

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou
Faculté du Génie de la Construction
Département de Génie Mécanique



Mémoire de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme de Master académique en Génie Mécanique
Spécialité : Sciences Des Matériaux

Présenté et réalisé par M. ALLAOUI Youcef Proposé et dirigé par Pr. AZEM Said

Thème :

**Etude de la réaction SHS dans le système Ti-C:
Influence de l'atmosphère (application aux
composites Al-TiC)**

Juillet 2016

Remerciements

Ce travail a été réalisé au niveau du laboratoire SDM du département de Génie mécanique de l'université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.

En premier lieu, je tiens à exprimer ma profonde gratitude et reconnaissance à Monsieur le professeur AZEM Saïd, pour m'avoir proposé ce sujet si passionnant et intéressant et pour tous les moyens mis à ma disposition pour mener à bien ce travail. Ses suggestions, sa pédagogie, sa disponibilité et ses précieux conseils m'ont été très précieux pour ce travail et se fut pour moi un réel plaisir de travailler avec lui durant la durée de ce travail.

Je remercie Monsieur NECHICHE Mustapha, pour l'intérêt qu'il a accordé à mon travail. Son aide et ses conseils ont été d'un grand apport pour la réalisation de ce travail.

Je remercie également Monsieur DEHLOUZ Salem, et tout le personnel du laboratoire SDM pour leur assistance durant ce travail et aussi tout le personnel du Hall de Technologie.

Je remercie Monsieur FERHOUM Rabah de nous m'avoir fait l'honneur de présider le jury de soutenance. Je remercie également Monsieur NECHICHE Mustapha et Madame BAGUENANE Ghalia, pour avoir accepté de faire partie du jury de soutenance.

Un grand merci pour Monsieur BELDI Mustapha, pour son aide et le grand temps qu'il m'a consacré pour la réalisation des essais tribologiques.

Je remercie tous les enseignants de l'Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou qui ont contribué à ma formation.

Je remercie très chaleureusement mes parents pour leur soutien, leurs conseils et leur patience tout au long de mon cursus.

Je remercie toute ma famille et mes amis pour leur aide précieuse.

ALLAOUI Youcef

Sommaire

Introduction générale.....1

Première partie : Revue bibliographique

Chapitre 1 : Combustion auto-propagée SHS

Introduction.....3

1. Procédé SHS 3

1.1. Principe du procédé SHS.....3

1.2. Historique.....6

1.3. Différents types de réactions SHS.....7

1.4. Paramètres influents sur une réaction SHS.....7

1.4.1. Granulométrie des réactifs.....7

1.4.2. Le mode d'amorçage de la réaction SHS.....8

1.4.3. Densité des compactés de réactifs.....8

1.4.4. Vitesse de propagation.....8

1.5. Les différents échanges lors d'une réaction SHS.....9

1.6. Les températures caractéristiques d'une réaction SHS.....9

1.7. Produits synthétisés par la réaction SHS11

1.7.1. Les céramiques.....12

1.7.1.1. Les carbures.....12

1.7.1.2. Les nitrures.....12

1.7.1.3. Les borures.....13

1.7.1.3. Les hydrures.....13

1.7.1.5. Les oxydes.....14

1.7.1.6. Les siliciures.....	14
1.7.2. Les intermétalliques.....	14
1.8. Influence de l'activation mécanique sur les réactions SHS.....	15

Chapitre 2 : Métallurgie des poudres

Introduction.....	16
2.1. Métallurgie des poudres.....	16
2.1.1. Méthodes d'élaboration des poudres.....	16
2.1.1.1. Méthodes mécaniques.....	17
2.1.1.2. Méthode physique.....	17
2.1.1.3. Méthodes chimiques.....	17
2.1.2. Densification et mise en forme.....	18
2.1.2.1. Compression uniaxiale.....	18
2.1.2.2. Compression isostatique à froid (CIF).....	20
2.1.2.3. Compression isostatique à chaude (CIC).....	20
2.1.3. Le frittage.....	20
2.1.3.1. Différents types de frittage.....	21
2.1.4. Paramètres de frittage	25
2.1.4.1. L'atmosphère de frittage.....	26
2.1.4.2. Durée et température de frittage.....	26

Chapitre 3 : composite à matrice métallique renforcé par des particules

Introduction.....	27
3.1. Classification des matériaux composites.....	27
3.1.1. Classification selon la forme des constituants.....	27
3.1.2. Classification selon la nature des constituants.....	28

3.2. Les composites à matrice métallique.....	28
3.3. Constitution des composites à matrice métallique.....	28
3.3.1. Renforts.....	28
3.3.2. Matrice.....	31
3.3.2.1. Composites à matrice d'aluminium.....	31
3.3.2.2. Composites à matrice de titane.....	32
3.3.2.3. Composites à matrice de magnésium.....	32
3.3.2.4. Composites à matrice de cuivre.....	33
3.4. Elaboration des CMMp par métallurgie des poudres.....	33
3.5. Applications industrielles des CMM.....	34

Deuxième partie : Techniques expérimentales et résultats

Chapitre 4 : Matières premières et Techniques expérimentales

Introduction.....	35
4. Matières premières.....	35
4.1. Puretés et provenances des poudres.....	35
4.2. Granulométrie des poudres utilisées.....	35
4.3. Techniques d'élaboration.....	36
4.3.1. Synthèse du carbure de titane sous différentes atmosphères par la réaction SHS...36	
4.3.1.1. Préparation des poudres.....	36
4.3.1.2. Montage SHS.....	37
4.3.2. Elaboration des comprimés.....	38
4.3.2.1. Préparation des poudres.....	38
4.3.2.2. Compactage des poudres.....	39
4.3.2.3. Frittage des comprimés.....	40
4.4. Techniques de caractérisation.....	42

4.4.1. Préparation des échantillons.....	42
4.4.1.1. Enrobage.....	42
4.4.1.2. Polissage.....	42
4.4.1.3. Attaque chimique.....	43
4.4.2. Microscopie optique.....	43
4.4.3. Microscopie électrique à balayage (MEB).....	44
4.4.4. Diffraction des rayons X (DRX).....	46
4.4.5. Essais tribologiques.....	47
4.4.5.1. Détermination du coefficient de frottement	51
4.4.5.2. Détermination de la perte de masse.....	52
4.4.6. Caractérisation mécanique.....	53
4.4.6.1. Microdureté.....	53
4.4.6.2. Essai de compression.....	54

Chapitre 5 : Résultats et discussions

Introduction.....	56
5.1. Synthèse du carbure de titane sous différentes atmosphères par la réaction SHS.....	56
5.1.1. Caractérisation des poudres élémentaires.....	56
5.1.2. Réaction SHS sous air.....	63
5.1.3. Réaction SHS sous atmosphère neutre (sous argon).....	64
5.1.4. Réaction SHS sous atmosphère d'azote.....	64
5.2. Elaboration des comprimés.....	66
5.2.1. Caractérisation des microstructures de nos deux matériaux.....	66
5.3. Essais tribologiques.....	69

5.3.1. Coefficient de frottement.....	69
5.3.2. Perte de masse.....	72
5.4. Essais mécaniques.....	73
5.4.1. Microdureté.....	73
5.4.2. Essai de compression.....	76
Conclusion générale.....	79
Référence bibliographique.....	80

Liste des figures et tableaux

Figure 1.1 : Réaction de synthèse par la réaction SHS du carbure de titane.

Figure 1.2 : Processus de la réaction SHS.

Figure 1.3 : Position du front de réaction à intervalles de temps réguliers pour les différents types de propagation.

Figure 1.4 : Représentation schématique de la température en fonction du temps durant une réaction SHS.

Figure 2.1 : Cycle de compactage d'une poudre.

Figure 2.2 : Types de frittage.

Figure 2.3 : Mécanisme de frittage.

Figure 2.4 : Etapes de densification.

Figure 2.5 : Les étapes du frittage en phase liquide.

Figure 2.6 : Réarrangement des particules.

Figure 2.7 : Dissolution précipitation.

Figure 3.2 : Etapes et principe de la fabrication des CMMp par métallurgie des Poudres [37].

Figure 3.1 : Les différents renforts pouvant renforcer une matrice métallique [32].

Figure 4.1 : Tamiseur de type RETSCH.

Figure 4.2 : Mélangeur utilisé pour l'homogénéisation des poudres.

Figure 4.3 : Schéma simplifié du dispositif pour la réaction SHS.

Figure 4.4 : Schéma du dispositif de compactage des poudres.

Figure 4.5 : Cycle thermique du frittage.

Figure 4.6 : Schéma simplifié du four de frittage.

Figure 4.7 : Polisseuse électrique à deux disques.

Figure 4.8 : Polisseuse de finition.

Figure 4.9 : Microscope métallographique.

Figure 4.10 : Microscope électronique à balayage Philips XL30.

Figure 4.11 : Schéma du principe du diffractomètre à rayons X.

Figure 4.12 : Tribomètre pion/disque.

Figure 4.13 : Pions utilisés pour les essais tribologique.

Figure 4.14 : Les deux composants du porte pion.

Figure 4.15 : Disque en aciers XC 48.

Figure 4.16 : Rugosimètre à palpeur.

Figure 4.17 : Etalon de référence.

Figure 4.18 : Capteur de force.

Figure 4.19 : Dispositif pour l'acquisition des données.

Figure 4.20 : Micro duromètre.

Figure 4.21 : Machine de traction/compression de type Ibertest.

Figure 4.22 : Géométrie, dimensions et sens de compression des deux échantillons.

Figure 5.1 : Répartition granulométrique de la poudre de titane utilisée.

Figure 5.2 : Répartition granulométrique de la poudre d'aluminium utilisée.

Figure 5.3 : Répartition granulométrique de la poudre de carbone utilisée.

Figure 5.4 : Répartitions granulométriques des poudres utilisées.

Figure 5.5 : Micrographies des poudres.

Figure 5.6 : Diffractogramme de la poudre de titane.

Figure 5.7 : Diffractogramme de la poudre d'aluminium.

Figure 5.8 : Diffractogramme de la poudre de graphite.

Figure 5.9 : Diffractogramme du produit de la réaction sous air.

Figure 5.10 : Diffractogramme des RX de la poudre obtenue sous atmosphère neutre.

Figure 5.11 : Diffractogramme des RX de la poudre obtenue sous atmosphère d'azote.

Figure 5.12 : Micrographie de l'aluminium fritté 2 heures à 600°C.

Figure 5.13 : Micrographie de la porosité de l'aluminium fritté 2 heures à 600°C.

Figure 5.14 : Micrographie montrant le volume d'un micro pore dans l'aluminium fritté 2 heures à 600°C.

Figure 5.15 : Micrographies du composite Al-TiC fritté à 600°C pendant 2 heures.

Figure 5.16 : Micrographies du composite fritté 2 heures à 600°C.

Figure 5.17 : Evolution du coefficient de frottement du matériau en aluminium pur en fonction du temps.

Figure 5.18 : Evolution de l'effort normal en fonction du temps.

Figure 5.19 : Evolution de l'effort tangentiel en fonction du temps.

Figure 5.20 : Evolution du coefficient de frottement en fonction du temps.

Figure 5.21 : Perte de masse des deux matériaux en fonction de la distance parcourue.

Figure 5.22 : Perte de masse des deux matériaux en fonction de la distance parcourue.

Figure 5.23 : Histogramme des valeurs moyennes de microdureté pour les deux matériaux.

Figure 5.24 : Evolution de la contrainte/ déformation dans le matériau en aluminium pur.

Figure 5.25 : Evolution de la contrainte/ déformation dans le matériau composite Al-TiC.

Figure 5.26 : Evolution contrainte /déformation pour les deux matériaux.

Tableau 1.1 : Résumé des caractéristiques des réactions SHS.

