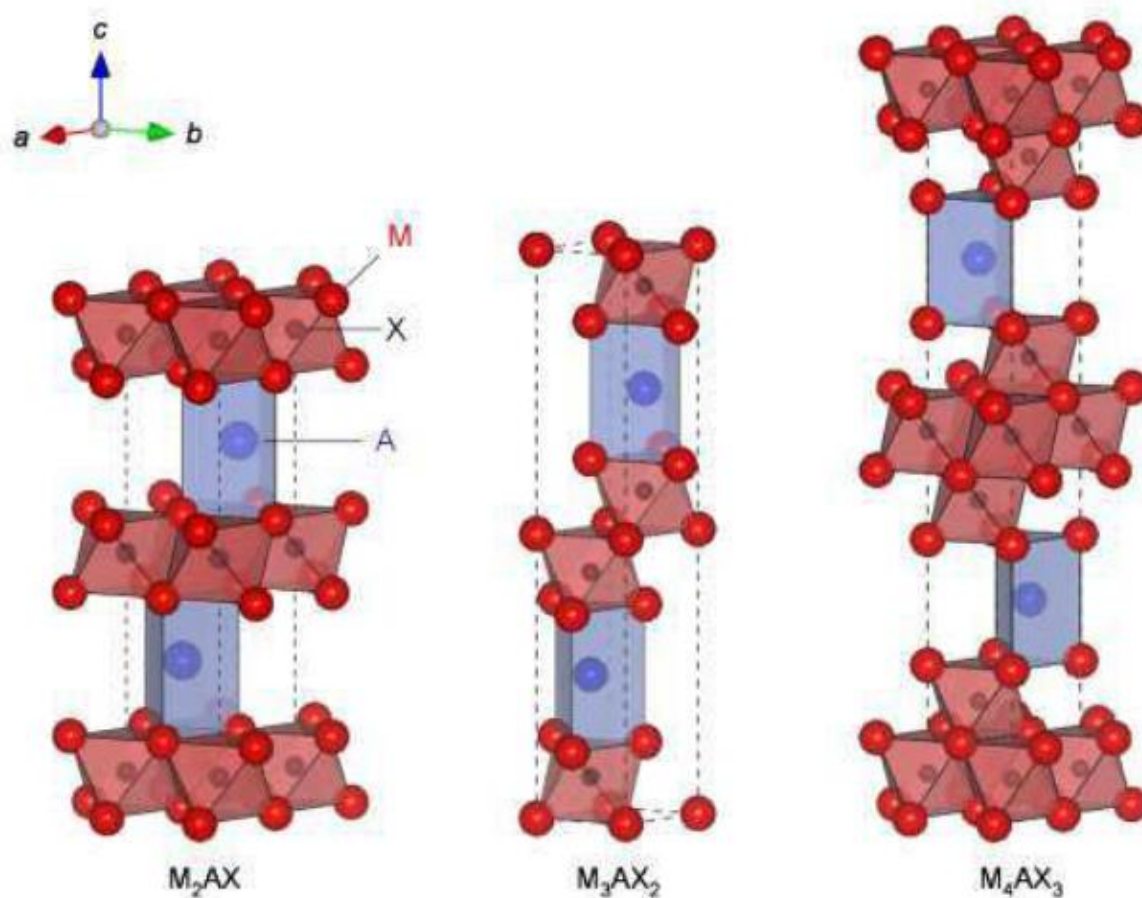
1 IA	2 IIa	Métal de transition M (M)										Elément A (A)					Cou N (X)		18 VIIA
H	He	3 IIIB	4 IVB	5 VB	6 VIB	7 VIIB	8 VIII	9 VIII	10 VIII	11 IB	12 IIB	13 IIIA	14 IVA	15 VA	16 VIA	17 VIIA	He		
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne		
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar		
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	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.3 :** Extrait du tableau périodique indiquant les éléments M, A et X pouvant réagir pour former une phase MAX.

### 1.5.3 Structure cristallographique

Les phases MAX présentent une structure hexagonale et sont représentées par le groupe d'espace  $P63/mmc$ . Les mailles hexagonales des phases MAX 211, 312 et 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.4. On remarque la forte anisotropie de la structure tandis que le paramètre de maille  $a$  est généralement très proche de  $3\text{Å}$ , le paramètre de maille  $c$  est très grand ( $c \sim 13\text{Å}$  (pour une phase 211),  $c \sim 18\text{Å}$  (pour une phase 312) et  $c \sim 23-24\text{Å}$  (pour une phase 413)). [4]



**Figure I.4 :** Représentation schématique des mailles des phases MAX (211), (312) et (413).

#### 1.5.4 Structure électronique

Il est maintenant établi que trois types de liaison, métallique, covalente et ionique coexistent dans les composés binaires TiC et TiN [15]. Les phases MAX présentant des points communs avec ces composés stoechiométriques, 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 Md-Md domine la densité d'état au niveau de Fermi.

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

### 1.5.5 Les propriétés des phases MAX :

Le tableau I.5 résume les propriétés des phases MAX : une combinaison exceptionnelle des propriétés des matériaux métalliques et céramiques.

Propriétés métalliques	Propriétés céramiques
Excellents conducteurs électriques et thermiques	Résistance à l'oxydation
Très résistants aux chocs thermiques	Bonne résistance aux acides et aux bases
Tolérants à l'endommagement	Bonne résistance à la fatigue
Facilement usinables	Réfractaires à haute température (>1300°C)
Faible dureté	Conservation de l'essentiel des propriétés mécaniques
Ténacité élevée	à haute température
	grande rigidité et faible densité

**Tableau I.5 :** Résumé des principales propriétés des phases MAX.

La particularité des phases MAX réside dans leurs propriétés exceptionnelles qui résultent de leur structure nanolamellaire et peuvent être résumées comme la combinaison des propriétés des métaux et des céramiques. Les phases MAX sont généralement rigides, légères, et plastiques à haute température. Elles partagent leurs propriétés thermiques, élastiques, chimiques et électriques avec la phase MX correspondante. Elles sont de bons conducteurs électriques et thermiques et sont résistantes à la corrosion et à l'usure. Les phases MAX

possèdent aussi des propriétés mécaniques uniques : tolérantes à l'endommagement, résistantes aux chocs thermiques et usinables

### **I.6.Molybdenum aluminum boride (MoAlB) :**

Le borure de molybdène et d'aluminium (MoAlB) est un borure de métal de transition ternaire qui a des applications aéronautiques et nucléaires prometteuses. La structure MoAlB est réseau de molybdène-bore (Mo-B) entrelacé par des couches alternées d'aluminium (Al).

Il y'a quelques propriétés spéciales de résistance à l'oxydation à haute température et une tolérance unique aux dommages. De plus, il hérite des propriétés du métal de transition binaire des borures (par exemple, MoB, ZrB<sub>2</sub>) tels qu'une dureté élevée, une température de fusion élevée, des conductivités, résistance chimique, etc. [8]

#### **1.6.1 Borures de métaux de transition binaires :**

Les borures de métaux de transition binaires (par exemple, MoB, ZrB<sub>2</sub>) sont caractérisés par conductivité thermique et électrique, et ils ont aussi des céramiques ordinaires » propriétés telles qu'une dureté élevée, une bonne résistance à l'abrasion, une mauvaise ductilité, etc. ils sont utilisés comme électrodes primaires de batterie, revêtements résistants à l'usure et matériaux structuraux à haute température . Cependant, son application est limitée en raison de la faible résistance à l'oxydation à haute température et des endommagement mécaniques a faible tolérance. Par exemple, la dureté Vickers de monocristaux de molybdène.

Le diborure (MoB<sub>2</sub>) sur la face (001) est compris entre 21,3 et 24,2 GPa, mais l'oxydation du MoB<sub>2</sub> dans l'air commence à 500 °C rapporté par Okada et al . Par conséquent, il entraîne des difficultés de fabrication et des applications limitées à haute température (> 1000 °C)[8]



### 1.6.2 Propriétés des phases MAB

Le tableau suivant représente la Liste de différentes propriétés entre la céramique ordinaire, le métal de transition binaire et le borure et le borure de métal de transition ternaire.

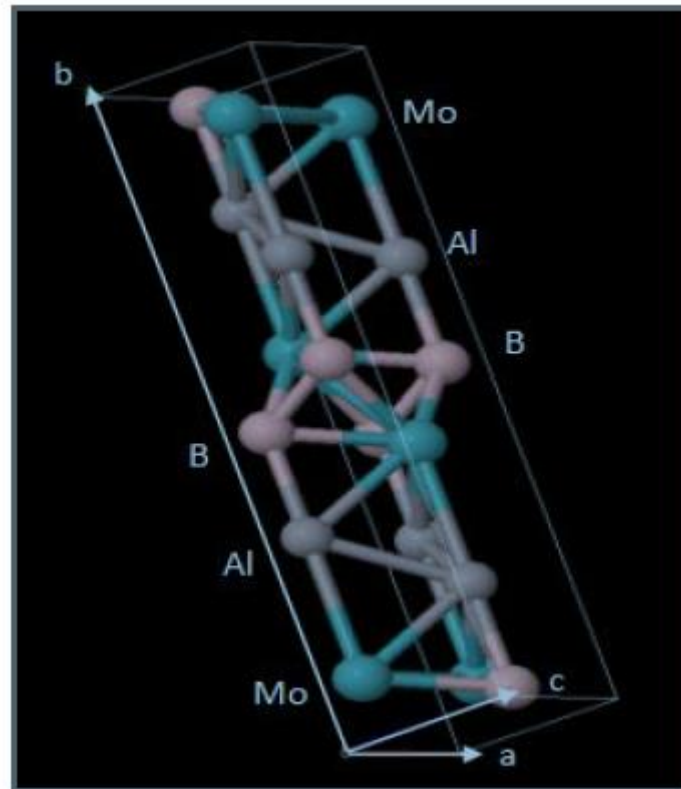
	Commun Propriétés	Électrique et thermique Conductivité	Endommage- ment De Tolérance	Oxydation Résistance à haute Température
Ordinaire Céramique	Haute dureté, haute compressive force, haute point de fusion, haut module d'élasticité, bonne résistance à l'abrasion	Faible	Faible	Faible
Binaire Transition Métal Boride (MoB)		Bien	Faible	Faible
le borure de métal de transition ternaire. (MoAlB)		Bien	Bien	Bien

**Tableau I.6 :** différentes propriétés de céramique ordinaire .MoB et MoAlB

### 1.6.3 Description de la structure cristalline MoAlB

La cellule élémentaire MoAlB du modèle tridimensionnel est illustrée à la figure I.5.

La structure cristalline montre que trois éléments Mo, Al et B s'empilent séquence dans une cellule unité. Les atomes d'aluminium (boules grises) sont pris en sandwich entre molybdène (boules vertes) et atomes de bore (boules roses). L'axe b est beaucoup plus long que les axes a et c. C'est la structure bipyramide qui est l'une des unités orthorhombiques cellules. [8]



**Figure I.5 :** La cellule orthorhombique MoAlB.

### **I.7.Conclusion :**

Ce chapitre a été consacré d'une manière globale aux généralités sur l'aluminium et ses alliages. Nous avons présenté principalement la constitution et donner quelques aspects sur les propriétés physicochimiques d'aluminium, ainsi qu'une classification des alliages d'aluminium selon leur type de durcissement et leur désignation métallurgique. Avec tout ça on a déterminé le rôle et le mécanisme de précipitation dans la série 2000.

Nous terminons avec les phases (MAX, MAB), tout en présentant leurs historique, la composition chimique, propriétés mécaniques, la structure cristallographique et électrique, pour faire une comparaison globale entre les deux phases.

Le prochain chapitre nous allons présenter la description de la nouvelle méthode pour fabrication de notre composite friction stir processing (FSP).

## II.1 Introduction :

Le traitement par friction-malaxage (FSP) est une technique de surface relativement récente. La technologie qui peut être appliquée à de nombreux métaux, y compris l'aluminium, le magnésium, le fer, Cuivre, titane et alliages à base de nickel . Lorsqu'il est appliqué aux métaux coulés, FSP peut éliminer les défauts de coulée tels que la porosité, et améliorer les propriétés mécaniques de leurs surfaces. FSP est une adaptation a soudage par friction malaxage (FSW), un assemblage à l'état solide procédé inventé par Wayne Thomas au Welding Institute UK (TWI) en 1991 . FSP, ainsi que FSW, ne fait pas fondre le métal qui est traité, et c'est un processus à l'état solide.

FSP utilise un outil cylindrique non-consommable avec une broche concentrique à une extrémité. L'outil est tourné et pressé dans une surface matérielle et une combinaison de frottement et adiabatique le chauffage adoucit le matériau, tout en l'exposant simultanément à une action de malaxage , entraînant un mélange homogène et des structures de grains affinées. Le volume du matériau traité de cette manière a des propriétés améliorées, telles qu'une résistance accrue, ductilité et résistance à la corrosion. FSP est actuellement à l'étude pour de nombreuses applications spécifiques d'ingénierie de surface.

## II.2 Traitement par friction :

Le traitement par friction malaxage permet de traiter thermomécaniquement emplacements sélectionnés sur la surface d'un matériau pour améliorer les propriétés spécifiques du matériau. FSP est un dérivé du soudage par friction-malaxage, un procédé à l'état solide pour assembler des alliages d'aluminiums sont difficiles à souder par fusion. FSP utilise les mêmes techniques que FSW, mais FSP est utilisé pour modifier la microstructure locale et ne pas joindre les métaux ensemble (figure II.1).

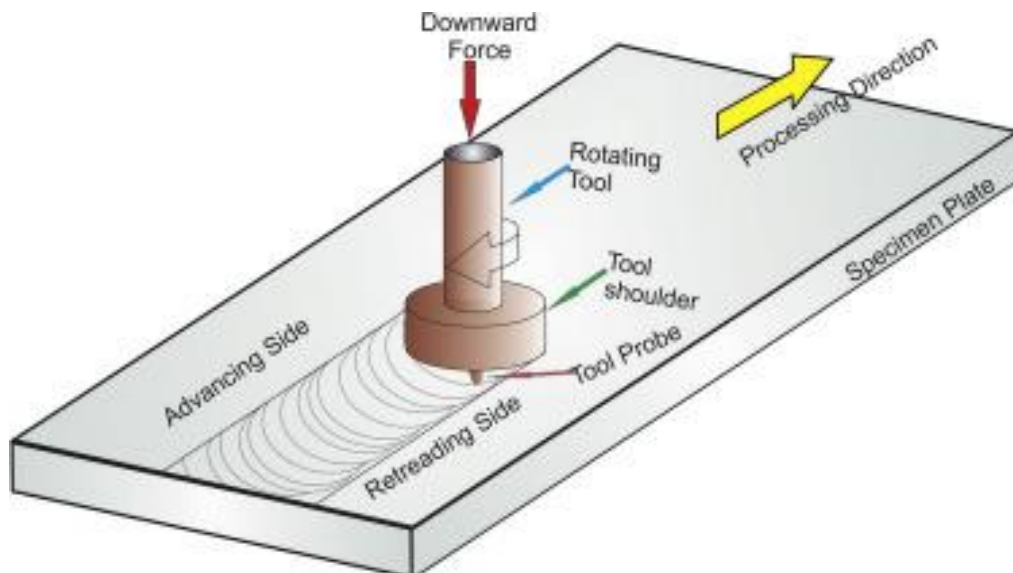
### II.2.1 Description du procédé :

Le procédé de traitement par friction malaxage (FSP), représenté sur la figure II.2(a), met en œuvre un mandrin tournant qui reçoit l'outil de procédé proprement dit, lequel se présente sous la forme d'un cylindre de révolution en acier à haute résistance comportant un épaulement prolongé par une tige ou une pointe coaxiale, elle-même cylindrique ou tronconique.

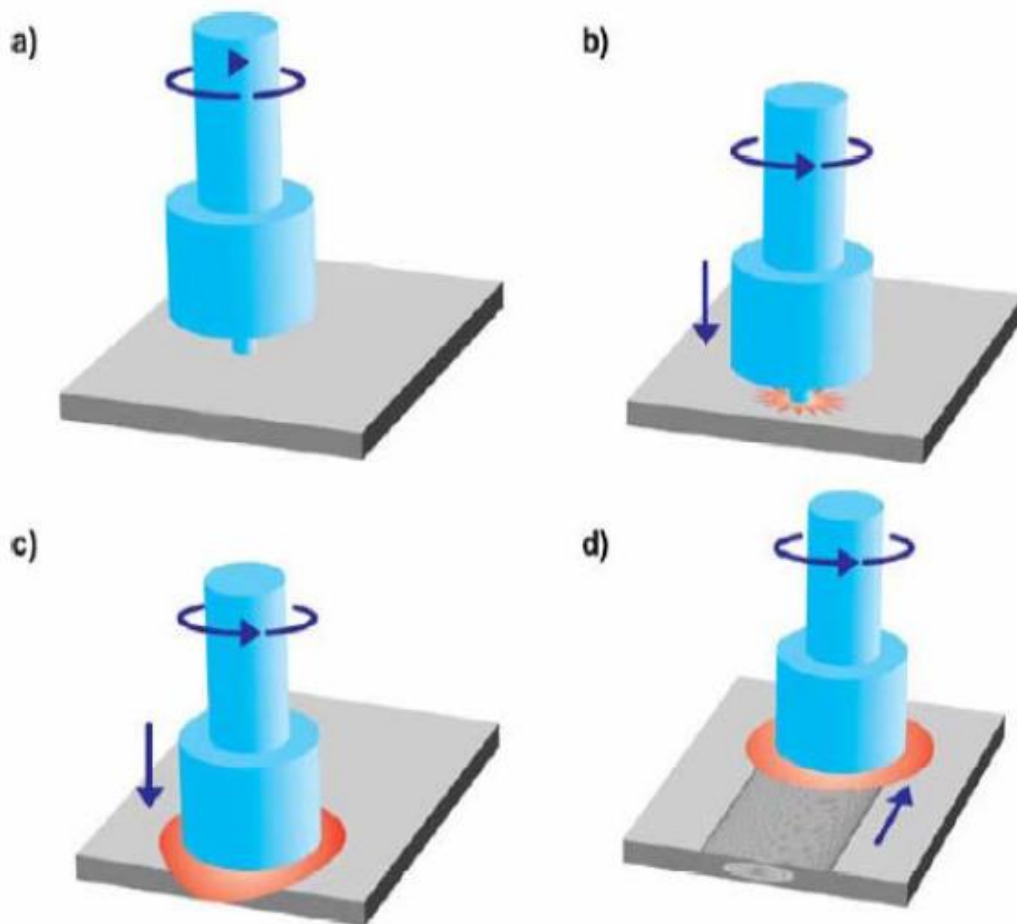
A l'étape 'b', la pointe de l'outil en rotation est plongée dans la pièce et crée de la chaleur. La forme de l'outil consiste en une broche de petit diamètre qui est entièrement insérée dans le métal, et un épaulement concentrique, de plus grand diamètre qui est destiné à empêcher le déplacement vers le haut du matériau à la surface de la pièce.

Lorsque l'outil pénètre dans la surface, la broche rotative crée un échauffement frictionnel et adiabatique. Cette combinaison de chauffage adoucit le matériau de sorte que l'outil peut pénétrer plus loin le Matériel. Au fur et à mesure que l'outil tourne, il induit une agitation et des flux de matière autour de pion. La profondeur de pénétration est contrôlée par l'épaulement et la longueur de pion. L'étape « c » de la figure II.2 représente le contact de l'épaulement avec la surface de matériaux. Ceci étend la zone chaude en raison du chauffage provoqué par l'épaulement de l'outil en rotation. La contrainte d'épaulement sur l'écoulement ascendant de la matière causée par l'action d'agitation de la broche entraîne une action de forgeage sur le matériau déformant.

La vitesse de rotation et de déplacement de l'outil dépendent du matériau et de l'épaisseur des plaques soudées. Généralement, la vitesse de rotation est comprise entre 100 et 1500 tr/ min, et la vitesse d'avance est inférieure au mètre par minute. Cette vitesse de déplacement est toutefois inférieure à celle des procédés par fusion, car la progression de l'outil doit permettre à la matière de fluer correctement de l'avant vers l'arrière.



**Figure II.1 :** schéma de procédé de traitement par friction malaxage (FSP).



**Figure II.2:** schéma représente les étapes de traitement par FSP.

## II.2.2 Caractérisation métallurgique de la zone traitée :

### Évolutions microstructurales

La microstructure des joints traitée par friction malaxage a été découpée selon les régions suivantes (figure II.3) :



**Figure II.3 :** Macrographie de la zone traitée.

**A. Métal de base (MB) :**

Il s'agit de la partie la plus éloignée du centre de la soudure ; dans cette zone, le matériau n'est pas déformé, et bien qu'ayant pu subir un cycle thermique pendant le FSP, n'en est pas affecté en termes de microstructure et de propriétés mécaniques.

**B. Zone affectée thermiquement (ZAT) :**

Dans cette zone plus proche du centre de la soudure, le métal a subi un cycle thermique, dont la température maximum dépasserait 250 °C, modifiant la microstructure ou les propriétés mécaniques [Frigaard et al., 2001].

Cependant aucune déformation notable (observable à l'échelle de la microscopie optique notamment) n'a lieu dans cette région. La forme des grains est identique à celle rencontrée dans le métal de base. L'extension latérale de la zone affectée thermiquement est en général de l'ordre du centimètre.

**C. Zone affectée thermomécaniquement (ZATM) :**

Cette zone, se trouvant autour du noyau, est propre au (FSW ou FSP). Elle est à la fois déformée plastiquement et affectée thermiquement.

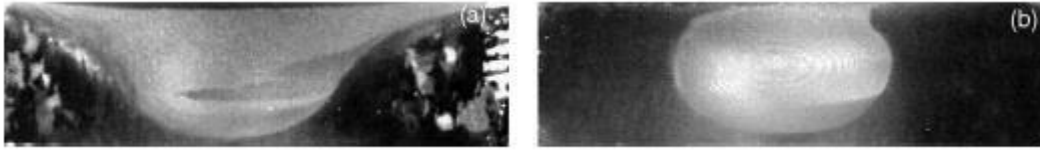
La frontière entre la zone centrale de la soudure et la ZATM est généralement très marquée, souvent plus du côté « advancing side ». Une recristallisation partielle est également observée le long de cette frontière [Su et al. 2003]. L'évolution de la précipitation se traduit dans la ZATM par une dissolution partielle des précipités durcissants et par une précipitation hétérogène des précipités non durcissants [Threadgill et al., 2009].

Dans le cas des alliages d'aluminium, les températures atteintes dans cette région s'échelonnent entre 300 °C et 400 °C.

**D. Noyau soudé :**

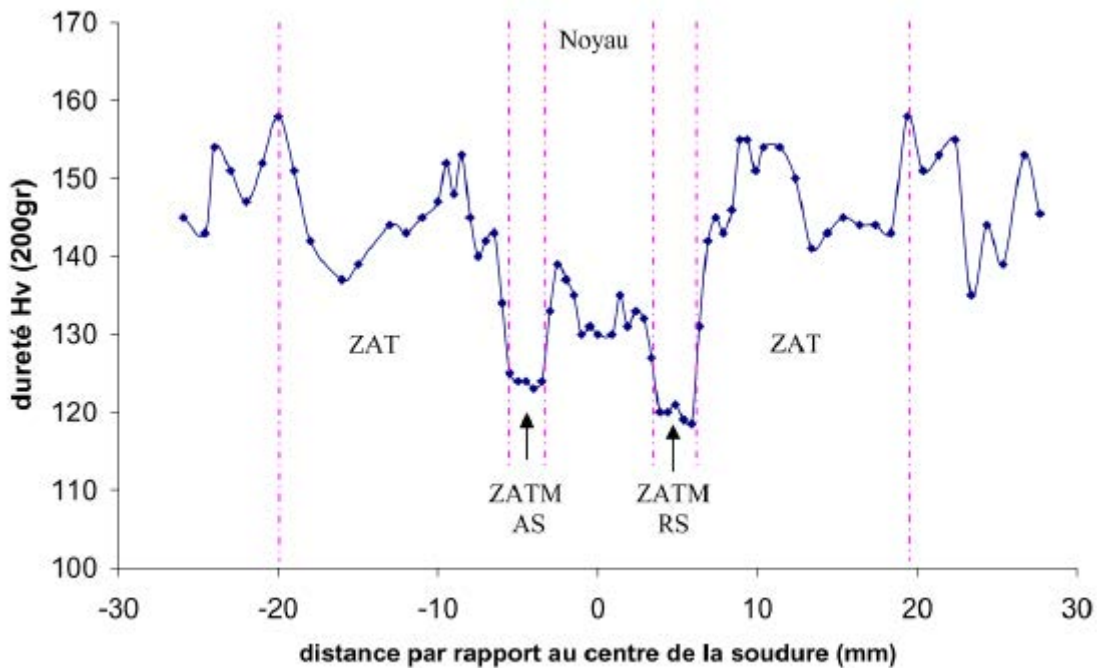
La zone au centre de la soudure est habituellement appelée noyau soudé. Elle correspond aux maximums de déformation et de température. Les mesures de température dans cette région sont délicates et sont estimées à partir de la microstructure finale du joint. Dans le cas des alliages d'aluminium, la température maximum serait comprise entre 425 °C et 500 °C [Threadgill et al. 2009]. La forme du noyau est très variable et dépend étroitement de l'alliage et des paramètres du procédé. [5]

[Mishra et Ma, 2005]. Il peut présenter des formes en cuvette ou des formes ellipsoïdales (figure 5.4).



**Figure II.4 :** Noyaux soit en forme de cuvette soit en forme d'ellipsoïde [Mishra et Ma, 2005].

Son diamètre est légèrement supérieur à celui du pion [Reynolds, 2000]. Cette zone montre souvent un motif en forme d'ellipses concentriques (« onion rings ») comme sur la figure II.4. La microstructure est clairement fine et équiaxe (taille de grains entre 2 et 10  $\mu\text{m}$ ) ; la structure granulaire résulte du processus de recristallisation dynamique continue qui apparaît pendant le soudage [Threadgill et al., 2009]. Dans le noyau, les précipités sont remis en solution et reprécipitent de façon hétérogène lors du refroidissement [Su et al. 2003]. [5]



**Figure II. 5 :** Profil de dureté dans le cordon de soudure FSW [5]

## II.3 Les défauts rencontrés dans le FSP :

### II.3.1 Les défauts externes :

- **Le flash :** le défaut le plus courant et affectent la surface en contact avec l'épaulement.

Correspond à un excès de matière, rejeté sur les bords de la soudure.