Tableau 1.2 : Quelques produits pouvant être obtenus par synthèse SHS.

Tableau 3.1 : caractéristiques de quelques matériaux pouvant être utilisés comme renfort [39].

Tableau 3.2 : Caractéristiques physique et cristallographique de l'aluminium pur [35].

Tableau 4.1 : Puretés et provenances des poudres utilisées.

Tableau 4.2 : Paramètre des essais tribologiques.

Tableau 4.3 : Paramètre des essais.

Tableau 5.1 : Répartition granulométrique de la poudre de titane.

Tableau 5.2 : Répartition granulométrique de la poudre d'aluminium utilisée.

Tableau 5.3: Répartition granulométrique de la poudre de carbone utilisée.

Tableau 5.4: Perte de masse pour les deux matériaux.

Tableau 5.5 : Valeurs de micro duretés pour l'aluminium pur.

Tableau 5.6 : Valeurs de microdureté du composite Al-TiC dans les zones riches en particules de renfort.

Tableau 5.7: Valeurs de microdureté du composite Al-TiC dans les zones démunies de renfort TiC.

Tableau 5.8 : Caractéristiques mécaniques des deux matériaux.

Introduction générale

Introduction générale

Dans le contexte économique actuel, la demande en matériaux performants et de qualité ne cesse de croître. La métallurgie des poudres, par ses nombreux avantages économiques et techniques suscite beaucoup d'intérêt. L'une de ses techniques est la synthèse par combustion auto-propagée à haute température qui est une réaction chimique entre solides qui s'auto-entretiennent grâce à la propagation rapide d'une onde de combustion. Ces réactions d'auto-combustion appelées SHS (Self-propagating High-temperature Synthesis) présentent de nombreux intérêts, particulièrement pour la synthèse de céramiques et d'intermétalliques.

Cette technique permet de synthétiser des produits de grande pureté. La synthèse par combustion auto-propagée est une technique très répandue en MDP. La synthèse se fait à partir des mélanges de poudres, qui peuvent éventuellement être compactés. Cette méthode ne demande qu'un faible apport d'énergie initiale qui peut-être notamment fournie par une résistance chauffante ou bien par laser, une fois la réaction amorcée, elle va s'auto-entretenir par la chaleur dégagée au cours du développement de la réaction qui se propage alors sous forme de front de combustion avec consommation des réactifs et formation d'un ou plusieurs produits. Le procédé SHS apparaît donc, comme une alternative très intéressante pour la production de matériaux. Parmi ces matériaux, on trouve le carbure de titane TiC qui présente des propriétés mécaniques très intéressantes pour de nombreux domaines d'applications. Le carbure de titane produit par réaction SHS peut être utilisé comme renfort dans une matrice métallique pour obtenir certaines propriétés.

Dans notre travail on se propose dans un premier temps d'étudier l'influence de l'atmosphère sur le produit de la réaction d'auto-combustion dans le système Ti-C. Pour cela, nous allons étudier la réaction SHS sous atmosphère d'azote, d'argon et en présence d'oxygène dans l'air. Dans un deuxième temps, nous allons élaborer deux matériaux, le premier est un matériau composite avec une matrice d'aluminium renforcé par les particules de carbure de titane produites par la réaction d'auto-combustion et pour pouvoir déterminer l'influence des particules de carbure de titane sur le comportement mécanique, le deuxième matériau est fait uniquement d'aluminium.

Mon mémoire est organisé en deux parties qui sont subdivisées en 5 chapitres.

Introduction générale

La première partie porte sur une revue bibliographique comportant des généralités sur la réaction d'auto-combustion, la métallurgie des poudres et les composites à matrice métallique renforcée par des particules (CMMP). Les techniques expérimentales ainsi que les résultats et discussions font l'objet de la deuxième partie. Le premier chapitre a pour objectif de positionner le procédé de combustion auto-propagé (SHS) dans un contexte général. Le deuxième chapitre est consacré à la métallurgie des poudres. Le troisième chapitre est réservé aux composites à matrice métallique à renforts particuliers, leur propriété et application, ainsi que leurs méthodes d'élaboration. Le quatrième chapitre présente les matières premières, les techniques expérimentales ainsi que le matériel utilisé dans notre travail. Le cinquième et dernier chapitre est consacré aux résultats et discussions. Le mémoire se termine par une conclusion générale et des perspectives.

Premières partie
Revue bibliographique

Chapitre 1

Combustion auto-propagé

SHS

Introduction

La chaleur libérée par certaines réactions chimiques entre solides est suffisamment élevée pour permettre à ces réactions de s'auto entretenir par la propagation rapide d'une onde de combustion. Ces réactions auto-propagées appelées SHS (acronyme anglo-saxon pour Self-propagating High-temperature Synthesis, nom le plus souvent donné au procédé) ou plus simplement synthèse par combustion est connu depuis longtemps et présentent de nombreux intérêts, spécialement pour la production de composés intermétalliques et de céramiques réfractaires.

1. Procédé SHS

1.1. Principe du procédé SHS

Le procédé SHS consiste à mélanger intimement les réactifs qui sont généralement sous forme de poudres qui peuvent éventuellement être compacter pour obtenir des comprimés puis la réaction est initiée par un apport brutal et local d'énergie en chauffant une petite région de l'échantillon jusqu'à la température d'initiation (T_i) de la réaction. La chaleur nécessaire pour enclencher la réaction est relativement faible et peut notamment être fournie par une résistance chauffante, un laser ou bien par le passage d'un courant dans l'échantillon. Une fois la réaction initiée, une chaleur suffisante est dégagée (réaction fortement exothermique) et cette chaleur importante dégagée va faire réagir une couche supplémentaire, qui elle-même va chauffer une autre couche et nous aurons ainsi une onde de chaleur, parallèle à une onde de réaction chimique, et, c'est ce qui permet à la réaction de se propager jusqu'à la consommation complète de tous les réactifs initiaux et la formation d'un ou plusieurs produits [1]. Les produits synthétisés par le procédé SHS possèdent des propriétés différentes de ceux obtenus par les méthodes conventionnelles et sont aussi moins chers à produire. On peut notamment obtenir des produits de grandes pureté et ne comportant qu'une seule phase à partir de réactifs élémentaires. La figure 1.1 représente la réaction de synthèse du carbure de titane et nous montre l'initiation de la réaction et la propagation du front de combustion. La propagation du front de réaction est recensés expérimentalement en trois types, le premier c'est une propagation stable c'est-à-dire que le front de la réaction se déplace à une vitesse constante c'est le cas notamment du carbure de titane (TiC) et cette stabilité d'avancé du front de réaction est indépendante des valeurs des paramètres choisies comme le taux de compaction des poudres, la taille des poudres, la morphologie,...etc.

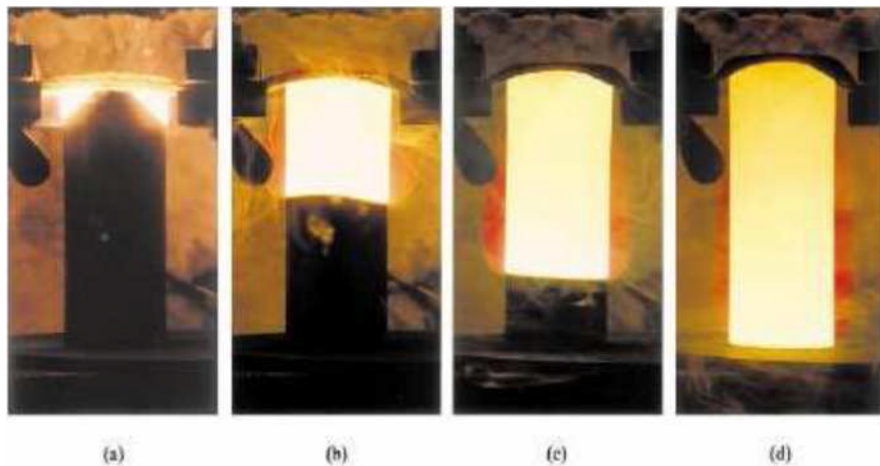


Figure 1.1 : Réaction de synthèse par la réaction SHS du carbure de titane:

(a) Ignition de la réaction.

(b)-(c)-(d) Propagation du front de combustion [2].

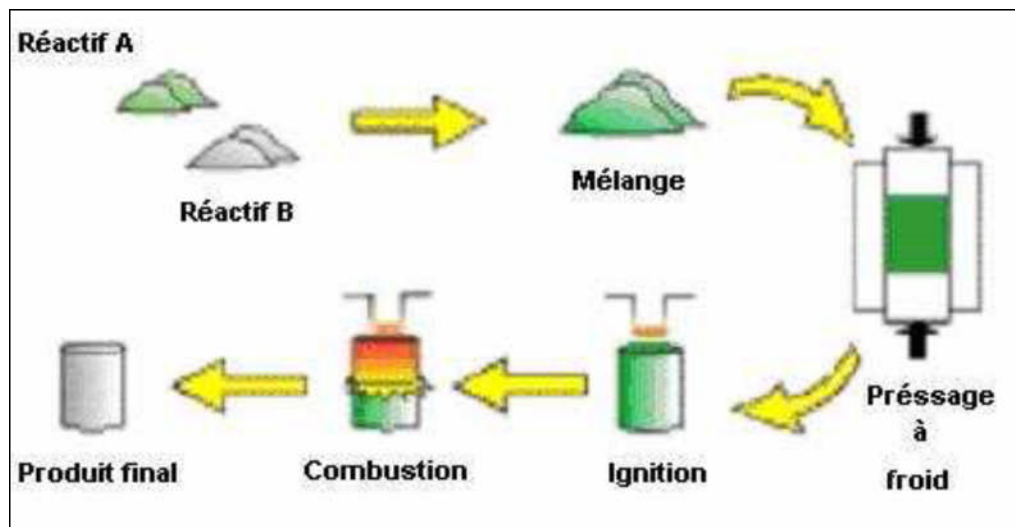


Figure 1.2 : Processus de la réaction SHS [3].

Le deuxième mode de propagation est une propagation pulsée comme exemple la formation du carbure de silicium (SiC) et enfin le troisième mode de propagation qui est caractérisée par une propagation hélicoïdale d'un point chaud en surface de l'échantillon est dit de type spin. Ce mode de propagation est observé dans les réactions qui font intervenir la phase gaz (hydruration, oxydation, nitruration) donnant ainsi à la surface un rôle privilégié mais ce mode a aussi été observé dans des réactions solide-solide [4].

Ce mode existe également sous une forme multiple, où plusieurs points chauds se propagent de manière simultanée en surface [5].

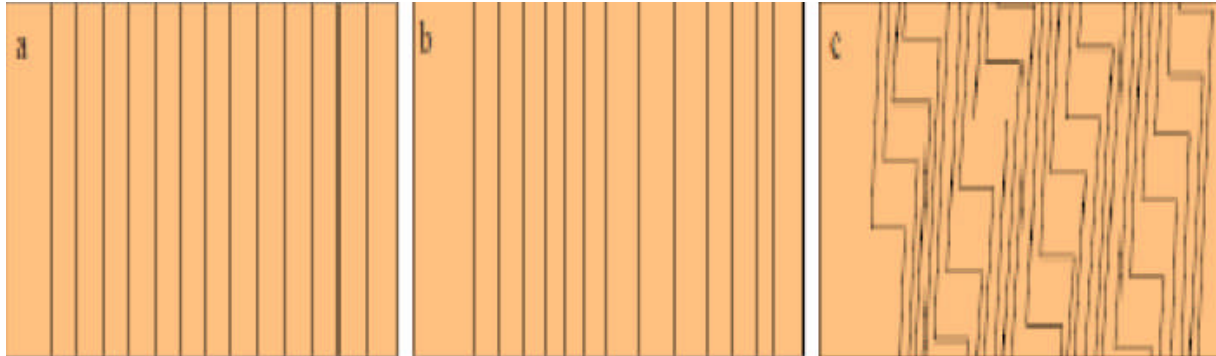


Figure 1.3 : Position du front de réaction à intervalles de temps réguliers pour les différents types de propagation : a- propagation stable ; b- propagation pulsée ; c- propagation dite de type spin [6].

Les aspects attractifs de la synthèse par combustion auto-propagée sont les hautes températures atteintes, le déplacement rapide du front de combustion, des vitesses de chauffage très importantes, des faibles puissances initiale d'amorçage, des durées d'impulsions d'amorçages et aussi de nombreuses impuretés brûlées.

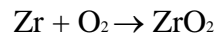
Les paramètres caractéristiques des réactions SHS sont résumés dans le tableau 1.1 [7].

Tableau 1.1: Résumé des caractéristiques des réactions SHS [7].

Vitesse de propagation	0.1-15 cm /s
Température	1500 – 4000 °C
Vitesse de chauffage	1000 – 1 000 000 K/s
Puissance initiale d'amorçage	40 W -500 W
Durée de l'impulsion d'amorçage	0.05 – 10 s
Epaisseur de la zone réactionnelle	0.1 – 5 mm
Impuretés brûlées	Oxygène, organique, azote

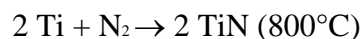
1.2. Historique

En 1825, Berzelius fût le premier à décrire la réaction directe de synthèse de matériaux à partir des éléments, il a ainsi décrit la réaction d'oxydation du zirconium amorphe suivant la réaction :

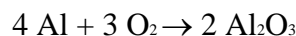


Il a observé que l'oxyde de zirconium peut être obtenu par un chauffage du zirconium et une fois enflammée, la réaction a été auto-entretenu jusqu'à la consommation de tous les réactifs. Cette recherche a été l'une des premières sur les composés réfractaires entièrement produits par le procédé de combustion auto-propagée.

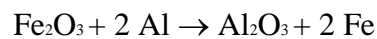
En 1860, Cette étude sur le zirconium est complétée par St Deville et Troost qui remarquent l'importance de la nature pulvérulente des matériaux utilisés. Les réactions étaient alors amorcées dans un four ou par un chalumeau, plus tard remplacés par la combustion d'un ruban de magnésium. En 1892, Moisan décrit la combustion du titane dans l'azote :



Au même moment Villon décrit la combustion de l'aluminium dans l'oxygène :



En 1895, Goldschmidt décrit le premier la propagation d'un front, lors des réactions de Types thermites:



Le premier procédé industriel, mis en place en 1907 par Frank-Caro concernait l'élaboration de CaCN_2 par nitruration du carbure de calcium, ce procédé fût longtemps la seule application industrielle fondée sur une réaction de type auto-combustion.

Un développement important eu lieu à partir de 1967 dans l'ex union soviétique. A.G. Merzhanov et I. P. Borovinskaya qui étudièrent de manière approfondie les phénomènes de combustion sans émission de gaz et de flamme solide. Les années suivantes, plus de 30 équipes ont travaillé sur les réactions SHS en union soviétique, devenant même une priorité du plan quinquennal soviétique dans les années 80.

Récemment, des programmes de recherche sur les réactions SHS ont été initiés dans plusieurs pays tel qu'aux Etats-Unis (Mc Cauley, Holt, Crider et Frankhouser [8,9]) et au Japon (Odwara, Koizumi et Miyamoto [10]) et plus récemment dans d'autres pays, tels que la Corée, la France, l'Inde, la Chine, la Grande-Bretagne, l'Italie, la Pologne et le Brésil.

1.3. Différents types de réactions SHS

En fonction du mode d'ignition, les réactions SHS se divisent en deux grandes catégories :

La première, consiste à amorcer la réaction localement, généralement à l'une des extrémités de l'échantillon, via une source de chaleur (filament de tungstène, lasers,...etc. Cet apport extérieur d'énergie doit être capable de porter localement l'échantillon à la température d'ignition (Tig, ou température d'amorçage) de la réaction SHS et doit aussi être suffisamment rapide pour éviter une conversion lente des réactifs. Dans ces conditions, la réaction s'initie et se propage sans autre apport énergétique sous la forme d'une onde de chaleur à travers tout l'échantillon.

Le second type de synthèse SHS, communément appelée synthèse de combustion en volume (volume combustion synthesis VCS), qui est plus appropriée pour les réactions faiblement exothermique et parfois désignée sous le nom du mode explosion thermique, consiste à chauffer tout le mélange de poudres jusqu'à la température d'ignition à laquelle la combustion se déclenche simultanément dans tout l'échantillon.

En plus du mode d'ignition, les synthèses par SHS sont aussi classées en fonction de l'état initial des réactifs. Ainsi, lorsque le système réactionnel est composé de deux solides la réaction est de type solide/solide, on a aussi solide/gaz, lorsque l'un des réactifs est sous forme gazeuse et enfin solide/liquide, si l'un des réactifs est à l'état liquide.

1.4. Paramètres influents sur une réaction SHS

La réaction SHS, comme toutes autres réaction est influencée par plusieurs paramètres, on peut citer comme exemple la taille des particules des réactifs, la température, la stoechiométrie, densité à vert.

1.4.1. Granulométrie des réactifs

Le produit final obtenu par la réaction SHS dépend essentiellement des caractéristiques des poudres de départ. En effet, la diminution de la taille des particules autrement dit l'augmentation de leurs surfaces spécifiques a pour conséquence, l'augmentation de la surface de contact entre les particules et cette augmentation limite ainsi les distances de diffusion des

atomes et donc augmente la réactivité du mélange, [Li et al.] [11] ont montré que la diminution de la taille des poudres conduit à une réduction de la zone de combustion. De ce fait, les pertes thermiques sont plus faibles et la vitesse de propagation et la température de combustion sont plus élevées. Ces résultats sont corroborés par Rice [12] et Subrahmanyam [13] qui ont montré que la vitesse du front augmentait quand la taille des grains de nickel diminuait jusqu'à atteindre une valeur critique à partir de laquelle elle devient constante. Enfin, il est généralement observé qu'une augmentation de la taille des grains se traduit par une température de combustion (T_c) plus faible et une réaction incomplète.

1.4.2. Le mode d'amorçage de la réaction SHS

Le mode d'amorçage de la réaction est un paramètre à prendre en compte car de celui-ci dépend l'homogénéité du produit. En général, un chauffage uniforme par micro-onde ou bien par flux, nous permet l'obtention d'une bonne et meilleure densité ainsi que l'homogénéité par rapport à un amorçage par résistance chauffante ou laser.

1.4.3. Densité des compactés de réactifs

L'influence de la densité est un paramètre très important car elle influence sur la conductivité thermique qui doit être suffisante pour que la réaction soit auto-entretenu car si la conductivité thermique est très faible, cela va freiner la réaction jusqu'à l'arrêt, mais cette dernière ne doit pas être trop élevée car cela va favoriser une dissipation de chaleur trop rapide et on risque de voir la réaction s'arrêter en raison du manque d'énergie.

1.4.4. Vitesse de propagation

La vitesse ainsi que la stabilité du front de réaction lors d'une réaction SHS dépend essentiellement de la quantité de chaleur générée par la réaction mais aussi de la perte de chaleur avec l'environnement de la réaction et aussi le transfert thermique vers le mélange adjacent du réactif qui est au-dessous de la température d'ignition ou d'amorçage de la réaction. Par conséquent, n'importe quel changement de l'un de ces facteurs peut avoir comme conséquence un changement de la vitesse et la stabilité du front de réaction.

1.5. Les différents échanges lors d'une réaction SHS

Durant la réaction SHS, trois phénomènes peuvent décrire cette dernière [14].

Il y a tout d'abord la transmission de chaleur vers l'environnement par trois modes de transmission (conduction, convection ou rayonnement). La conduction peut être minimisée en réduisant les points de contacts entre l'échantillon et le porte échantillon. Quand la température augmente pour atteindre une certaine valeur, les échanges par rayonnement prennent le dessus sur les échanges par convection, à pression constante.

Le deuxième phénomène est le transport de chaleur dans l'échantillon qui est décrit par l'équation de la chaleur avec les paramètres suivants : la capacité thermique à pression ambiante C_p , ρ et λ qui sont respectivement la densité de l'échantillon et sa conductivité thermique, l'exothermicité de la réaction, l'enthalpie de formation des produits ($\Delta_f H^\circ$) et l'avancement de la réaction.

Le troisième et dernier phénomène étant la cinétique chimique qui est la plus difficile à appréhender car la réaction n'est pas seulement limitée par la cinétique chimique mais aussi par d'autres phénomènes tels que l'évaporation-condensation, capillarité entre réactifs (solides et liquides), convection en phase liquide...etc.

1.6. Les températures caractéristiques d'une réaction SHS

La figure 1.4 donne une représentation schématique des différentes températures caractéristiques à une réaction SHS.

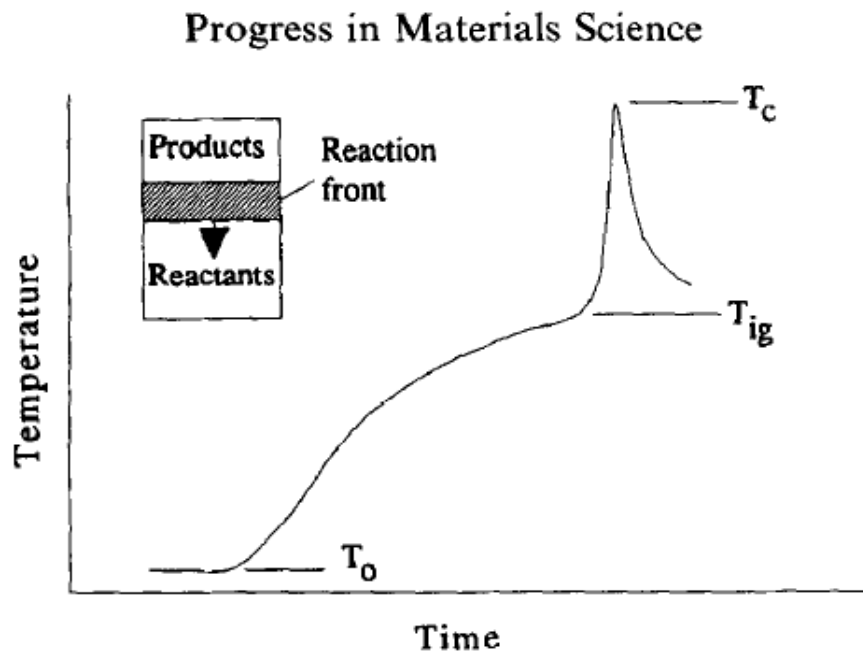


Figure 1.4 : Représentation schématique de la température en fonction du temps durant une réaction SHS [15].

D'après cette représentation, on peut observer trois températures qui sont caractéristiques à chaque réaction SHS. Ces températures sont les suivantes :

- **La température initiale T_0 :**

La température initiale est la température du mélange réactif avant l'amorçage de la réaction.

- **La température d'ignition T_{ig} :**

La température d'ignition de la réaction est la température à laquelle la réaction se déclenche et s'auto-entretient sans apport d'une énergie externe [16].

- **La température de combustion T_c :**

La température de combustion est la température maximale pouvant être atteinte durant une réaction SHS. Cette température qui est très dépendante des paramètres de la réaction [17] est enregistrée dans le front de réaction qui se déplace dans l'échantillon. En raison des pertes

de chaleur durant la réaction, la température de combustion est inférieure à la température adiabatique.