Souvent dû à une profondeur de pénétration du pion trop importante, ce genre de défaut est préjudiciable pour les propriétés en fatigue et peut constituer un site privilégié d'amorçage de fissures en fatigue . S'affranchir de la présence de flash est difficile mais une optimisation des paramètres de processus permet de réduire leur amplitude. [6]

- **Groove defect :** lorsque la profondeur de pénétration du pion n'est pas suffisante, le "groove defect" peut apparaître. Ce genre de défaut correspond à l'apparition d'une rigole sur la surface en contact avec l'outil (figure II.6(c)) et peut également être observé si le flux de chaleur apporté par l'outil n'est pas suffisant. [6]

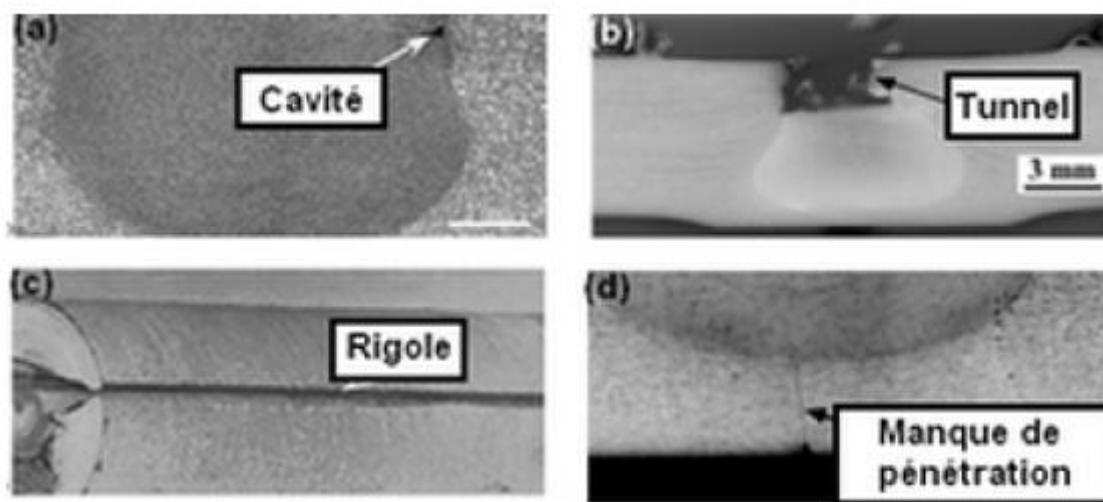
### II.3.2 Les défauts internes :

Les défauts internes pouvant affecter la qualité de la soudure sont plus nombreux et sont potentiellement plus dangereux du fait qu'ils sont souvent indétectables à l'œil nu et nécessitent donc l'utilisation de moyens de contrôle non-destructif (CND) afin de détecter leur présence. On rencontre ainsi les cavités, l'effet tunnel ou encore le manque de pénétration. Les cavités (figure. II.6 a) peuvent apparaître dans la partie centrale de la soudure par manque ou par excès de chaleur.

- **Cavité :** la formation de ce défaut est attribuée à un mauvais malaxage de la matière qui ne peut alors remplir correctement l'espace à l'arrière du pion. Chen et coll., qui ont constaté que l'angle d'inclinaison de l'outil pouvait être un facteur responsable de l'apparition de cavités.
- **Tunnel :** Ce type de défaut correspond à une macro porosité continue le long de la soudure et peut apparaître si le diamètre de l'épaulement n'est pas suffisant. Ou si l'angle d'inclinaison de l'outil n'est pas suffisant. Ce défaut peut aussi être observé en surface de la soudure comme défaut externe (figure II.6(b)). [6]



- **Le défaut de manque de pénétration** : ce type de défaut est dû à une hauteur de pion insuffisante ou à une profondeur de pénétration du pion insuffisante, ayant pour conséquence de ne pas forger la matière et de laisser les chants des tôles partiellement intacts (figure II.6 d).



**Figure II.6:** les défauts internes de FSP

## II.4 Matériaux composites à matrice métallique :

D'après Jawaid (1992) et Bames (1995), le composite à matrice métallique (CMM) est un terme générique utilisé pour une large classe de matériaux composés d'une matrice métallique ductile renforcée et d'un constituant fragile qui est généralement de la céramique. Les composites à matrice métallique (CMM) ont commencé à être appliqués avec succès dans les industries aéronautiques et aérospatiales depuis les années 70. Leur application dans les industries automobiles date du milieu des années 80. De nos jours, les applications et les variétés de CMM sont de plus en plus importantes. [7]

### II.4.1 Typologie des composites à matrice métallique (CMM) :

D'après Sueky et al. (1989), Coelho et al. (1994 et 1995), les CMM à base de particules font partie de la famille des matériaux composites à matrice métallique à renfort discontinu. Les particules de renfort sont sphériques ou polyédriques de diamètre variant de 0.5 à 100  $\mu\text{m}$ . Les

CMM sont obtenus directement par mélange des particules de carbure de silicium ou d'alumine au métal liquide ou semi liquide. [7]

Masounave et al. (1994) divise les composites à matrice métallique à base de particules en deux catégories selon la taille des particules de renfort à savoir :

- Ceux aux larges particules (plus de 100  $\mu\text{m}$  de diamètre) qui sont pourvus d'une grande résistance à l'usure mais sont aussi très difficiles à usiner.
- Ceux aux petites particules (moins de 50  $\mu\text{m}$  de diamètre) qui ont de bonnes propriétés de frottement et sont moins difficiles à usiner.

Selon la nature des particules de renfort, Maswnave et al. (1994) distinguent :

- Les particules molles telles que le graphite et le talc dont l' introduction dans les composites apporte des propriétés de lubrification appréciables.
- les particules dures telles que le carbure de silicium (SiC) qui ont une grande résistance à l'abrasion mais usent très vite les outils de coupe.
- Les particules d'alumine, intermédiaires entre les deux classes précédentes.

#### II.4.2 Les propriétés des composites (CMM) :

Les CMM à matrice d'alliage d'aluminium renforcée de particules de céramique ont un faible rapport poids/volume, une haute résistance à l'usure, une conductivité et une diffusibilité thermique élevées, propriétés qui font d'eux des matériaux de choix pour l'aéronautique, l'aérospatial et l'automobile.

Les CMM peuvent être modulés de façon à obtenir, en plus d'un rapport poids/volume proche de celui de l'aluminium, l'une ou l'autre des propriétés. Suivantes (Jawaid et al. 1992; Zweben, 1988; Stucky, 1989):

- Une rigidité et une résistance à la déformation comparables à celles du titane.
- Une contrainte d'écoulement et un module d'élasticité d'une fois et demie ceux des alliages d'aluminium à haute résistance.
- Une résistance à l'usure approchant celle des aciers.
- Un coefficient d'expansion thermique qui équivaut à celui de l'acier inoxydable ou du béryllium.
- La présence du renfort en céramique permet d'obtenir un pouvoir d'amortissement élevé et de moduler le coefficient de dilatation thermique de zéro jusqu'à la valeur du

métal. Comparés aux céramiques, les CMM particulaires ont une bonne conductibilité thermique et électrique.

### **II.5 Conclusion :**

Nous avons conclu que les composites à matrices métalliques présentent un désavantage de la décomposition des phases renforcées lors de la fusion classique. Ainsi que l'apparition de défauts comme les porosités et une mauvaise adhérence à l'interface métal céramique, vu l'apparition de phases fragiles, qui affecte l'intégrité des composites.

Dans le prochain chapitre nous allons présenter les techniques et procédures expérimentales.

### III.1 Procédures expérimentales :

Dans cette partie nous allons présenter les procédures expérimentales faites, dans un premier lieu nous allons parler sur l'opération de traitement par friction malaxage (FSP), et en second lieu nous allons présenter les techniques de caractérisation mécanique et microstructurales.

#### III.1.1 Représentation des outils :

Les outils FSP ont été conçus au niveau de l'atelier d'usinage de notre département de mécanique à l'université SAAD DAHLEB de BLIDA 1, on a utilisé une forme du pion Circulaire, après découpage des barres en acier XC47, la forme circulaire été usiné par un tour manuel.



**Figure III.1 :** Réalisation des outils FSP.

Le tableau suivant représente les dimensions de l'outil fabriqué :

Forme	Circulaire
Longueur du pion (mm)	2.9
Diamètre de l'épaulement (mm)	20
Longueur de l'outil (mm)	70
Diamètre du porte outil (mm)	Entre 20-24

**Tableaux III.1:** dimensions de l'outil FSP.

Après usinage et fabrication de l'outil FSP, un traitement thermique était indispensable pour augmenter la dureté. Le traitement thermique utilisé était de ramener l'acier à sa température d'austénisation à 900°C pendant 30 minutes, puis faire une trempe à l'huile à une température environ 40°C, la dureté des outils à ce stade est de 50 HRC.

Pour éliminer les contraintes résiduelles on a suivi la trempe d'un traitement de revenu 'détente' à 300°C pendant 1h, à ce stade la dureté finale des outils est estimée environ 45 HRC. L'opération du traitement thermique a été réalisée au niveau du département de Génie mécanique à l'université de Blida 1, la figure suivante représente les outils après le traitement thermique utilisé :



**Figure III.2:** Opération du traitement thermique des outils.

### III.1.2 L'opération du FSP :

L'opération du soudage par friction stir processing (FSP) a été faite au niveau de l'atelier du département de mécanique, et chez Mk-Industrie à Beni Tamou.

La figure représente la machine-outil utilisée pour le soudage. Il s'agit d'une fraiseuse verticale équipée d'une broche porte-fraise verticale et inclinable. Elle est employée soit pour le surfacage, soit pour l'exécution de rainures et de contours droits ou circulaires.

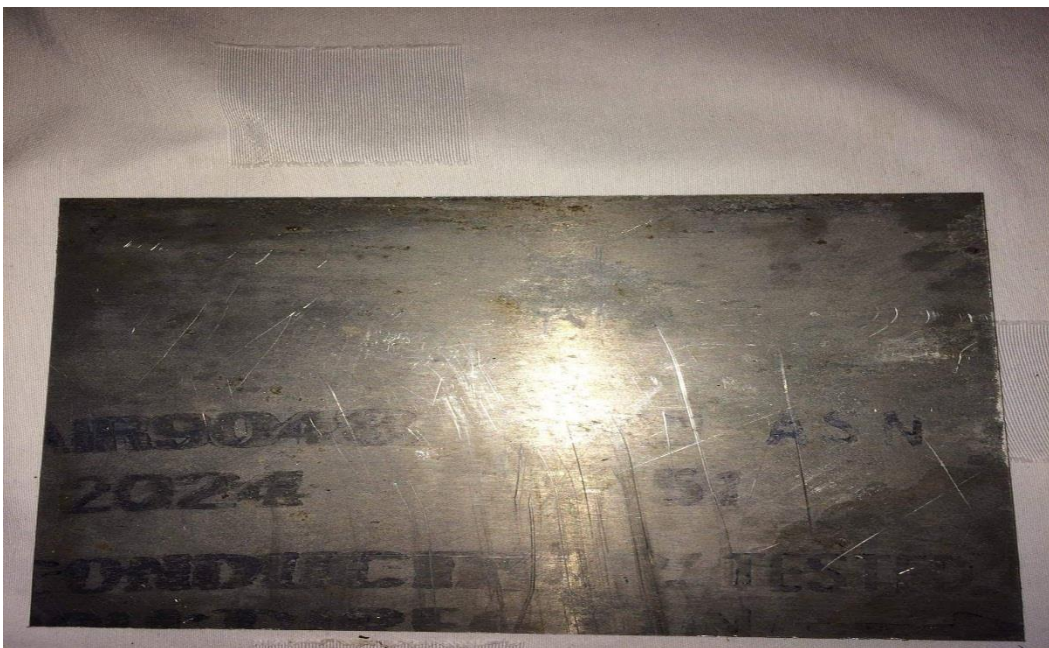
L'outil placé dans une fraiseuse verticale (figure III.3).



**Figure III.3:** la fraiseuse utilisée au niveau de l'atelier.

### III.2 Le choix du matériau :

Notre choix du matériau a été porté sur un alliage d'aluminium 2024-T3 qui sont fréquemment utilisés dans la construction aéronautique.



**Figure III.4. :** tôle en aluminium série 2024-T3 (épaisseur = 10 mm).

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

Le matériau nous été remis, par Dr.Badji au niveau du centre de recherche de technologies industrielles (CRTI) sous forme d'une tôle (120\*240mm) et d'épaisseur de 10 mm.

### III.2.1 Découpage de la tôle :

Dans cette opération, on découpe la tôle en quatre parties à l'aide d'un disque rotatif.