Une autre température caractéristique d'une réaction de combustion auto-propagée est la température adiabatique.

La température adiabatique T_{ad}

La température adiabatique est la température théorique qu'aurait le ou les produits de la réaction de synthèse par combustion, si les pertes de chaleur dans le système étaient inexistantes. Ces pertes de chaleur sont la raison pour laquelle la température de combustion est inférieure à la température adiabatique.

1.7. Produits synthétisés par la réaction SHS

La recherche sur ce procédé à tout d'abord porté sur des études de faisabilité. Des critères semi-empiriques ont ainsi été établis pour déterminer si une réaction auto-propagée est possible. Les critères les plus cités étant la température adiabatique qui est la température qu'aurait le produit de la réaction, si celle-ci se produisait sans perte de chaleur vers le milieu extérieur, cette température doit être supérieure ou égale à 1800 K ($T_{a} \geq 1800$ K). On a aussi le rapport $\frac{\Delta_f H^\circ(298.15 \text{ K})}{C_p(298.15 \text{ K})}$ qui doit être supérieur ou égale à 2000 K.

$$C_p(298.15 \text{ K})$$

Avec $\Delta_f H^\circ(298.15 \text{ K})$: l'enthalpie standard de formation du produit.

$C_p(T)$: capacité calorifique du produit, à pression constante en fonction de la température.

Certains produits nécessitent un préchauffage car leurs enthalpies de formation est trop faible. Cette opération va permettre l'augmentation de la température adiabatique.

La synthèse par combustion auto-propagée est particulièrement attrayante pour la production de différents matériaux réfractaires avec des points de fusion élevés. Il existe aujourd'hui plus de 300 produits synthétisables par une réaction SHS. Le tableau qui va suivre représente quelques matériaux pouvant être synthétisé par une réaction SHS

Tableau 1.2: Quelques produits pouvant être obtenus par synthèse SHS [18].

Borures	CrB, HfB ₂ , NbB ₂ , TaB, TiB ₂ , MoB
Carbures	TiC, ZrC, HfC, NbC, SiC, B ₂ C, WC
Carbonitrures	TiC-TiN, NbC-NbN, TaC-TaN
Oxydes	ZrO ₂ , Al ₂ O ₃ , BaTiO ₃
Nitrures	TiN, ZrN, BN, AlN, Si ₃ N ₄
Intermétalliques	NiAl, FeAl,
Siliciures	MoSi ₂
Hydrures	TiH ₂ , ZrH ₂
Composites	TiC-TiB, WC-Co
Chalcogénures	MoS ₂ , NbS ₂ , WSe ₂

Parmi tous les produits synthétisables par la réaction d'auto-combustion, on distingue deux grandes familles : les céramiques et les intermétalliques.

1.7.1. Les céramiques

1.7.1.1. Les carbures

Du fait de leurs duretés très élevée, les carbures ont de très nombreuses applications industrielles. On peut citer comme exemples leurs utilisation comme pièces de frottement ou bien encore comme matériau d'usure. On trouve notamment le carbure de silicium et le carbure de tungstène qui sont les deux carbures les plus employés dans l'industrie. Ils sont utilisés comme matériaux abrasifs, outils de coupes, pièces de frottement...etc. Cependant, la réaction de synthèse de ces deux matériaux ne se propage pas dans les conditions standard de pression et de température, les industriels ont donc recours au préchauffage des réactifs ou bien encore à utiliser une deuxième réaction chimique simultanée et plus récemment une nouvelle technique appelé **SHS sous champ** ou **FACS** (Field Assisted Combustion Synthesis) a été développée.

1.7.1.2. Les nitrures

La réaction SHS est une alternative intéressante par rapport aux procédés plus traditionnels, en effet, cette méthode de synthèse des nitrures permet d'éviter l'utilisation de produits instables et toxiques, elle permet aussi un gain de temps non négligeable [7]. Les nitrures ont une enthalpie de formation très élevée, la température de combustion peut atteindre les 5000K [6]. On a aussi grâce à ce procédé obtenu des phases complexes tels que les carbonitrures, les nitrohydrures et aussi les oxynitrures qui peuvent être obtenus par combustion du métal dans l'air [19].

1.7.1.3. Les borures

Les premières études porter sur les borures ont été réalisées par les soviétiques dès 1967 et qui ont été effectuées sur le diborure de titane par A.G. Merzhanov et I. P. Borovinskaya. La réaction considérée est $Ti + 2B \rightarrow TiB_2$. Depuis, les borures des métaux du groupe IVa (Ti, Zr, Hf) et Va (V, Nb, Ta) ont fait l'objet de nombreuses études.

Du fait de leurs duretés, leurs résistances mécaniques, leurs résistances aux chocs et à la corrosion à haute température [20], le TiB_2 et le ZrB_2 sont les borures les plus synthétisés. Ces borures sont utilisés pour les pièces de réacteurs, pour les hélices de turbines...etc. La réaction d'oxydation du bore est utilisée comme source de chaleur supplémentaire pour l'entretien et la stabilité de certaines réactions SHS comme c'est le cas pour les borures de chrome et de tungstène qui ont de faibles enthalpies de formation [6].

1.7.1.4. Les Hydrures

Les hydrures sont formés à partir de l'hydrogène et des métaux de transition. Ces composés possèdent une faible enthalpie de formation et ils sont aussi peu stables et se décomposent généralement en dessous de 400°C à pression ambiante. Malgré des travaux importants effectués en Russie, les données thermodynamiques sur les hydrures sont encore peu nombreuses.

1.7.1.5. Les Oxydes

Comme nous l'avons dit précédemment dans l'historique de la réaction d'auto-combustion, les oxydes sont à l'origine de ce procédé (Berzelius, 1825). Les oxydes synthétisés par SHS peuvent-être répartis en deux familles, la première famille, sont les oxydes ou composites à base d'oxydes synthétisés à partir d'autres oxydes, c'est à dire sans recours à l'oxygène gazeux. Dans ces réactions, l'oxygène se déplace d'un métal à l'autre comme c'est le cas de la formation de l'alumine $Fe_2O_3 + 2 Al \rightarrow Al_2O_3 + 2 Fe$.

Ce déplacement d'oxygène se fait aussi entre deux oxydes ou entre un oxyde et un métal pour former un composé défini. La deuxième famille, c'est celle des oxydes synthétisés avec l'oxygène gazeux. C'est le cas par exemple de la combustion des métaux (aluminium, titane, zirconium,...).

1.7.1.6. Les siliciures

Le procédé SHS est très intéressant pour la production de ces matériaux qui sont actuellement produits par d'autres méthodes comme la réaction à partir des éléments pulvérulents qui nécessite une température élevée et un temps relativement long. Le procédé SHS permettrait la réduction de l'équipement nécessaire et aussi la diminution du coût énergétique [7].

1.7.2. Les intermétalliques

Le procédé SHS offre de très grande possibilités pour la synthèse des intermétalliques. Habituellement, ces matériaux sont produits par réaction au four avec des durées relativement grandes, mais le procédé SHS permet de réduire d'une manière significative les coûts de production en réduisant la dépense énergétique, l'investissement en personnels et matériels et aussi le temps de production [7].

1.8. Influence de l'activation mécanique sur les réactions SHS

Récemment une nouvelle variante du procédé SHS a été proposée par Bernard et al. (Bernard et al., 1998). Ce procédé nommé MASHS (Mechanically Activated Self-propagating High-temperature Synthesis) consiste en une courte étape de co-broyage suivi d'une réaction SHS. L'activation mécanique permet d'uniformiser un mélange de réactifs à l'état pulvérulent, de multiplier les interfaces, d'augmenter le volume des joints de grains, de diminuer la taille des cristallites, de favoriser la réaction SHS et même de permettre la propagation de certaines réactions qui ne s'auto-entretiennent pas en mode SHS classique [21].

Chapitre 2

Métallurgie des poudres

Introduction

En raison des avantages économiques et techniques de la métallurgie des poudres, de plus en plus de pièces fabriquées par cette filière sont destinées aux industries des secteurs de l'énergie nucléaire, de l'automobile, de l'aéronautique...etc. Ce procédé connaît un grand essor depuis quelques décennies. En effet le grand intérêt de la métallurgie des poudres tient au fait qu'elle permet des cadences de production très élevées sur de grandes séries avec un nombre réduit d'étapes de fabrication moyennant une utilisation optimale de la matière première et un coût des opérations de base relativement faible.

La métallurgie des poudres trouve des applications dans la fabrication de produits difficiles voire même impossible à obtenir autrement que par frittage. Les outils de coupe, pièces d'usure, paliers ou coussinets autolubrifiants constituent quelques applications directes. Pour toutes ces raisons, il semble nécessaire de connaître les principales techniques utilisées dans l'industrie de la métallurgie des poudres.

1. 1. Métallurgie des poudres

La métallurgie des poudres peut être caractérisée par les trois mots clés suivants : poudre, pression et température. Les différents modes de fabrication sur laquelle elle repose, nous permettent d'obtenir des pièces poreuses ou non, de formes, dimensions et masses variées. Les techniques intervenant successivement au cours de l'élaboration d'un composant peuvent se résumer de la façon suivante :

- Elaboration de la poudre ;
- Densification et mise en forme ;
- Frittage ;
- Calibrage, traitements thermiques et finitions.

1.1.1. Méthodes d'élaboration des poudres

Il existe différentes méthodes pour l'obtention des poudres. En effet, on aura des caractéristiques différentes selon la méthode utilisée car chacune de ces méthodes a une influence sur la répartition granulométrique, la taille, la forme et la microstructure des

particules. Les poudres sont généralement produites par voie mécanique, physique ou chimique.

2. 1.1.1. Méthodes mécaniques

Etant la principale méthode utilisée dans l'industrie pour réduire la taille des grosses particules en poudre fine, le principe de cette méthode consiste à réduire la taille des particules.

Le broyage est un procédé dans le quel la production de choc conduit à une succession de fractures et de soudure des grains de poudres à des températures relativement modérées. Il en résulte un mélange à l'échelle atomique des différents constituants élémentaires des poudres initialement introduites dans les conteneurs de broyage [22]. Diverses formes de particules peuvent être produites, elles dépendent du métal de base. Cette étape procure à la poudre de fer une haute compressibilité.

2.1.1.2. Méthode physique

L'atomisation est une méthode physique qui consiste à désintégrer un métal liquide à l'aide d'un gaz ou d'un liquide sous pression, ou d'ultrasons. Le degré de dispersion, de forme et de structure des particules de poudre peuvent varier en changeant l'énergie mise en jeu, la température, la viscosité, la tension de surface et les conditions de refroidissement de l'alliage liquide [23].

2. 1.1.3. Méthodes chimiques

Il existe beaucoup de méthodes chimiques pour l'obtention de poudres avec des tailles et des puretés très variées. Comme exemple, on peut citer :

- L'électrolyse qui est connue pour produire des poudres très pures (nickel, cuivre, fer,...etc.) par l'électrolyse d'une solution aqueuse d'un sel de métal.
- La méthode par plasma qui permet sous l'action d'un jet d'argon ionisé à très haute température de produire des poudres ultrafines.

- La réduction qui est une méthode très utilisée pour la production de poudres. Le principe de cette méthode consiste à réduire un composé métallique par un agent réducteur solide ou gazeux. Ce procédé utilise généralement le carbone et l'hydrogène comme milieu réducteur.

2.1.2. Densification et mise en forme

Les poudres métalliques sont misent en forme pour produire des pièces ayant une forme particulière à partir d'une poudre métallique. L'opération de densification et de mise en forme conduit à une pièce cohésive manipulable dite "à vert" ou "à cru". La pièce va ensuite subir une opération de frittage qui se distingue de la précédente par le fait qu'elle a lieu à haute température et conduit généralement la pièce à sa densité théorique maximale. L'objectif principal de la densification est donc de produire une pièce capable d'être manipulée au cours des procédés de production en aval. Les techniques mises en œuvre reposent pour la plupart sur la notion de pression.