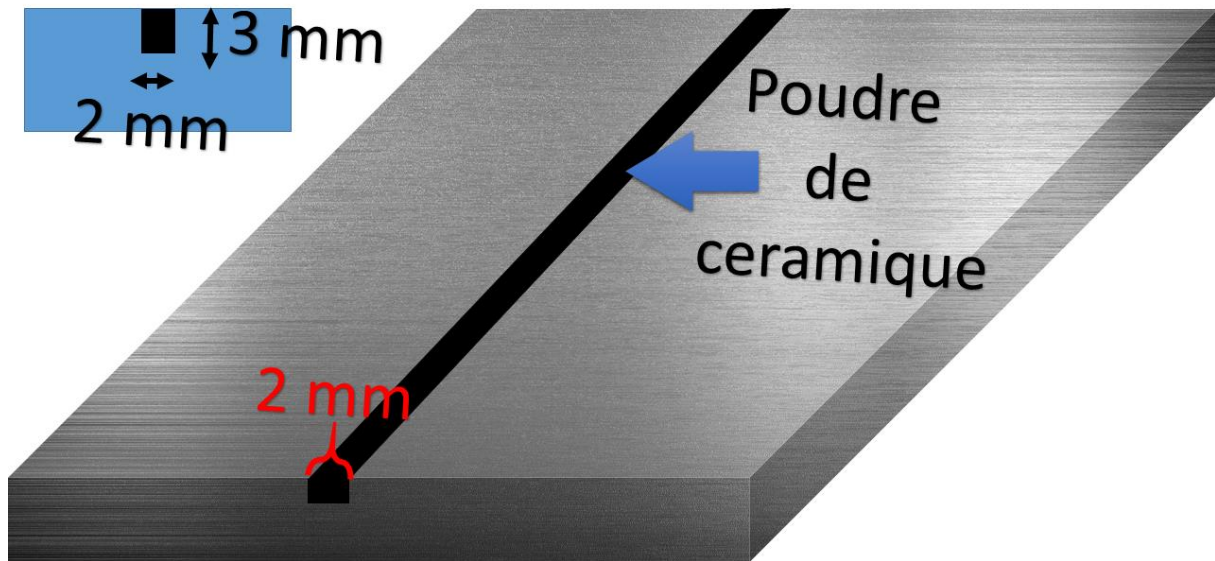


**Figure.III.5 :** découpage de la tôle.

### III.3 Paramètres Opératoires du FSP :

#### III.3.1 Configuration de l'ajout de la poudre :

Deux poudres de céramiques de granulométrie de 1 micron et de 34 micron D' $Al_2O_3$  et d' $MoAlB$ , respectivement. La rainure été de 2 mm largeur et 3 mm de pénétration. Comme illustré dans la figure qui suit :



**Figure.III.6 :** Schéma illustratif de l'ajout de la poudre.



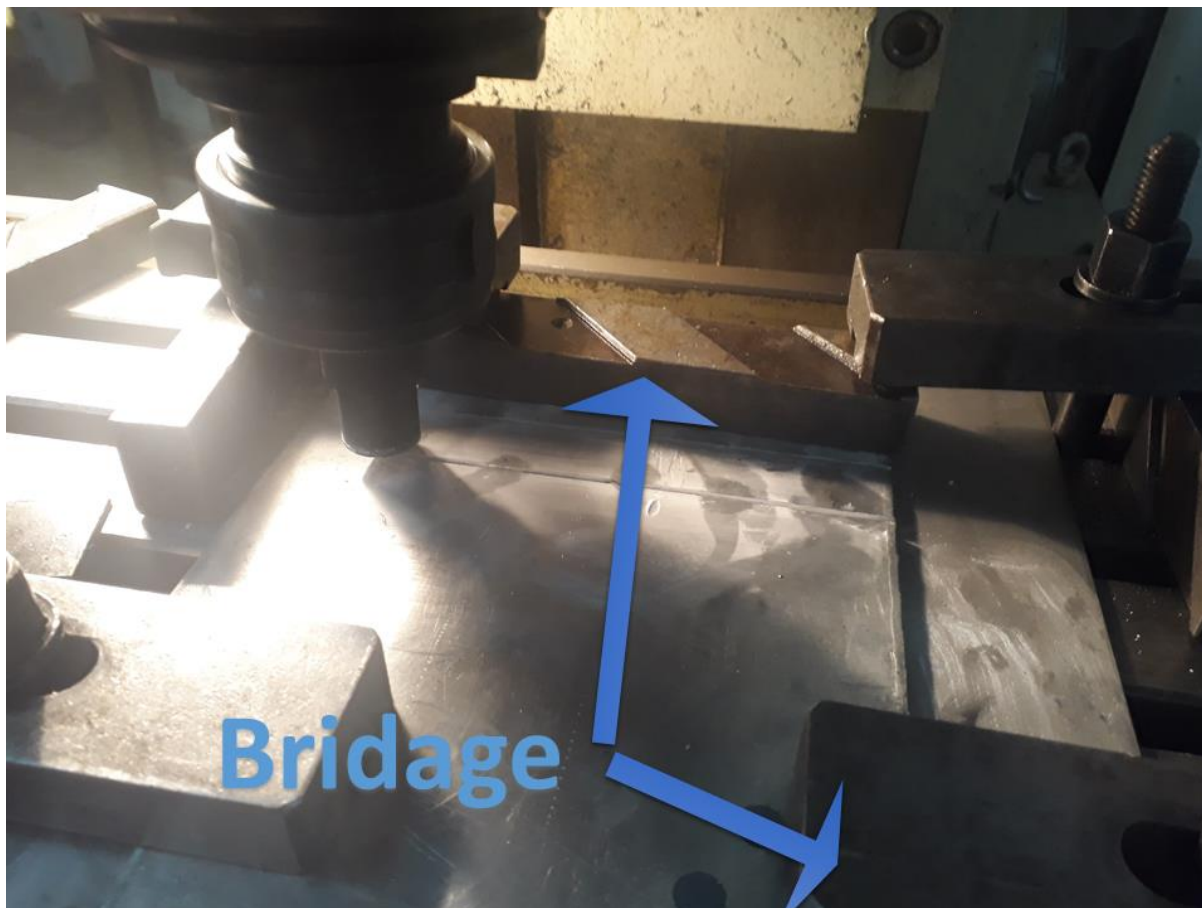
**Figure III.7 :** Photo illustratif de l'ajout de la poudre.

### III.3.2 Déroulement du traitement :

- Montage de l'outil de soudage sur la machine.
- Nettoyage des tôles à traiter.

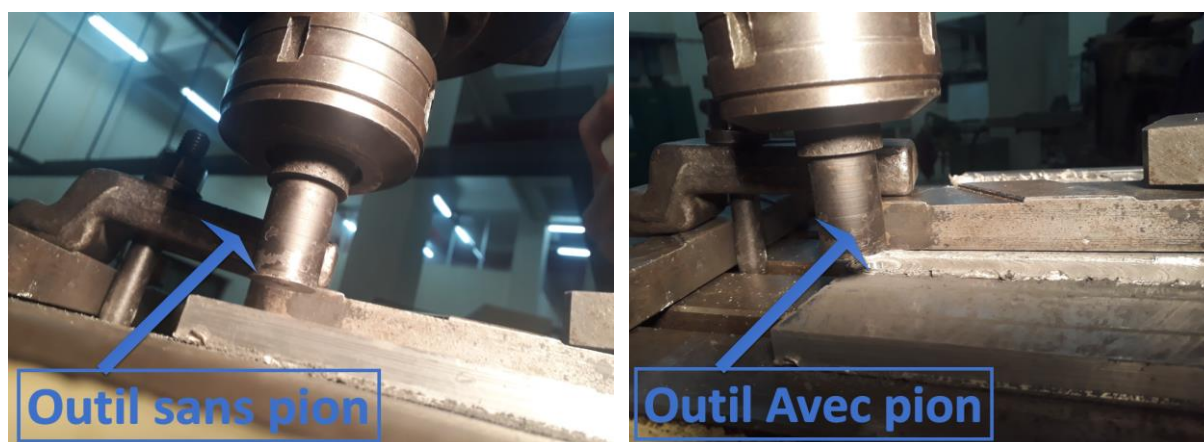


- Positionner les tôles de façon que le bord à souder soit bien parallèle à l'avance du pion pendant le soudage.
- Vérifier la planéité des tôles.
- Centrer l'outil tout au long de la jonction de tôle.
- Fixer la tôle sur la table de la machine à l'aide d'un système de bridage et poser sur une tôle plane d'acier.



**Figure III.8:** bridage de tôle avant le soudage.

Avant de traiter les tôles par friction malaxage on fait passer un outil sans pion sur les joints FSP de la tôle 2024-T3.



**Figure III.9 :** a) Solder les rainures par un outil sans pions, b) une tôle 2024 après traitement FSP.

**III.3.3 Paramètre opératoire du soudage :**

Variante	Vitesse
Profile circulaire	Vitesse de rotation =1400 tr/min Vitesse d’avance =35mm /min

**Tableau III.2 :** paramètre de soudage.

Les autres paramètres utilisés sont :

- Le diamètre de l’épaulement : D= 20mm.
- Le diamètre du pion D= 6mm.
- La longueur du pion L=2.9mm.
- La forme de l’épaulement : circulaire.



**Figure.III.12.** La tôle soudée en FSP.

### III.4 Préparation des échantillons :

#### III.4.1 Découpage des joints soudés :

Dans cette partie on découpe la tôle soudée se forme des échantillons de dimension (20×20mm)



**Figure.III.13 :** découpage des échantillons de poudre  $Al_2O_3/ MoAlB$ .

### III.4.2 Pré-polissage :

Cette opération a été réalisée sur une surfaceuse à disque abrasif (polisseuse) c'est une opération mécanique qui permet d'avoir un état de surface semblable à celui d'un miroir.

Ce polissage a été effectué en plusieurs étapes avec des disques en papier abrasif en carbure de silicium (de plus gros au plus fin 80 à 4000) qui tourne avec une vitesse de 150 à 300tr/min, cette opération était faite sous aspersion d'eau pour éviter l'échauffement de l'échantillon. La polisseuse utilisée au niveau de notre département de génie mécanique.



**Figure. III.14 :** polisseuse à disque tournant.

### III.4.1 Polissage de finition

Le polissage de finition a été réalisé avec la pâte diamante sur un papier feutre afin d'avoir une surface à l'état miroir, la figure montre polissage de finition au niveau de centre de recherche technologie industriel (CRTI) à chéraga.



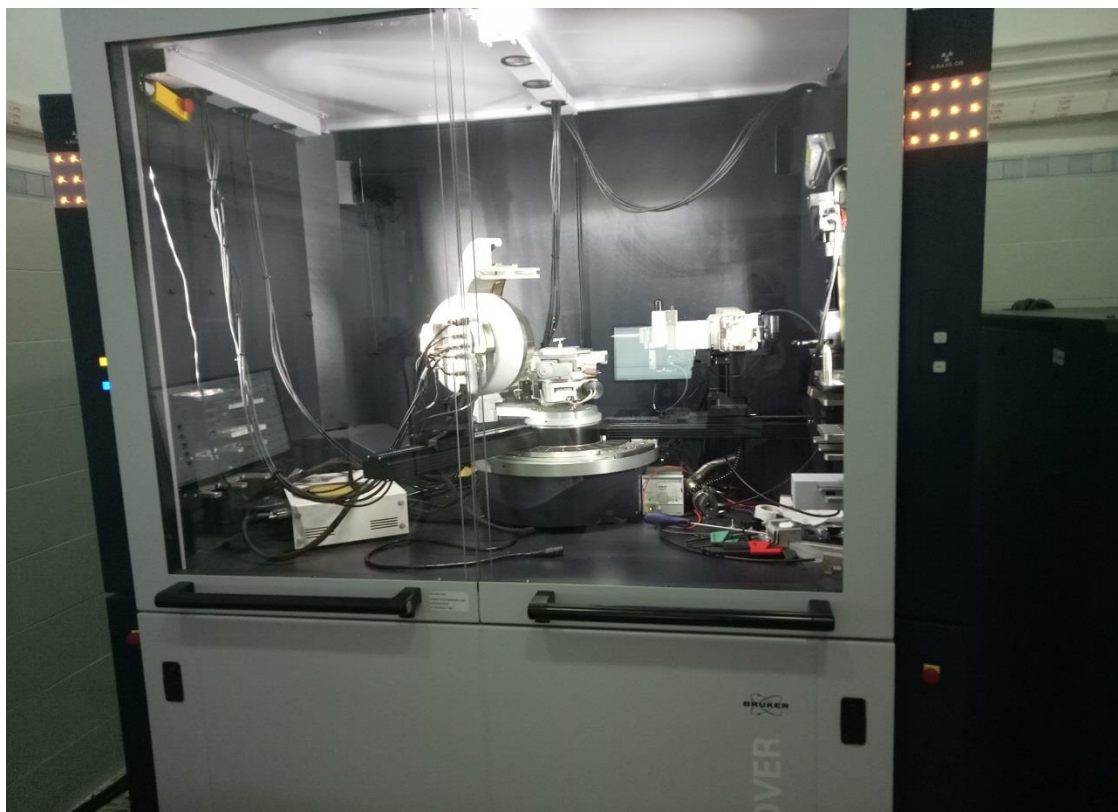
**Figure III.15 :** Polisseuse feutre de finition.

### **III.5 Prélèvement des échantillons, Essais et caractérisation mécanique :**

Après le traitement par friction malaxage (FSP) de plaque d'aluminium, on prélève des échantillons pour contrôler la qualité du joint et appliquer des essais mécaniques (caractérisation métallurgique, dureté, micro-dureté, tribologie, CND, DRX).

#### **III.5.1 Essai de Diffraction DRX :**

Le diffractomètre est un appareil permettant de mesurer la diffraction d'un rayonnement sur une cible.



**Figure.III.22 :** appareil de diffractomètre

### Principes de la DRX

La diffraction des rayons X sur monocristal permet d'étudier les structures cristallines.

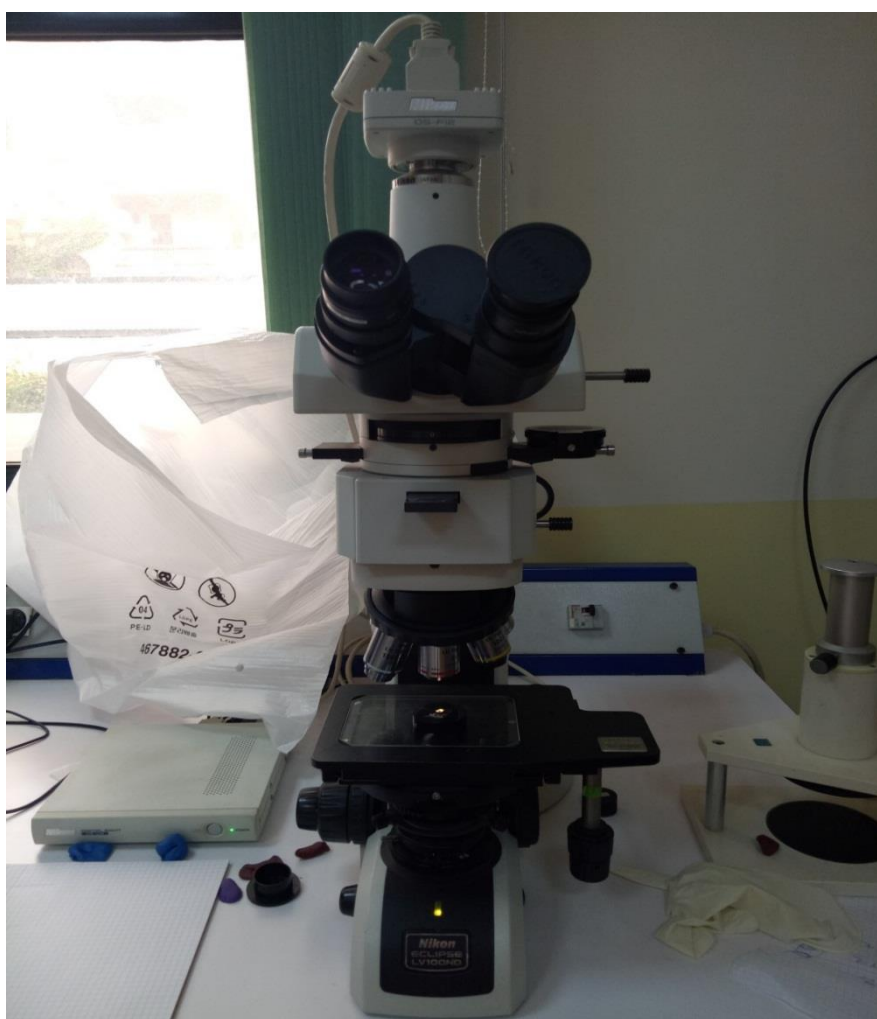
La diffraction sur poudres est principalement utilisée pour l'identification de phases.

C'est une méthode non destructive utilisée pour l'analyse qualitative et quantitative d'échantillons polycristallins. Cette technique est basée sur les interactions de la structure cristalline d'un échantillon avec des radiations de courte longueur d'onde. Lorsque les rayons X entrent en contact avec la matière, plusieurs phénomènes peuvent se produire :

- L'absorption
- La transmission,
- La fluorescence,
- La diffusion,

### III.5.2 Microscope optique :

L'utilisation d'un microscope optique ayant un agrandissement variant de 50 à 1500. Doté d'une caméra numérique au niveau de centre de recherche technologie industriel (CRTI) de cherage nous permis de prendre des micrographies de la microstructure dans le métal de base la ZAT, ZATM, et le NOYAU pour les échantillon de  $Al_2O_3$  et MoAlB (1Passe ,3Passe)



**Figure III.16 :** microscope optique

Le microscope optique permet de visualiser des objets ou des détails invisibles pour nos yeux, dont la résolution est trop faible.

Le microscope optique utilise la lumière. il est doté de :

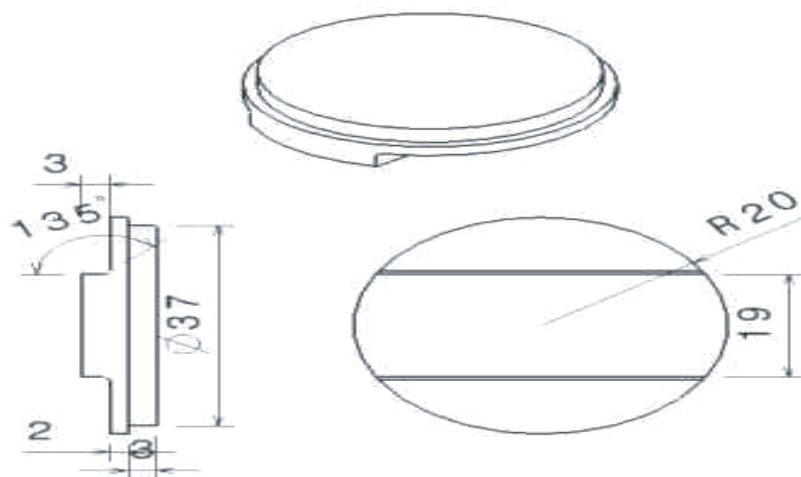
- Deux lentilles

- L'objectif, pour agrandir l'objet que l'on souhaite observer (il existe plusieurs grossissements)
- L'oculaire pour que les rayons arrivent à l'œil de manière parallèle, ce qui permet à l'œil de se reposer.
- Des instruments supplémentaires permettent de régler la quantité de lumière (le diaphragme)

Ou la mise au point (molettes liées à un système de crémaillère) pour affiner l'observation de l'échantillon placé sur la platine porte-échantillon. La résolution des microscopes optiques ne peut être supérieure à 0.2 micromètre, cette résolution étant limitée par la diffraction de la lumière.

### III.5.3 Essais de Tribologie :

La configuration du contact est de type pion-disque. Le pion est tournant alors que le disque reste fixe. Les dimensions du disque sont représentées sur la figure 1. Le pion est de forme cylindrique de 6mm de diamètre et de 15 mm de long. Pion et disque sont fixes aux extrémités de deux arbres coaxiaux par l'intermédiaire de porte-échantillons en superalliage base nickel, lesquels étant solidaires de pièces en céramique (alumine) constituant une barrière thermique



**Figure III.17:** Positionnement et dimensions des échantillons de frottement.





**Figure III.18 :** les composants de tribomètre.

### **A. Tribomètre**

Il s'agit de la méthode d'étude tribologique la plus courante.

Elle a pour but de tester dans des conditions de laboratoire la résistance à l'usure d'un ensemble tribologique forme de deux matériaux

La méthode consiste à mettre en rotation un disque à surface plane formant la partenaire de frottement mobile. Le partenaire de frottement fixe présente une surface sphérique (pion ou bille). Il appui sur le disque de manière excentré.

L'usure générée se manifeste par l'apparition d'un « plat » sur le pion appelé calotte d'usure et d'un sillon circulaire sur le disque.

### **B. Fonctionnement**

La force appliquée est constante et générée par un poids. La force de frottement est mesurée à l'aide d'un dynamomètre.

La vitesse de glissement est maintenue constante la rotation est poursuivie jusqu'à ce que le pion ait parcouru une distance déterminée par passage successifs sur le disque.



**Figure III.19 :** image des traces d'usure sur les échantillons 2024-T3  $Al_2O_3$  /2024-T3 MoAlB après passage au tribomètre.

### III.5.4 Essais de Dureté :

La dureté est un paramètre permettant de caractériser les matériaux. Il existe plusieurs manières de déterminer la dureté d'un matériau dont certaines font l'objet de norme précise.

- La dureté de Mohs.
- La dureté Brinell (HB).
- La dureté Vickers (HV), qui a l'échelle la plus large.
- La dureté Knoop (HK), pour des mesures de petite surface.
- La dureté Rockwell B et C (HR), principalement aux États-Unis d'Amérique.

#### A. Dureté Vickers

La dureté Vickers a été conçue dans les années 1920 par les ingénieurs de la société Vickers en Angleterre. Elle est caractérisée par l'empreinte faite par un identeur sous une charge

donnée durant 15 secondes. L'indenteur est formé d'une pyramide en diamant à base carrée dont les faces opposées font un angle de  $136^\circ$ . La charge appliquée est comprise entre 1 et 120 kgf. Le côté de l'empreinte est de l'ordre de 0,5 mm, la mesure s'effectuant à l'aide d'un appareil optique. La dureté Vickers (HV) est calculée à l'aide de la formule suivante :

$HV = \frac{2F \cdot \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{g \cdot d^2}$	<p><b>HV</b> = Dureté Vickers.  <b>F</b> = Force appliquée [N]  <b>d</b> = Moyenne des diagonales de l'empreinte [mm]  <b>g</b> = Accélération terrestre. [m s<sup>-2</sup>] (9.80665)</p>
--	--



**Figure III.20 :** appareil de duromètre.

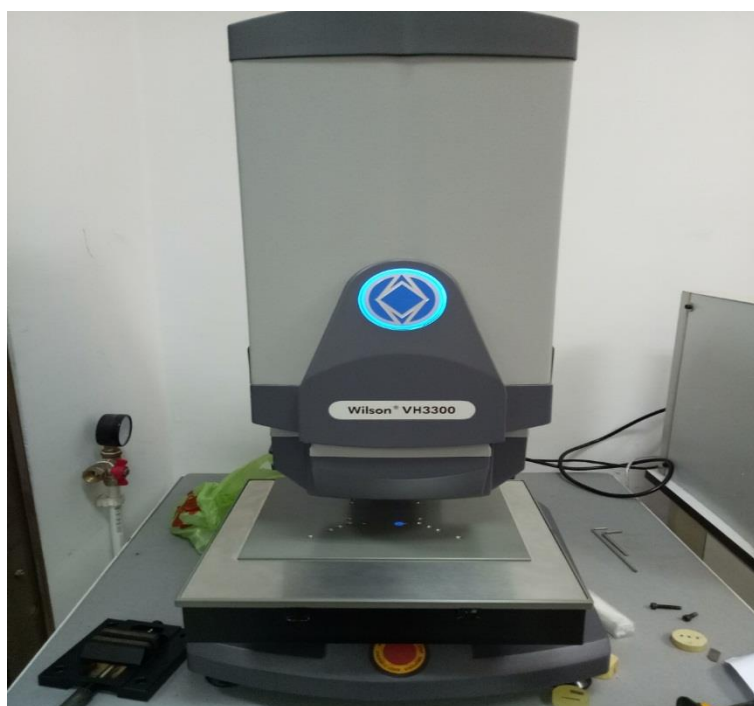
### III.5.5 Essai de micro dureté.

Cette méthode permet de se libérer de la dispersion et de l'imprécision des déterminations des duretés des matériaux rencontrée avec les mesures classique de dureté.

Elle a le même principe de le méthode statique, mais une charge appliqué à l'indenteur inférieur à (1kg) . et la taille de l'empreinte laissée par la pointe sur la surface peut varier de quelques centaines de micromètres. Elle permet de résoudre de nombreux problèmes tels que : La mesure de la dureté des couche minces, évaluation de l'écrouissage local , exploration d'alliage à phases multiples.

Des phénomènes influençant les mesures des microduretés nécessitent certaines précautions opérations tels que :

- L'empreinte doit être suffisamment nette pour permettre une lecture précise, ce qui exige un bon état de surface de la pièce testée.
- La légère croissance de dureté jusqu'à à la charge de 1kg. Montre la nécessité de spécifier la charge sous laquelle de mesure a été fait pour obtenir des résultats comparables.
- Prendre en considération la charge maximale à appliquer de manière que la dureté du métal support n'intervienne pas dans les mesures.



**Figure III.21 :** Appareil de microduromètre.

Le microduromètre est un appareil entièrement automatisé offre une plateforme entièrement intégrée pour le contrôle complet de la dureté Vickers et Knoop. Allant de conceptions à châssis modulaire, palatine et optique et optique de pointe à une interface utilisateur complète le microduromètre peut être construit de manière à répondre aux besoins des applications à court moyen et long terme

### IV.1 Introduction :

Dans ce chapitre nous avons interpréter les résultats de tous les essais de caractérisation que nous allons s'exprimé dans le chapitre 3 (technique et expérimentale).

Cette caractérisation nous a permis d'observer et d'analyser les déférentes grandeurs (dureté, micro-dureté, coefficient de friction et le taux d'usure) de chaque échantillon de caractérisation.

### IV.2 Diffraction des Rayons X :

La figure suivante (IV.15) représente la diffraction des rayons X du métal de base (2024-T3). L'analyse a révélé la présence d'une phase majoritaire qui est l'Al et une phase secondaire qui est l'Al<sub>2</sub>Cu. L'aluminium est représenté par un carré et l'Al<sub>2</sub>Cu par un triangle.