2.1.2.1. Compression uniaxiale

La compression uniaxiale consiste à faire un mélange de poudres, puis, à agglomérer ce dernier dans une forme rigide bien définie, en appliquant une forte pression unidirectionnelle, cette pression varie en fonction de la densité et la taille des pièces voulues. Cette méthode de compression est la plus utilisée, le cycle de compaction d'une poudre est décrit par la figure 2.1 [24].

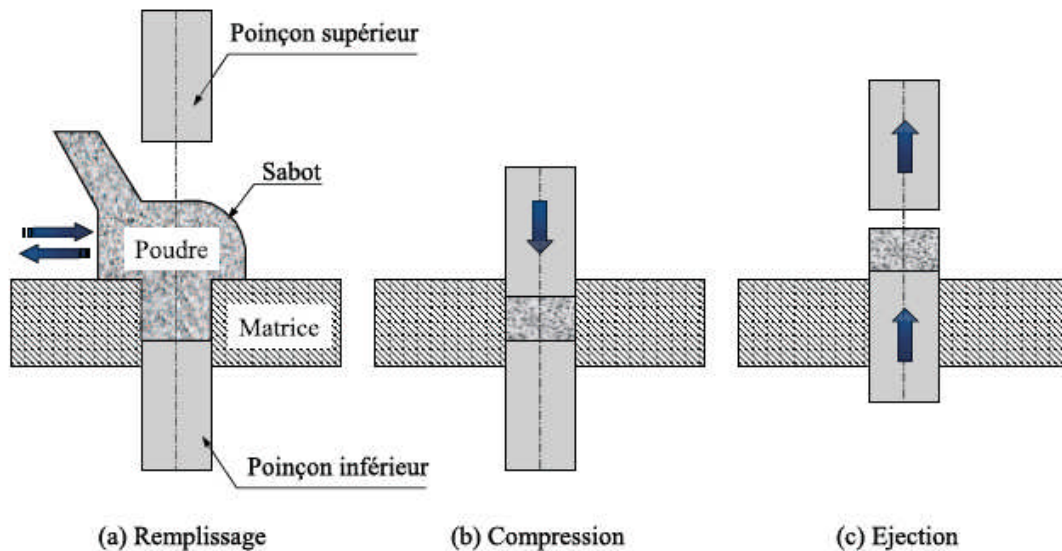


Figure 2.1 : Cycle de compactage d'une poudre [24].

La compression uniaxiale se fait en plusieurs étapes :

- Le remplissage de la matrice avec une quantité contrôlée de poudre.
- La densification de la poudre : les deux poinçons se déplacent l'un vers l'autre en appliquant une pression, générant ainsi un comprimé avec la forme et la taille de la matrice et des poinçons.
- L'extraction du comprimé de la matrice.

Durant cette opération, la poudre passe par trois étapes de compressions décrites par les modèles de compressibilité (Kawakita, Heckel, etc.) qui sont :

- L'étape de réarrangement des grains qui résulte de la réduction d'espaces intergranulaires.
- Déformations élastiques puis plastiques des particules.
- Création de micro-soudures entre les particules.

2.1.2.2. Compression isostatique à froid (CIF)

Le principe de ce procédé, consiste à immerger un conteneur souple (latex) remplie de poudre dans un fluide, habituellement de l'eau ou de l'huile, qui est comprimé à une très haute pression. La poudre est soumise à une pression approximativement identique dans toutes les directions, ce qui nous donne une bonne homogénéité de la densité [24].

2.1.2.3. Compression isostatique à chaud (CIC)

Cette méthode combine à la fois une sollicitation mécanique et un traitement thermique. Le principe consiste à appliquer un cycle de pression isostatique durant le frittage de l'échantillon. Le dispositif utilisé (Hot Isostatique Pressing) est composé d'un résistor chauffant qui est placé dans un compartiment dans lequel un gaz sous très haute pression est injecté.

La méthode est utilisée pour la consolidation des superalliages à base de nickel, composites à matrice d'aluminium,...etc. Les pièces obtenues par ce procédé ont des propriétés physiques et mécaniques isotropes avec une très faible porosité.

2.1.3. Le frittage

Le frittage est un procédé qui suit toutes les opérations de mise en forme des poudres. Ce traitement vise à consolider par l'action de la chaleur, un agglomérat granulaire plus ou moins compact, avec ou sans fusion d'un ou de plusieurs de ses constituants. Le cycle de température imposé lors de l'opération implique des changements de la microstructure et la composition qui déterminent par la suite les propriétés physique et mécaniques du produit final.

Le frittage recouvre une large gamme de procédés de consolidation de poudres, ce qui engendre de multiples définitions pour le même terme.

Pysson, définit le frittage comme étant la consolidation par action de la chaleur d'un agglomérat granulaire plus ou moins compact avec ou sans fusion d'un ou plusieurs constituants.

Pour V.N. EREMENKO le frittage est un procédé thermodynamique par lequel le système tend vers son niveau d'énergie le plus bas.

Et Kuczinski défini par le terme frittage tous les changements qui prennent place dans une masse de poudre durant son chauffage au-dessous de sa température de fusion.

2.1.3.1. Différents types de frittage

Le frittage peut être soit naturel, c'est à dire sans contrainte ou bien sous charge en appliquant une contrainte extérieure qui peut-être une pression uni-axiale, bi-axial ou bien isostatique.

D'un point de vue physico-chimique, le frittage peut se dérouler soit à l'état solide (le frittage en phase solide), ou mettre en jeu la formation de liquide, stable ou transitoire à la température de frittage : c'est le frittage en phase liquide. Le frittage peut être non réactif, si le matériau obtenu a la même composition chimique que la poudre initiale ou réactif, si la composition diffère. La figure 2.2 montre les différents types de frittage.

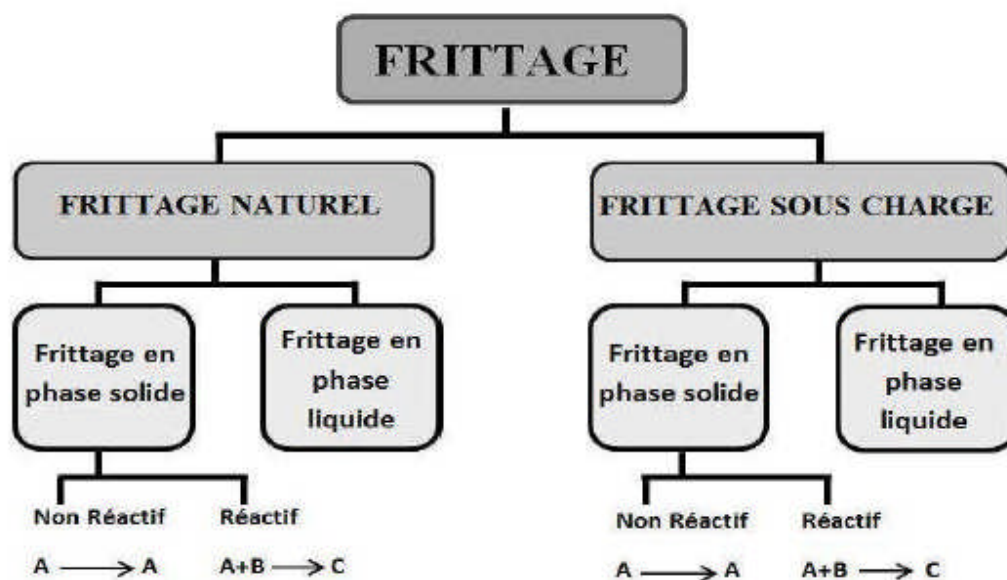


Figure 2.2 : Types de frittage [25].

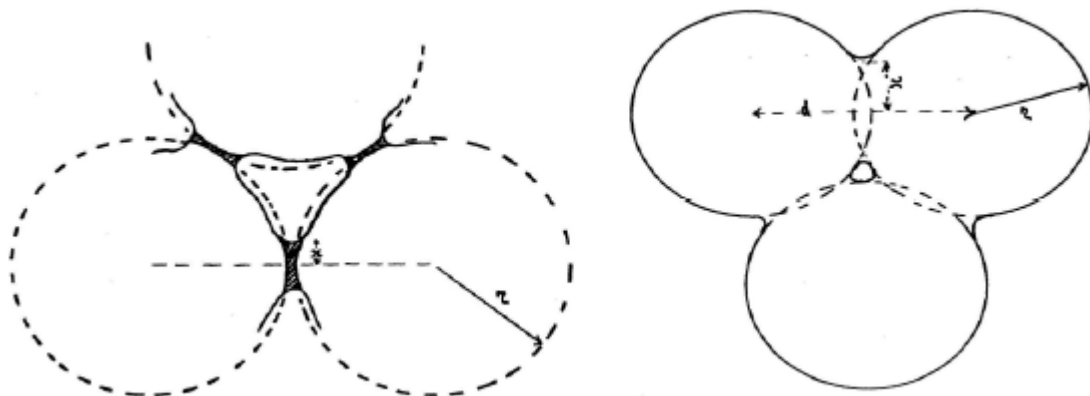
➤ Frittage en phase solide

Ce type de frittage est utilisé pour les matériaux à haut point de fusion il s'effectue à une température inférieure à celle de fusion du constituant le moins fusible avec un certain temps de maintien isotherme à cette température, la densification se fait principalement par un transport de matière par diffusion [24,25]. Le frittage engendre une augmentation de la densité par élimination de la porosité et la création d'une cohésion entre les particules grâce à la formation des ponts entre ces dernières.

Le frittage en phase solide possède deux mécanismes : le mécanisme avec retrait et l'autre sans retrait figure 2.3.

Le mécanisme de frittage sans retrait se fait par transfert de matière des surfaces des particules vers les ponts de raccordement par le phénomène de diffusion superficielle ou alors par le phénomène d'évaporation-condensation sans qu'il y ait rapprochement entre les particules. La matière se déplace des surfaces convexes vers les surfaces concaves [24].

La différence entre le frittage avec retrait et sans retrait, réside dans le fait que pour le frittage avec retrait il y'a retrait volumique. Ce retrait est dû à la diffusion des ions vers les surfaces concaves, La matière provient de l'intérieur du grain et de la surface globale des particules, celle-ci se rapprochent et on distingue un retrait volumique et élimination de porosité.



(a) Sans retrait

(b) Avec retrait

Figure 2.3 : Mécanismes de frittage.

Frenkel (1945) et Coble (1961) furent les premiers par leurs travaux à décomposer d'une manière phénoménologique le frittage en phase solide, ils l'ont ainsi décomposé en trois étapes [26].

- La première étape, par la formation des cous et soudures entre particules.
- Durant la seconde étape, la densification se poursuit et la porosité s'élimine progressivement.
- La dernière étape, c'est la plus lente, là les pores sphériques apparaissent isolés le long des joints de grains, et, on aura ainsi une élimination progressive de la porosité fermée (figure 2.4).