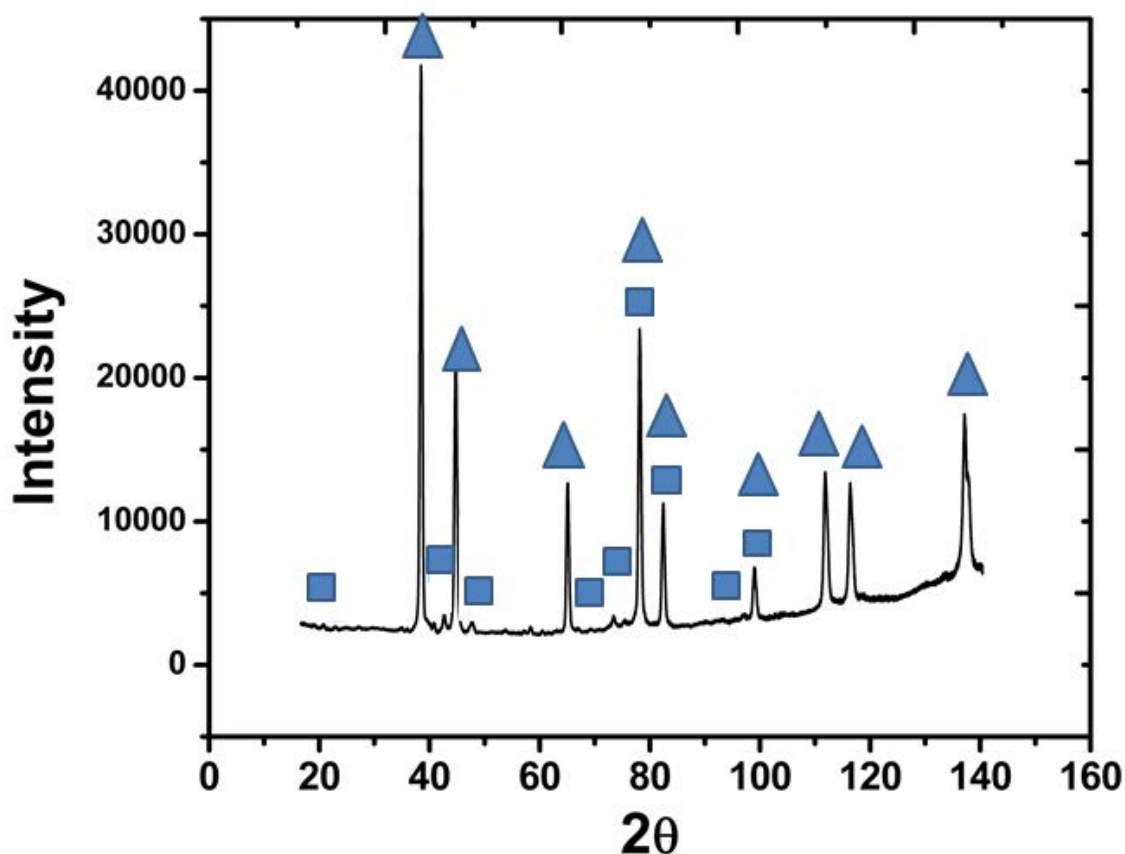
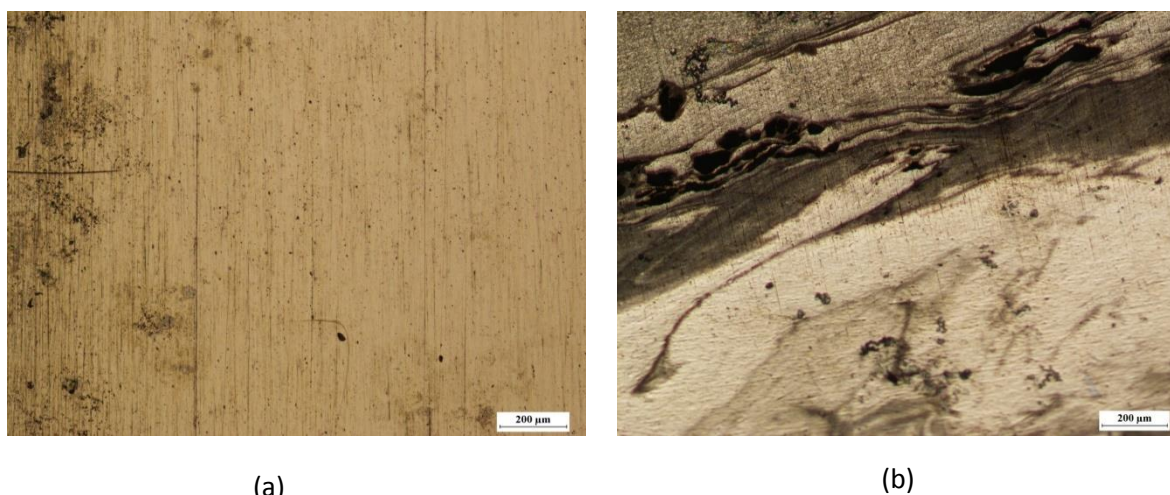


Figure IV.1 : Diagramme de diffraction des Rayons X du 2024-T3.

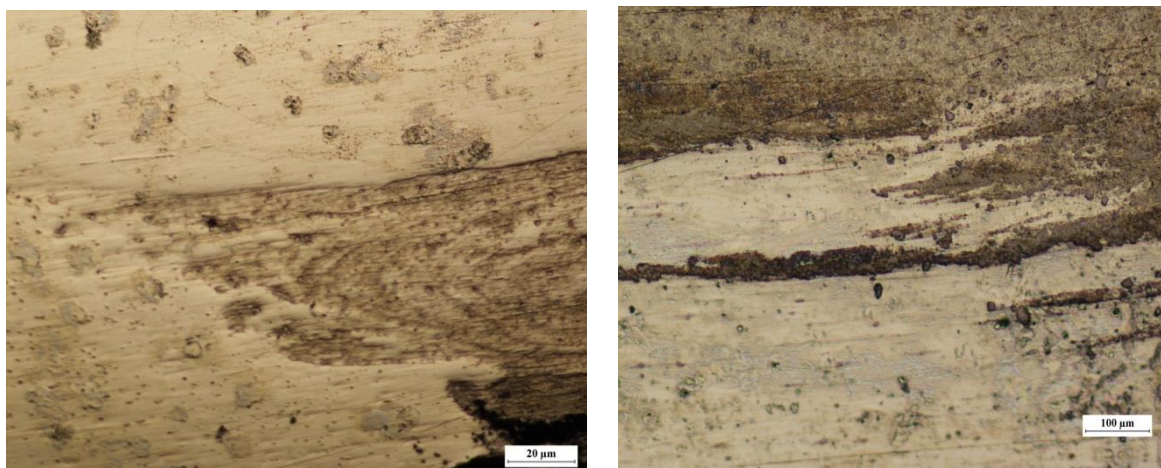
### IV.3 L'évolution de la microstructure :

La figure (IV.2a) représente les micrographies d'un échantillon à l'état traité brute, à titre de comparaison avec la microstructure traitée avec trois passes par FSP, la poudre a été intégrée avec succès dans la matrice d'aluminium (Figure IV. 2b). La poudre en  $Al_2O_3$  utilisée avait une taille micrométrique d'environ  $1\ \mu m$ .

La poudre utilisée pour la fabrication des composites à matrice d'Al2024-T3/MoAlB, été de taille d'environ  $34\ \mu m$ , ce qui est remarquable c'est qu'après une seule passe, la poudre n'a pas été bien malaxée avec la matrice d'aluminium (Figure IV.3a) en comparant cette micrographie de l'échantillon fabriqué par trois passes.



**Figure IV. 2 :** La microstructure du composite 2024-T3/ $Al_2O_3$ , (a) à l'état brute (sans traitement), (b) traité par FSP avec trois passes.



(a)

(b)

**Figure IV.3 :** La microstructure du composite 2024-T3/MoAlB, (a) à l'état traité par une seule passe, (b) traité par trois passes.

Il faut noter que les traitements par friction malaxage par plusieurs passes ont été conduits dans la même direction.

#### IV.4 Essai Dureté :

Dans ce qui suit nous allons prendre les échantillons et faire des tests de dureté en surface, les valeurs de dureté sont regroupées dans le tableau suivant :

N° D'essai	2024-T3 (Sans FSP)	2024-T3 3 passes	MoAlB 1 <sup>e</sup> passe	MoAlB 3 passes	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 1 <sup>e</sup> passe	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 3 passes
1	128.2HV	114.3 HV	147 HV	126 HV	99 HV	106 HV
2	130.2 HV	114.9 HV	143 HV	128 HV	97 HV	104 HV
3	127.9 HV	114.4 HV	142 HV	130 HV	103 HV	99 HV

Moyen	128.76 HV	114.53 HV	144 HV	128HV	99.66 HV	103 HV
-------	-----------	--------------	--------	-------	----------	--------

**Tableaux IV.1 :** les valeurs de dureté



Les valeurs de micro dureté pour les échantillons traités avec FSP sans l'intégration de poudre, ont révélé une chute significative en micro dureté ceci est bien expliqué en littérature, par l'effet de la dissolution des précipités durcissantes à cause de la chaleur générée lors de la friction. L'intégration de la poudre du MoAlB a révélé une bonne dureté qui a augmenté par rapport au métal de base. Les duretés ont été mesurées au centre du traitement.

Par contre, composites Al2024-T3/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ont révélés une chute en dureté, ceci reste un mystère à expliquer, vu que l'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (2100 HV) présente une dureté plus importante que le MoAlB (1100 HV). Plus de travail doit être fait pour comprendre ces résultats.

#### IV.5 Essais de Micro dureté :

Les valeurs de microdureté des quatre échantillons sont présentées dans les graphes suivants :

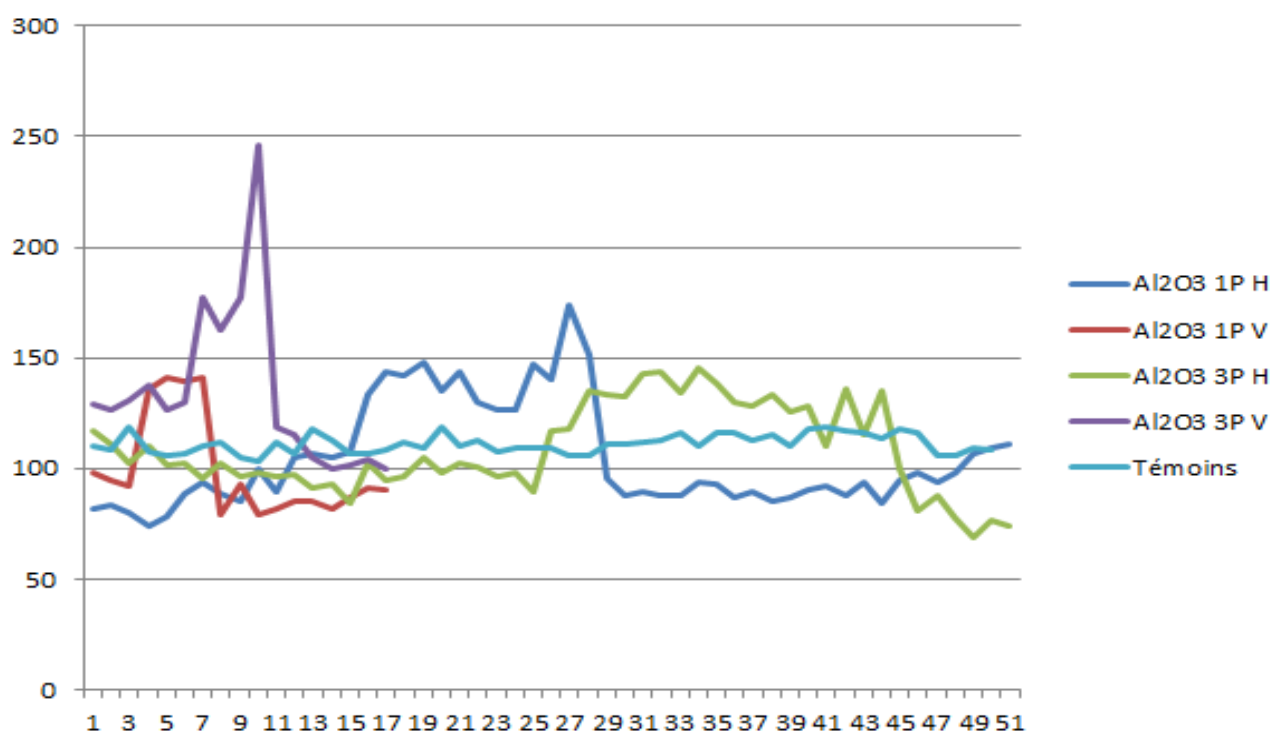


Figure IV.4 : Profils de micro dureté des composites A2024-T3/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

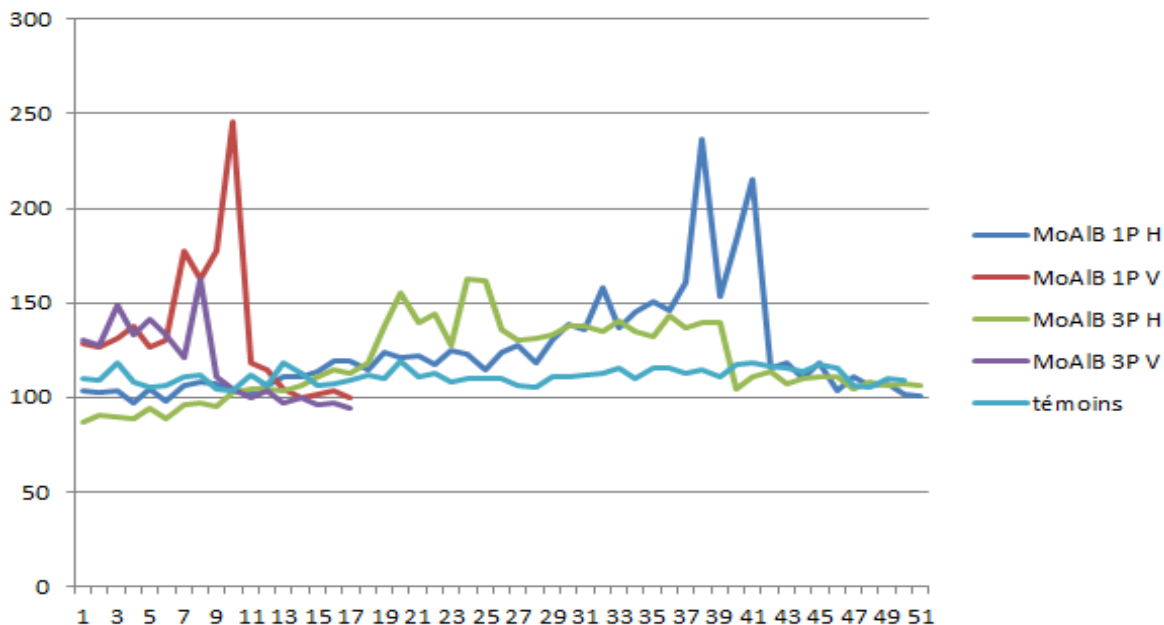


Figure IV.5 : Profils de micro dureté des composites A2024-T3/MoAlB.

#### IV.6 Essais tribologiques :

La variation du coefficient de friction des échantillons 2024-T3 sont présentés dans la figure IV.6, sous un chargement vertical de 4N et 7N.