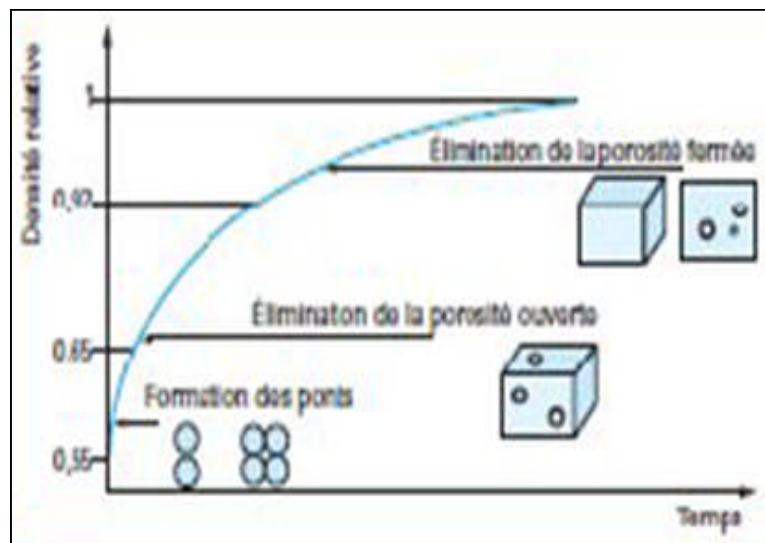


Figure 2.4 : Etapes de densification [25].

➤ Frittage en phase liquide

Ce type de frittage se fait à une température supérieure à celle d'au moins l'un des constituants initiaux. Le but c'est de permettre l'apparition de la phase liquide qui densifiera le matériau. La phase liquide peut être transitoire ou permanente.

On distingue trois étapes durant cette opération de densification (figure 2.5)

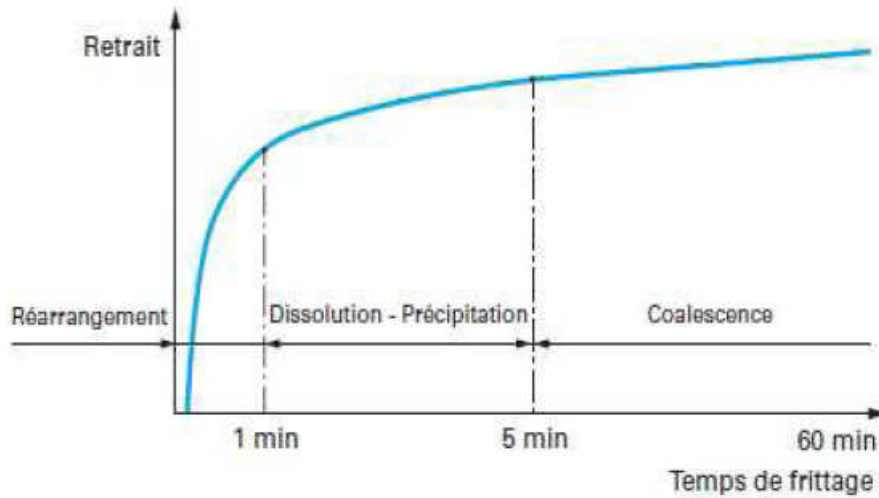


Figure 2.5 : Les étapes du frittage en phase liquide [27].

1) Réarrangement

C'est une étape très courte caractérisée par une augmentation très rapide de la densité apparente du matériau, la phase liquide joue un rôle de liant et qui permet le glissement des particules les unes sur les autres, et, on aura un effondrement des ponts sous l'action des forces capillaires. Ce réarrangement peut-être expliqué par un mouillage des grains par le liquide.

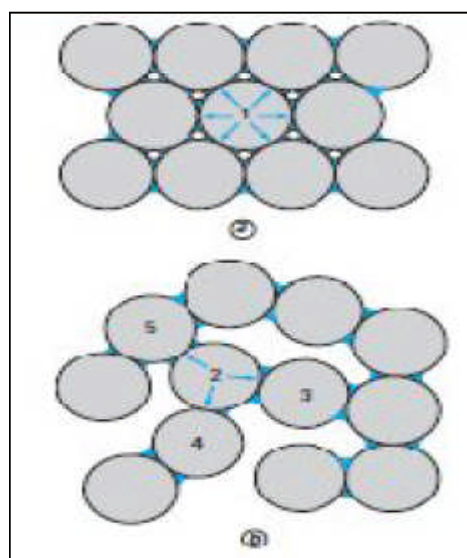


Figure 2.6 : Réarrangement des particules [27].

2) Dissolution-précipitation

Le phénomène de dissolution-précipitation intervient après le réarrangement qui n'est pas suffisant pour l'élimination de toute la porosité. La densification par ce phénomène se fait par la solubilité de la phase solide dans le liquide. Les forces capillaires naissent aux points de contact au sein des particules, ce qui implique que la solubilité du solide dans le liquide est plus élevée que dans les parties éloignées. Ce qui provoque une dissolution du solide en contact, une diffusion dans le liquide et une précipitation sur les surfaces libres afin de rapprocher les centres des particules, ce qui engendre une densification du matériau.

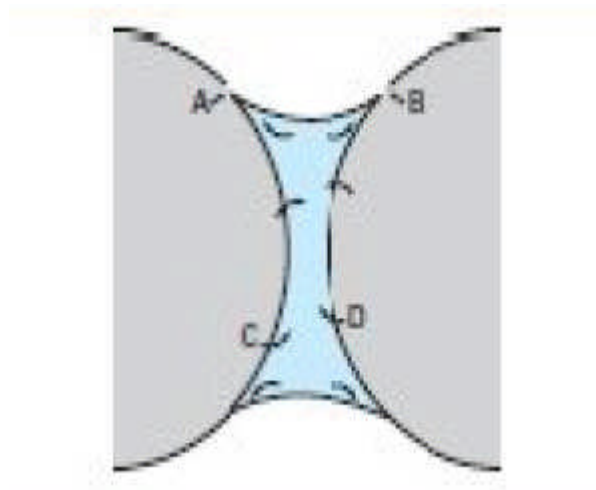


Figure 2.7 : Dissolution-précipitation [27].

3) Coalescence

C'est l'étape la plus lente de l'opération de densification, elle est caractérisée par la formation de gros grains par rapprochement des grains au niveau des interfaces et la croissance de ces grains grâce à la dissolution des petits grains qui se précipitent sur les gros grains, ce qui conduit à leurs coalescences.

2.1.4. Paramètres de frittage

Parmi les paramètres qui influent sur l'opération de frittage et sur le produit obtenu, on peut citer :

2.1.4.1. L'atmosphère de frittage

L'opération de frittage peut-être réalisée dans différentes atmosphères :

- Sous atmosphère neutre qui est utilisé pour la protection de la pièce à fritter contre l'oxydation, le gaz le plus utilisé est généralement de l'argon.
- Sous atmosphère réductrice qui permet l'élimination des oxydes par réduction et aussi empêcher toute réaction d'oxydation. En général, le monoxyde de carbone ou de l'hydrogène sont utilisés à cet effet.
- Sous vide pour l'élimination des gaz emprisonnés dans la poudre.

2.1.4.2. Durée et température de frittage

La température de frittage est généralement 0.7 fois la température de fusion du matériau. L'augmentation de la température fait augmenter rapidement la vitesse de frittage [24].

La durée de frittage est déterminée en fonction de la température de frittage car plus la durée augmente plus la porosité diminue. Cependant un long frittage grossit le grain et augmente la taille du pore.

Chapitre 3

Composites à matrice

Métallique et renfort de

particules

Introduction

Les matériaux composites sont des matériaux ayant plusieurs constituants avec des propriétés plus ou moins différentes. On obtient par ce mélange, un nouveau matériau possédant de nouvelles propriétés différentes de celles des composants pris séparément. Les matériaux composites ont été utilisés par l'homme depuis des siècles, comme exemple de cette utilisation, on peut citer le composite de terre mélangé à la paille qui a été utilisé pour la construction des abris. Ces matériaux sont aujourd'hui présents dans de nombreuses applications dans beaucoup de domaines (transport, aérospatiale, aéronautique...etc.). La France et les Etats Unis furent les premiers à développer les matériaux composites à matrice métallique (CMM). Au début les applications ont été exclusivement envisagées pour l'industrie aéronautique et spatiale. Plus tard, du fait de la disponibilité des fibres à bon marché a permis d'étendre leur application pour d'autres domaines.

3.1. Classification des matériaux composites

D'après le contenu de l'introduction, on peut définir le matériau composite comme étant un ensemble d'au moins deux matériaux non miscibles, mais qui peuvent adhérer l'un avec l'autre. Le matériau composite est constitué de deux éléments, le renfort qui sert d'ossature comme les fibres de verre, les fibres de carbone, particules de carbure...etc. Et la matrice qui est le deuxième élément du composite, son rôle est d'assurer la liaison entre elle et le renfort mais elle a aussi comme rôle la protection du renfort, contre l'oxydation par exemple. Les matériaux composites sont de très bons candidats pour de nombreux domaines, en effet, ces matériaux offrent un gain de poids importants comparé aux matériaux plus traditionnels tout en offrant les mêmes caractéristiques mécaniques, voir plus encore [28]. Les matériaux composites peuvent être classés en fonction de la nature et la forme des constituants.

3.1.1. Classification selon la forme des constituants

➤ Composite à fibre

On dit que le composite est à fibre, si le ou les renforts se trouvent être sous forme fibreuse. Les fibres peuvent être continue, discontinue,...etc. l'orientation de ces fibres détermine les propriétés du composite.

➤ Composite à particules

Le composite est dit composite à particules, si les renforts se trouvent sous forme de particules. Le renforcement par des particules dépend des propriétés recherchées.

3.1.2. Classification selon la nature des constituants

Les matériaux composites sont aussi classés suivant la nature de la matrice qui peut être organique, minérale ou métallique.

3.2. Les composites à matrice métallique

Les matériaux composites sont des matériaux développés pour tirer parti des propriétés du renfort ainsi que de la matrice [29]. Une matrice en aluminium, en titane ou en magnésium sont les métaux les plus utilisés comme matrice dans les matériaux composites à matrice métallique. Les renforts sont généralement céramiques, métalliques ou intermétalliques. On fait appel aux CMM pour de nombreuses applications, mais pour des applications à haute température jusqu'à 600°C, les métaux ou alliages métalliques utilisés dans la fabrication des CMM sont choisis en fonction de leurs propriétés spécifiques dans l'état non renforcé [30].

La forme, la taille et la concentration du renfort caractérisent sa géométrie, ainsi, l'ensemble de ces paramètres vont déterminer les propriétés du composites [31].

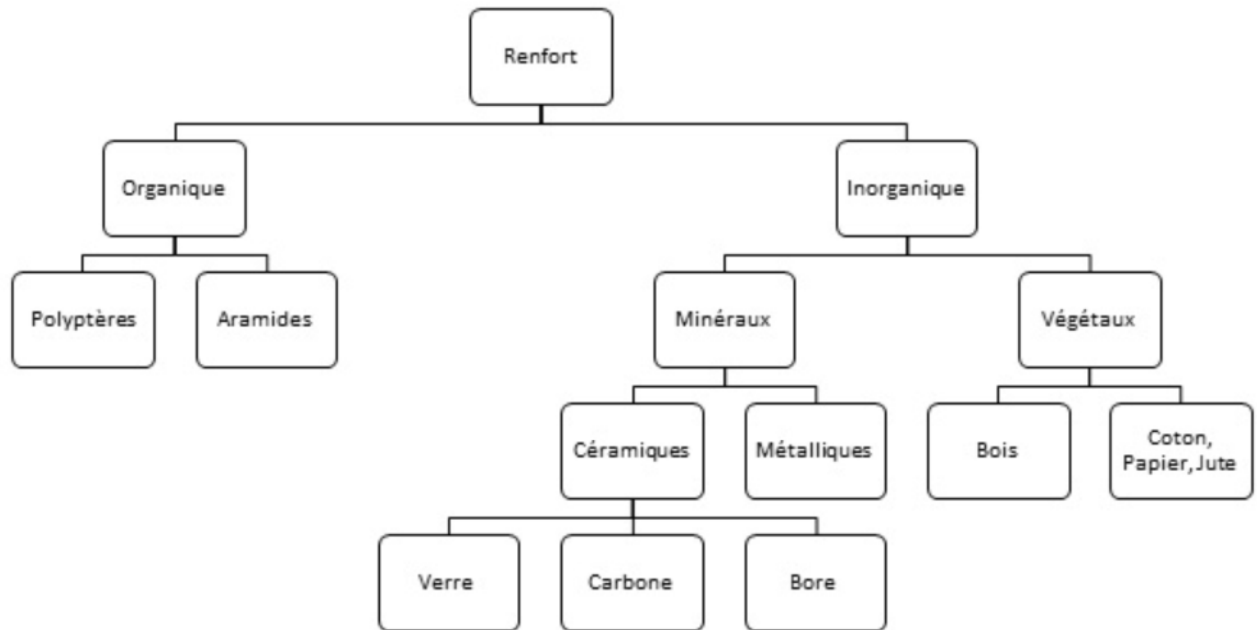
3.2. Constitution des composites à matrice métallique

3.2.1. Renforts

Le renfort est un élément nécessaire à la constitution du composite, une meilleure tenue mécanique, c'est-à-dire une bonne rigidité et une bonne résistance sont des propriétés qui sont recherchées en ajoutant ce renfort.

Les fibres sont le plus souvent utilisées pour le renforcement de la matrice métallique, mais des particules sont aussi utilisées comme les particules de carbure de silicium (SiC), les particules de carbure de titane (TiC), les particules d'alumine (Al₂O₃), ...etc. [28].

Le schéma ci-dessous, nous donne l'organigramme distinguant l'origine très variée des renforts.



Le tableau 3.1 nous donne quelques matériaux pouvant être utilisés comme éléments de renfort.

Tableau 3.1 : caractéristiques de quelques matériaux pouvant être utilisés comme renfort [39].

Type de matériaux	Matériaux	Densité	Point de fusion (°C)	Dureté (HV) Vickers	Module d'Young (GPa)	Résistivité électrique ($\mu\Omega \text{ cm}$)	Coefficient de dilatation thermique (CDT) 10^{-6} K^{-1}
métalliques	TiB ₂	4.50	3225	3000	560	7.0	7.8
	TiC	4.93	3067	2800	470	50	8.0-8.5
	TiN	5.40	2950	2300	250 *	25	9.4
	ZrB ₂	6.11	3245	2300	540	6	5.9
	ZrC	6.63	3445	2560	400	42	7.0-7.4
	ZrN	7.32	2982	1600	510	21	7.20
	VB ₂	5.05	2747	2150	510	13	7.6
	VC	5.41	2648	2900	430	59	7.3
	VN	6.11	2177	1560	460	85	9.20
	CrB ₂	5.58	2188	2250	540	18	10.5
	CrN	6.12	1050	1100	400	640	2.3
	WC	15.72	2776	2350	720	17	3.8-3.9
covalents	B ₄ C	2.52	2450	3-4000	441	5×10^5	4.5 (5.6)
	BN	3.48	2730	~ 5000	660	10^{18}	xxx
	C (diamant)	3.52	3800	~ 8000	910	10^{20}	1.0
	SiC- β (1000°C)	3.22	2500	2600	400	8000	4.5
	Si ₃ N ₄	3.19	1900	1720	210	10^{18}	2.5
	AlN	3.26	2250	1230	350	10^{15}	5.7
ioniques	Al ₂ O ₃	3.98	2047	2100	400	10^{20}	8.4
	TiO ₂	4.25	1867	1100	205	xxx	9.0
	ZrO ₂	5.76	2677	1200	190	10^{16}	11 (7.6)
	HfO ₂	10.2	2900	780	xxx	xxx	6.5
	MgO	3.77	2827	750	320	10^{12}	13.0
substrats	W	19.3	3410	xxx	407	30	4.45
	WC-6Co	xxx	xxx	1500	640	xxx	5.40
	Acier rapide HSS	xxx	xxx	800-1000	250	xxx	12-15

Comme nous l'avons vu plus haut, le composite à matrice métallique présente trois types de renforts, tout d'abord, nous avons un renfort discontinu, un renfort dont toutes les dimensions sont très inférieures à celle du composite, ensuite, il y a un renfort continu, si au moins une dimension est supérieure ou égale à celle du composite. Il y'a aussi les composites à renfort hybride c'est-à-dire qu'il contient des renforts continus et discontinus [32]. Ces différents renforts sont présentés sur la figure 3.1.

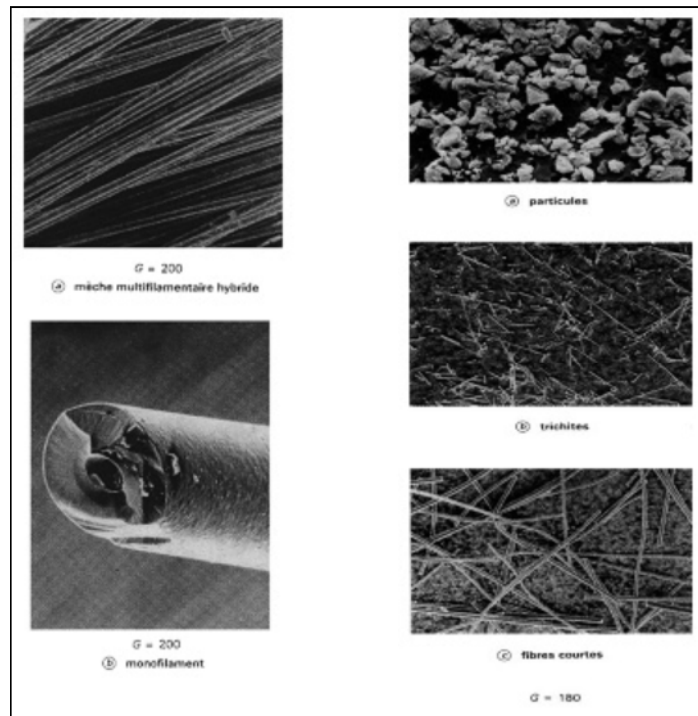


Figure 3.1 : Les différents renforts pouvant renforcés une matrice métallique [32].

Les propriétés mécaniques du composite à matrice métallique dépendent de la répartition du renfort, car une mauvaise répartition de ce dernier dans la matrice va donner des propriétés moins intéressantes comparer à un renfort réparti de manière homogène, en effet, les zones pauvres en éléments de renfort serait plus facile à rompre, quant à la géométrie du renfort, elle est caractérisée par sa forme, sa taille et sa concentration volumique, mesurée par la fraction volumique [28].

3.2.2. Matrice

La matrice a comme rôle d'assurer la cohésion des renforts, de répartir les efforts et elle assure la protection chimique [33]. Les matrices qui sont le plus souvent utilisées dans les CMM sont : l'aluminium (CMAI), le magnésium (CMMg), le cuivre (CMCu), le titane (CMTi). Le but recherché est toujours d'augmenter les températures de fonctionnement, la résistance, le module spécifique, la résistance à l'usure,...etc. tout en réduisant le poids des structures [30].

3.2.2.1. Composites à matrice d'aluminium

Les composites à matrice d'aluminium et à renfort discontinu ont des propriétés mécaniques différentes par rapport à une matrice non renforcées. Cette amélioration des propriétés mécaniques est due à plusieurs phénomènes :

- Diminution de la taille des grains de la matrice due à la présence du renfort.
- Contraintes internes générées à l'élaboration ou au traitement thermique par la différence de coefficient de dilatation entre matrice et renfort.
- Transfert de charge de la matrice vers la fibre dans le cas des trichites ou des fibres courtes.

Tableau 3.2 : Caractéristiques physique et cristallographique de l'aluminium pur [35].

Caractéristiques atomiques		
Numéro atomique	13	---
Rayon atomique	0,143	nm
Masse atomique	27	g.mol ⁻¹
valence	3	---
Caractéristiques physiques et cristallographiques		
Structure	cfc	---
Paramètres cristallins a	0,4049	nm
Température de fusion	660	°C
Point d'ébullition	2467	°C
Densité à 20°C	2,7	g.cm ⁻³
Volume molaire	10,00.10 ⁻⁶	m ³ .mol ⁻¹
Conductivité thermique	237	w.cm ⁻¹ .k ⁻¹
Résistivité électrique	2,67	μΩ.cm

Les composites à matrice d'aluminium sont très largement utilisés dans l'industrie mécanique, particulièrement dans l'industrie aéronautique où ils sont utilisés pour des pièces soumises à des chargements et des températures modérées.

Du fait de leurs propriétés très attrayantes, les composites à matrice d'aluminium réalisés par métallurgie des poudres trouvent de nombreuses applications dans de multiples domaines. En effet, ces composites présentent un module de Young élevé et une très bonne résistance à

l'usure...etc. [34]. Le tableau 3.1 regroupe les caractéristiques physique et cristallographique de l'aluminium pur [35].

3.2.2.2. Composites à matrice de titane

Les composites à matrice de titane présentent des caractéristiques mécaniques élevées à l'ambiante et à température élevée jusqu'à 900°C [31].

3.2.2.3. Composites à matrice de magnésium

Le magnésium par ça faible température de fusion et ça faible densité en font un matériau de choix pour les constructions et les structures devant avoir une très grande légèreté. Ce matériau est renforcé par des particules de carbure de titane (TiC), de carbure de silicium (SiC) ou bien encore avec de graphite et d'alumine [33]. On a aussi les composites magnésium-carbures comme le carbure de titane ou le carbure de silicium, élaborés par le procédé SHS et qui ont un avantage supplémentaire de la synthèse des particules de renfort in situ [36].

3.2.2.4. Composites à matrice de cuivre

La matrice en cuivre est utilisée pour plusieurs raisons, on a sa température de fusion, les propriétés mécaniques et électriques relativement importante.

Les composites à matrice de cuivre peuvent être élaborés par métallurgie des poudres, la poudre de cuivre n'est, en effet, que rarement utilisée à l'état pur, généralement l'ajout d'éléments d'addition est toujours nécessaire.

3.3. Elaboration des CMMp par métallurgie des poudres

La métallurgie des poudres est une technique très employée pour l'élaboration des composites à matrice métalliques renforcés par des particules. Cette technique est appréciée pour sa reproductibilité, l'aspect économique, la variété de pièces pouvant être produites par ce procédé. La figure 3.2 montre le principe et les étapes de ce procédé.