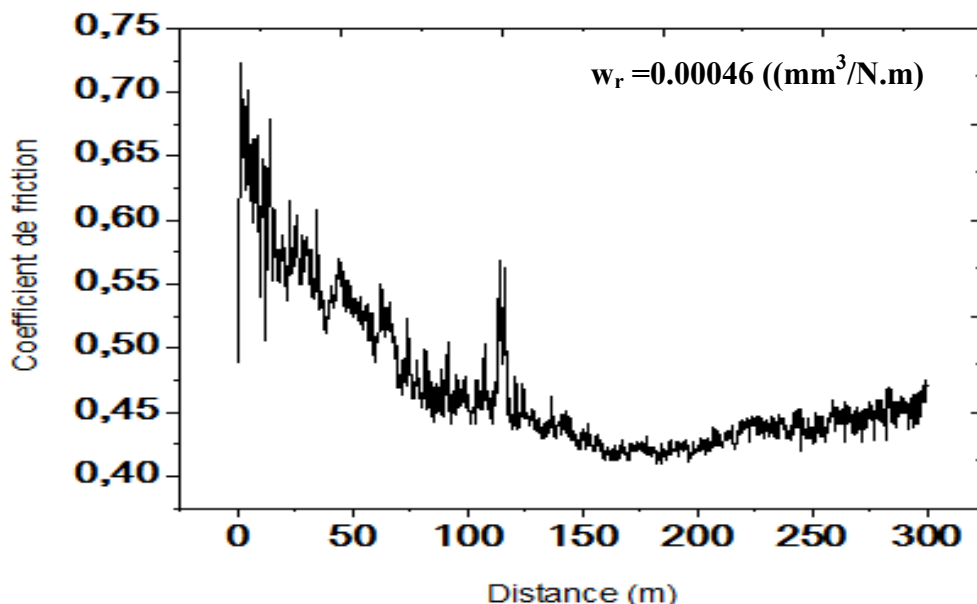
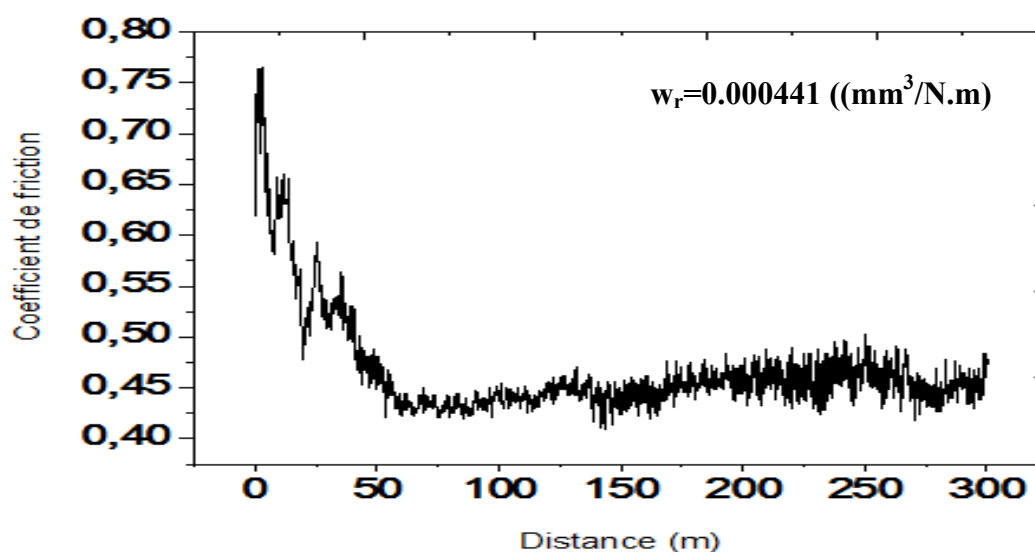


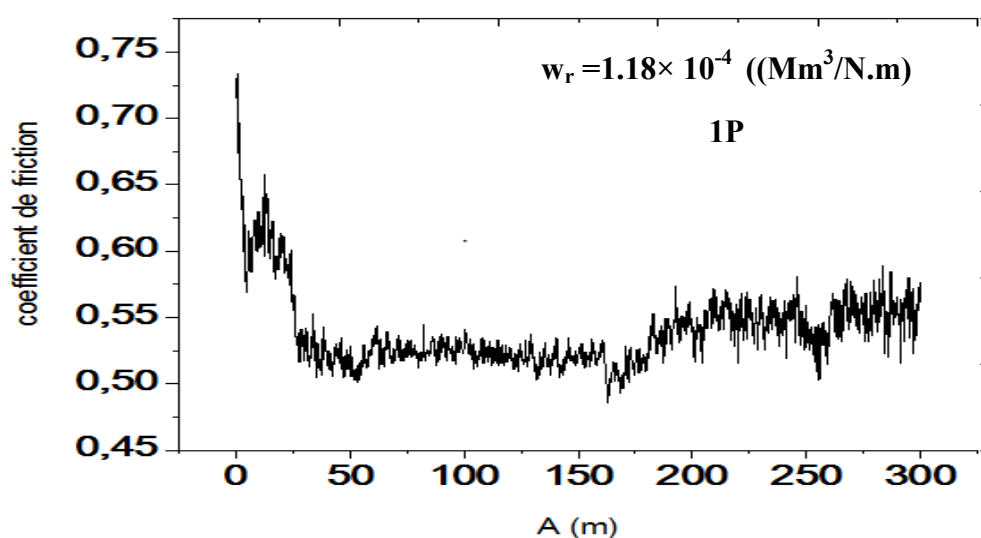
Figure IV. 6 : Variation du coefficient de friction par rapport à la distance parcourus du 2024-T3 sans FSP sous la charge 4N



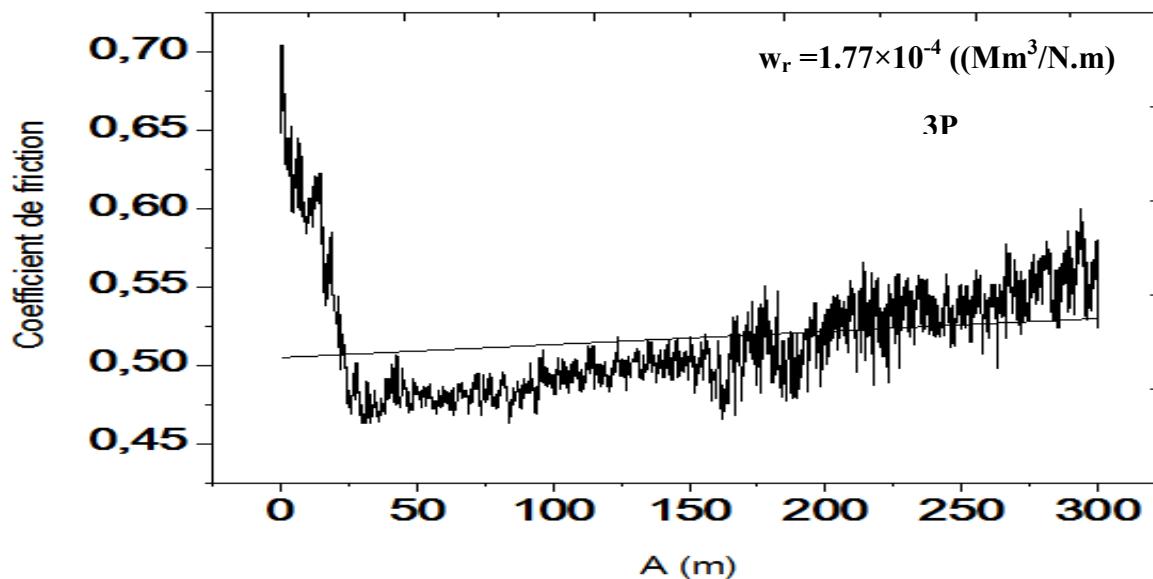
**Figure IV. 7 :** Variation du coefficient de friction par rapport à la distance parcourus du 2024-T3 sans FSP sous la charge 7N.

A la charge 4N on constate que le coefficient de friction est instable dans l'intervalle de distance [0 ; 150]. Au-delà de 150 le coefficient devient stable et il est compris entre 0.4 et 0.45 tandis qu'à la charge 7N on remarque que ce coefficient est très élevé au début et prend les valeurs entre 0.75 et 0.5 puis ses valeurs varient peu entre 0.4 et 0.45

Les résultats de l'examen tribologique de deux échantillon 2024-T3/AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub> traitées avec FSP par 1<sup>e</sup> passe et 3 passes respectivement, sont représentées dans les graphe ci-dessous



**Figure IV.8:** Variation du coefficient de friction par rapport à la distance parcourus du 2024-T3/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 1<sup>e</sup> passe . Sous un chargement de 4N.



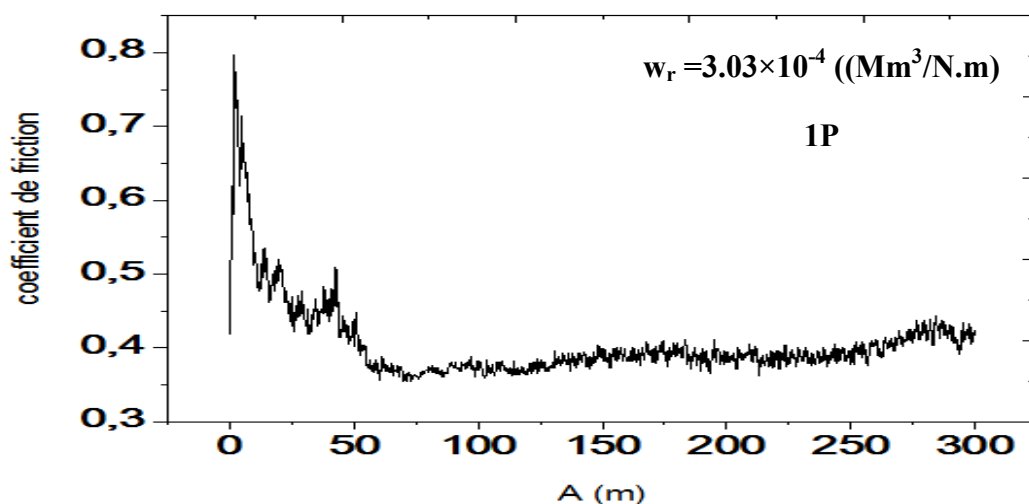
**Figure IV.9:** Variation du coefficient de friction par rapport à la distance parcourus du 2024-T3/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, trois passes. Sous un chargement de 4N.

Pour le graphe qui traduit les résultats obtenus après mise en place de l'échantillon Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1 passe dans le tribomètre on voit que le coefficient de friction est instable et diminue depuis sa plus grande valeur de 0.73 jusqu'à ce qu'il arrive à la valeur de 0.5 cette valeur correspond à une distance de 50m distance à partir de laquelle il se stabilise dans des valeurs proche 0.50

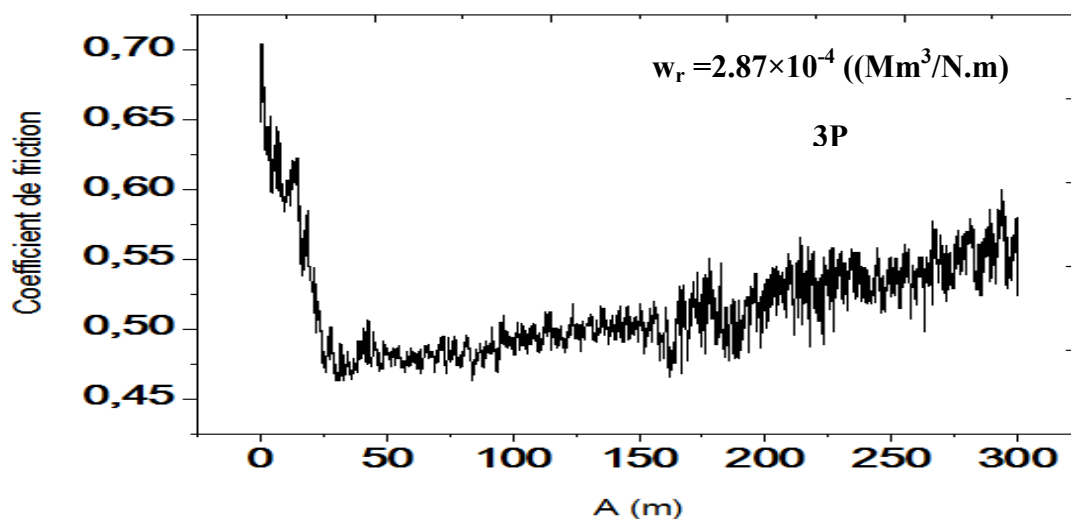
Un échantillon Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> passé 3 fois sous l'outil. Son coefficient comme suit :

Dans un premier temps et ce qui correspond au début du graphe descend de 0.70 à 0.46 puis à partir de la distance 40 m, il est instable jusqu'à la fin de l'essais.

Les résultats de l'examen tribologique de deux échantillons 2024-T3/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sous la charge 7N sont représenté dans les graphes suivants :



**Figure IV.10:** Variation du coefficient de friction par rapport à la distance parcourus du 2024-T3/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 1<sup>e</sup> passe. Sous un chargement de 7N.



**Figure IV.11:** Variation du coefficient de friction par rapport à la distance parcourus du 2024-T3/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, trois passes. Sous un chargement de 7N.

**Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1P :** Le graphe nous montre au début que le coefficient diminue de 0.15 sur une distance de 35 m. ensuite il reste stable ou varie très peu alentour de [0.45-0.47] sur une distance 270 m.

**Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 3P :** le graphe que décrit le coefficient de friction instable variant entre [0.75-0.60] sur distance 30 m puis il reste instable ou varie très peu sue des valeurs se situent aux [0.45-0.50]

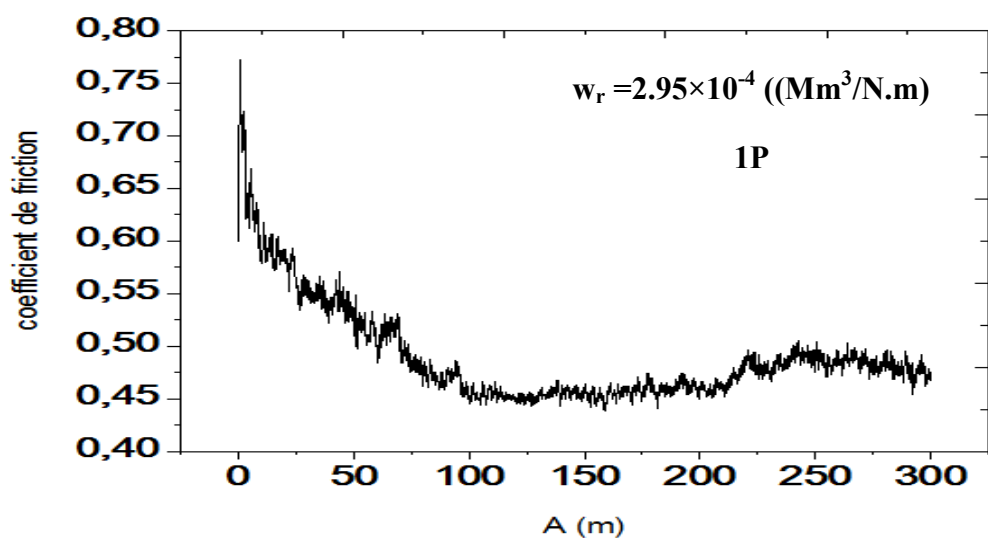


Figure IV.12 : Variation du coefficient de friction par rapport à la distance parcourue du 2024-T3/MoAlB, 1<sup>e</sup> passe . Sous un chargement de 4N.

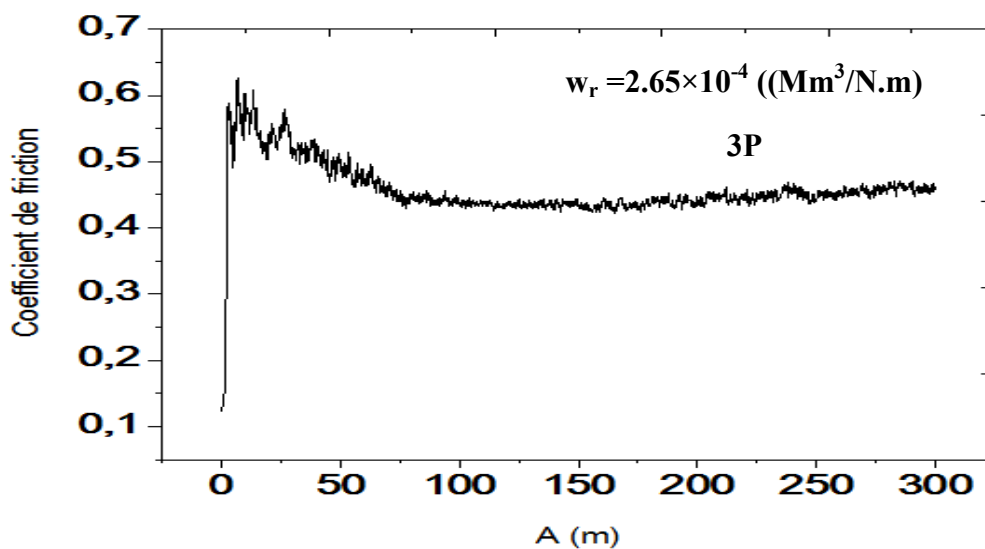


Figure IV.13 : Variation du coefficient de friction par rapport à la distance parcourue du 2024-T3/MoAlB, trois passes. Sous un chargement de 4N.

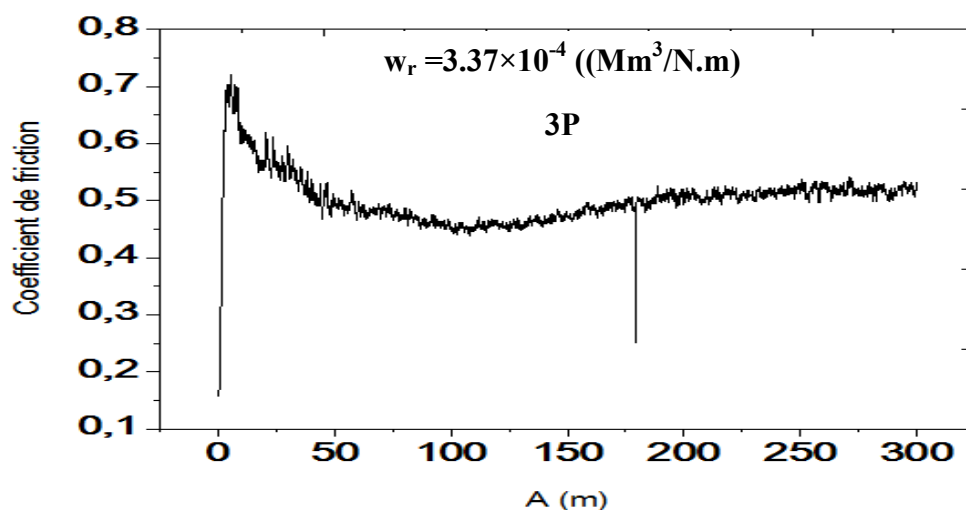


Figure IV.14 : Variation du coefficient de friction par rapport à la distance parcourue du 2024-T3/MoAlB, 1<sup>e</sup> passe . Sous un chargement de 7N.

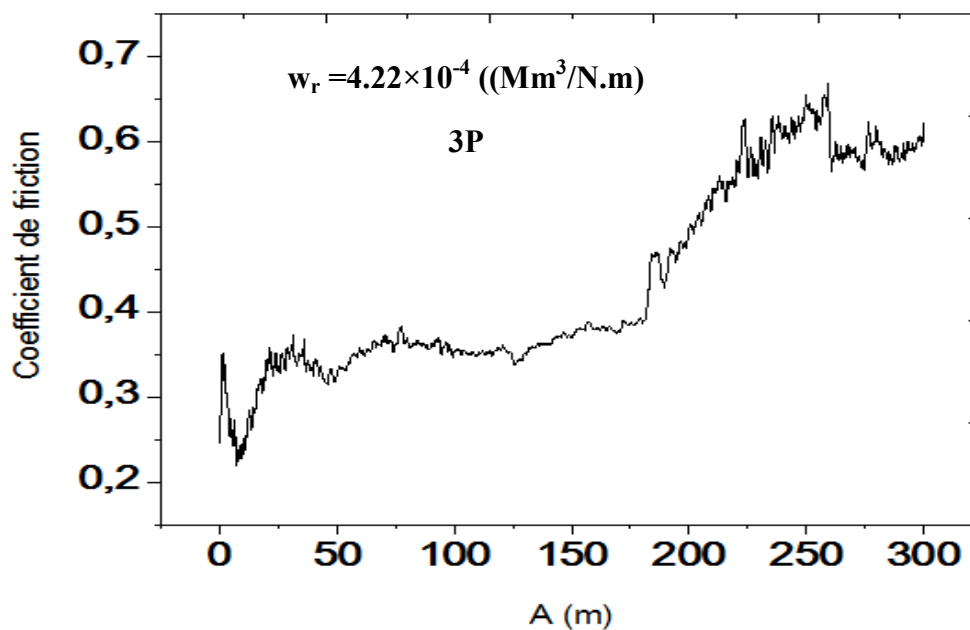


Figure IV.15 : Variation du coefficient de friction par rapport à la distance parcourue du 2024-T3/MoAlB, trois passes. Sous un chargement de 7N.

**MoAlB 1P** : le graphe nous montre que le coefficient diminue progressivement de 0.8 à 0.35 sur une distance de 50m ensuite il reste stable ou varie très peu sur une distance de 300 m. et ses valeurs se situent aux alentours de 0.35.

**MoAlB 3P** : le graphe que décrit le coefficient de friction d'un échantillon MoAlB 3P ressemble en quelques sorte à celui de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 3P, c'est-à-dire qu'il diminue de 0.7 à 0.47 puis sa valeur ne se fixe pas (elle est très variable) de 50m jusqu'à 250 mètre [0.47-0.57].

#### IV.5.1 Calcule de taux d'usure :

Le taux d'usure est calculé avec la relation suivante :

$$w_r = \frac{\Delta m}{\rho \times F \times d}$$

$\Delta m$  : la perte de masse.

$F$  : la charge appliquée

$d$  : la distance de parcouru.

$\rho$  : la masse volumique de l'aluminium est égal 2.82g/cm<sup>3</sup>.

D'après le calcule de taux d'usure on a constaté que

- L'usure est suffisante dans le composite 2024-T3/MOALB par a port au composite 2024-T3/AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.
- La masse de la bille est progressée à cause de l'enlèvement de la matière de l'échantillon et coller sur la bille.
- Le taux d'usure des échantillons de trois passes est supérieur qu'a une seule passe

Les résultats de taux d'usure sont présentés dans le tableau suivant :



Essais	Masse avant (g)		Masse après (g)		Perte de masse(g)		Taux d'usure (Mm <sup>3</sup> /N.m)	
	4N	7N	4N	7N	4N	7N	4N	7N
<b>Bille</b>	0.8825	0.8825	0.8824	0.8824	0.0001	0.0001		
<b>AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	10.2813	10.2809	10.2809	10.2791	0.0004	0.0018	1.18×10 <sup>-4</sup>	3.03×10 <sup>-4</sup>
<b>1P</b>								
<b>Bille</b>	0.8825	0.8824	0.8824	0.8825	0.0001	0.0001		
<b>AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	11.3648	11.3635	11.3642	11.3618	0.0006	0.0017	1.77×10 <sup>-4</sup>	2.87×10 <sup>-4</sup>
<b>3p</b>								
<b>Bille</b>	0.8824	0.8825	0.8828	0.8823	0.0004	0.0002		
<b>MoALB</b>	11.7937	11.7921	11.7927	11.7918	0.001	0.002	2.95×10 <sup>-4</sup>	3.37×10 <sup>-4</sup>
<b>1P</b>								
<b>Bille</b>	0.8828	0.8824	0.8824	0.8825	0.0004	0.0001		
<b>MoALB :</b>	13.6620	13.6611	13.6611	13.6586	0.0009	0.0025	2.65×10 <sup>-4</sup>	4.22×10 <sup>-4</sup>
<b>3P</b>								
<b>TEMOIN</b>	17.662	17.6602	17.6605	17.6566	0.0015	0.0036	0.00046	0.000635
<b>2024 T3</b>								
<b>Témoin</b>	5.5189	5.5167	5.5165	5.5142	0.0024	0.0025	0.000741	0.000441
<b>FSP 3P</b>								
<b>TEMOIN</b>	5.3108	5.3092	5.3095	5.3064	0.0013	0.0028	0.0004015	0.000404
<b>FSP 1P</b>								

**Tableau IV.2** : valeurs des taux d'usure de chaque échantillant.

**IV.6 conclusion :**

Dans ce chapitre on a conclu que :

- Les microstructures ont révèlé que plusieurs passes est indispensable pour une meilleur distribution des phases durcissant (MAB : MoAlB)
- La micro-dureté a été améliorée dans tous les composites fabriqués, la plus grande valeur a été attribué aux composites de configurations A2024-T3/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, A2024-T3/MoAlB d'une seule passe 193Hv et 236Hv
- Le comportement tribologique de ces phases a été amélioré en perte de masse. et Le taux d'usure de témoin l'AA2024-T3 a été le plus sévère que le Composite A2024/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a une seule Passe.

### 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/MoAlB et 2024-T3/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, dans ce mémoire, l'effet du MoAlB sur les propriétés mécaniques un alliage d'aluminium est présenté pour la première fois.

Les plus importantes remarques dans ce travail, sont :

- 1- Le FSP s'avère un procédé très satisfaisant pour la fabrication de composites 2024-T3/MoALB et 2024-T3/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.
- 2- L'effet du nombre de passes sur les composites finale, a révéler que plus le nombre de passe est grand, plus le comportement mécaniques des composites est meilleur vu la bonne dispersion de la phase céramique durcissante.
- 3- La dureté des composites a été amélioré dans la zone composite, mais une détérioration dans le métal de base a été enregistré.
- 4- Le comportement tribologiques des composites 2024-T3/MoAlB ont été meilleurs que les composites 2024-T3/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

## Références bibliographique

[1] Asma Haddouche Mémoire PFE caractérisation physico-chimique des alliages d'aluminium utilisés comme matériaux de revêtement mural , université Med khider biskra ,2013 .

Gérard. Hartmann. L'Aluminium historique. Larousse des industries

[2] Etude de structures en aluminium exposée en extérieur, projet industriel ,école européenne d'ingénieurs en génie des matériaux EEIGM ;juin 2016.

[3] Etude de l'influence thermique sur les propriétés des alliages Al-Mg-Si Contnants différents d'additions, mémoire de master 2016 , université tebassa.

[4] Thèse synthèse de film des phases max par recuit thermique application à la formation de contacts;sur SiC.

[5] H. benzeghimi, mémoire de master ,étude de transformation de phase de soudage FSW des alliage d'aluminium, université de SAAD DAHLEB , 2014.

[6] Le goln tomas , étude de l'influence des défauts de soudage sur le comportement plastique et le durée de vie en fatigue de soudeur par friction malaxage d'un alliage Al-Cu-Li.

[7] thèse usinage des composites à matrice d'alliage d'aluminium Gr-Al-Ni , école polytechnique de monteriel

[8] Microstructure and properties of spark plasma sintered MoAlB ceramic university of nebraska - Lincoln