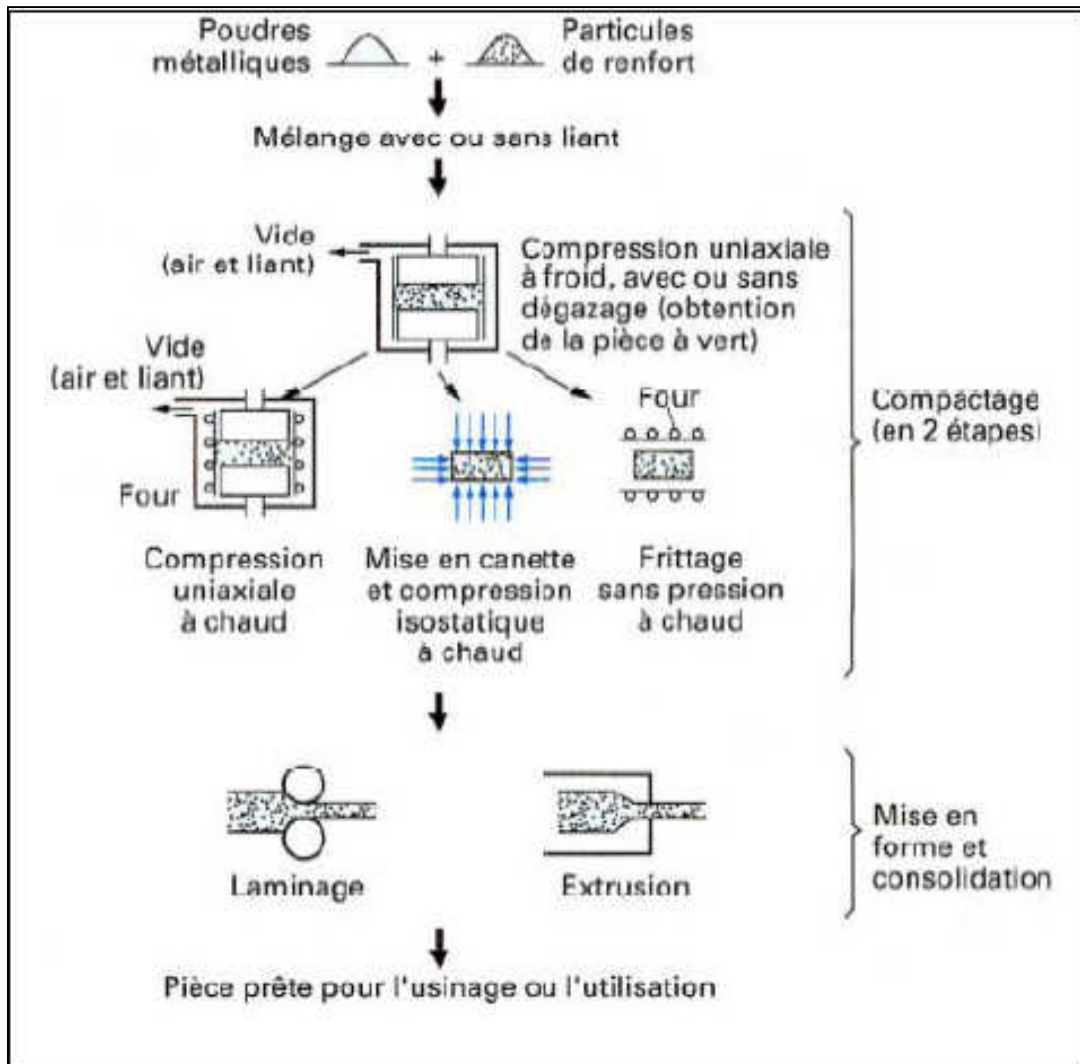


Figure 3.2 : Etapes et principe de la fabrication des CMMp par métallurgie des Poudres [37].

Les poudres métalliques et les renforts doivent tout d'abord avoir une répartition homogène, pour ce faire, ces poudres doivent être homogénéisées dans un mélangeur pendant un certain temps. Le renfort est bien souvent de dimension inférieure à celle de la poudre métallique, cette différence contribue à l'élimination de la porosité aux interfaces métal-particules [37]. Pour éviter la formation des couches d'oxydes sur les particules ou la formation de porosités lors du compactage à haute température, un dégazage sous vide à froid ou à chaud est nécessaire.

La mise en forme des comprimés se fait soit par compression uni axiale à froid ou à chaud, ou isostatique à chaud (HIP Hot Isostatique Pressing). Pour une meilleure densification, il est recommandé d'effectuer un frittage sous haute pression et à haute température.

3.4. Applications industrielles des CMM

➤ Application dans l'automobile

Les matériaux composites à matrice métallique sont très utilisés dans le secteur automobile. En effet, ces matériaux offrent de multiples propriétés qui sont très recherchées dans ce secteur d'activité, l'une des propriétés est la résistance des pièces en frottement (chemises, pièces de freinage...etc.) [38]. Il y'a aussi un autre avantage qu'offrent les matériaux composites, qui est un gain très important de poids tout en gardant les caractéristiques mécaniques.

➤ Applications dans l'électronique

Les matériaux composites à matrice métallique permettent de combiner de faibles dilatations thermiques, des conductivités thermiques élevées et de faibles densités.

Ces matériaux peuvent donc remplacer des matériaux comme le molybdène ou les aciers à faible dilatation dans ce type d'applications.

Deuxième partie
Techniques expérimentales
Et résultats

Chapitre 4

Matières premières et Techniques expérimentales

Introduction

Dans ce présent chapitre, nous présentons les matières premières et les différentes techniques expérimentales utilisées ainsi que les modes opératoires.

4. Matières premières

4.1. Puretés et provenances des poudres

Les matières premières utilisées sont des poudres commerciales de titane, d'aluminium et de carbone. Le tableau 4.1 montre quelques caractéristiques de ces poudres.

Tableau 4.1 : Puretés et provenances des poudres utilisées

Poudres	Pureté (%)	Fournisseur
Ti	99,9	Merck
C	99,5	Merck
Al	99,5	Aldrich

4.2. Granulométrie des poudres utilisées

Pour déterminer les répartitions granulométriques des poudres utilisées, nous avons utilisé la méthode des tamis vibrants qui utilise un ensemble de tamis superposés et placés par ordre de granulométrie décroissante. La colonne de tamis est placée sur un plateau récepteur et l'ensemble est monté sur une table vibrante dont la fréquence de vibration est de 40Hz.

La poudre à analyser est pesée puis versée dans le tamis supérieur. Après un temps de vibration de 5 minutes, les particules sont récupérées dans chaque tamis en fonction de leurs granulométries. La distribution granulométrique est ainsi déterminée comme les fractions massiques correspondant aux tailles des particules.



Figure 4.1 : Tamiseur de type RETSCH

4.3. Techniques d'élaboration

4.3.1. Synthèse du carbure de titane sous différentes atmosphères par la réaction SHS

4.3.1.1. Préparation des poudres

Pour l'obtention du composé TiC de composition atomique stœchiométrique 1/1 (50% de titane et 50% de carbone), ce qui correspond à 79.94% de titane et 20.05% de carbone en masse. On a ainsi pris 2.3985 grammes de poudre de titane et 0.6018 grammes de poudre de carbone pour préparer un mélange de trois grammes. Ce mélange est ensuite homogénéisé pendant 15 minutes au moyen d'un mélangeur qui est montré sur la figure 4.2, l'opération consiste à placer le mélange de poudre dans un conteneur contenant une bille en acier qui va permettre d'empêcher l'agglutinement des particules durant cette opération d'homogénéisation.

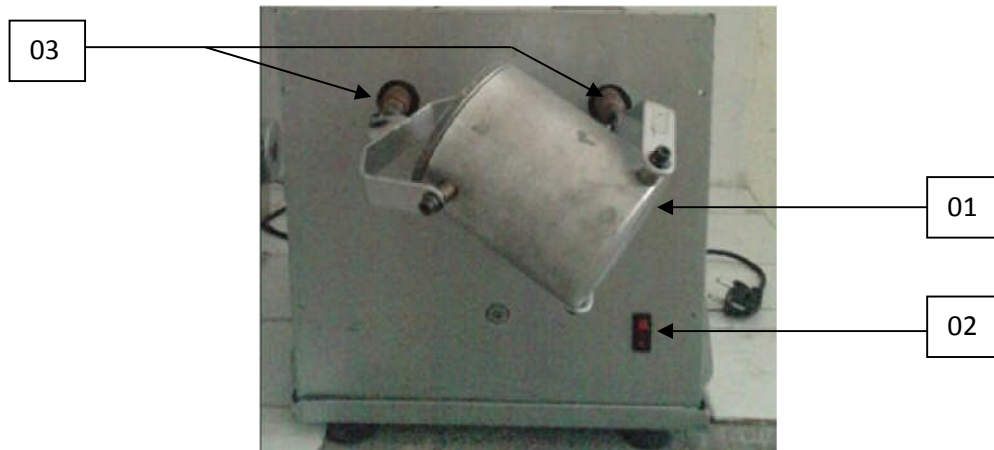


Figure 4.2: Mélangeur utilisé pour l'homogénéisation des poudres.

01 : conteneur

02 : interrupteur

03 : axes tournants

4.3.1.2. Montage SHS

La réaction SHS (Self-propagating High-temperature Synthesis) est effectuée dans une enceinte étanche reliée à une pompe à vide permettant d'y faire le vide primaire et d'injecter un gaz neutre une fois le niveau du vide atteint. L'atmosphère neutre d'argon permet le déroulement de la réaction en absence de l'oxygène pour éviter toute oxydation des poudres. De l'azote est aussi utilisé dans le but de le faire réagir avec le mélange de poudre afin d'obtenir des nitrures pendant la réaction SHS. Une fenêtre en verre permet de visualiser et de filmer la réaction. L'échantillon est placé à côté de la résistance électrique destinée à chauffer localement la poudre jusqu'à la température d'ignition de la réaction. Une fois la réaction amorcée, celle-ci s'auto-propage et se maintient par la chaleur de réaction jusqu'à la transformation complète des réactifs. Le montage SHS est montré sur la figure 4.3.

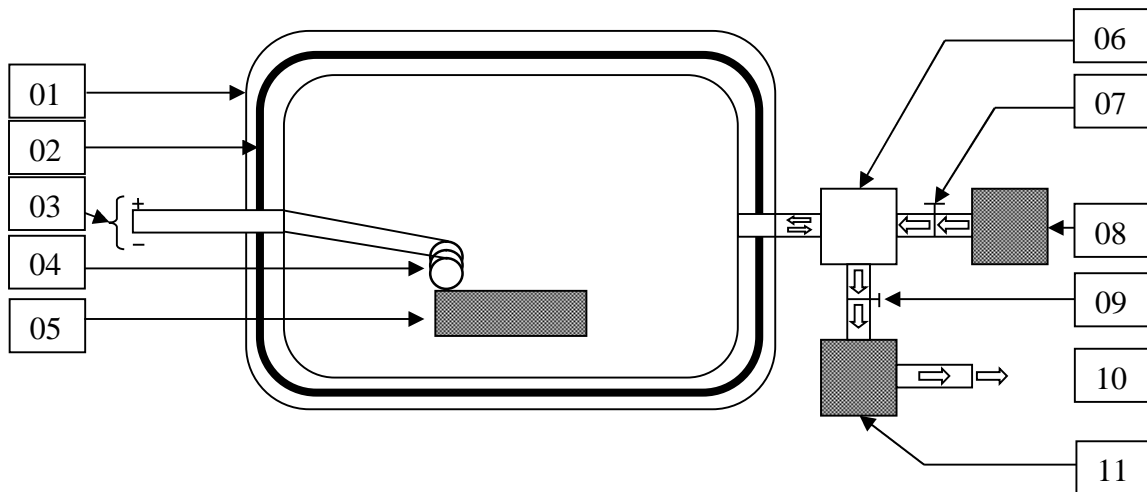


Figure 4.3: Schéma simplifié du dispositif pour la réaction SHS.

01 : Enceinte métallique.

02 : joint d'étanchéité.

03 : Alimentation électrique.

04 : Résistance électrique.

05 : Nacelle (avec plusieurs formes possible)

06 : Enceinte de jonction.

07 : Robinet d'entrée du gaz (Ar, N₂, ...etc.).

08 : Sources de gaz (Ar, N₂, ...etc.).

09 : Robinet lié à la pompe à vide.

10 : Sortie des gaz.

11 : Pompe à vide.

4.3.2. Elaboration des comprimés

4.3.2.1. Préparation des poudres

Premier comprimé : pour le premier comprimé, nous avons utilisé 5g de poudre d'aluminium pur dont les caractéristiques sont données plus haut.

Deuxième comprimé : nous avons préparé un mélange de 80% d'Al et 20% de TiC. Le carbure de titane est préparé par réaction SHS sous argon puis mélangé à l'aluminium pour préparer un composite à matrice d'aluminium renforcée par ce carbure. Pour élaborer cet échantillon avec la même masse que le premier, nous avons pris 4g de poudre d'aluminium et 1g de poudre de carbure de titane. Le mélange a été homogénéisé pendant 15 minutes dans le mélangeur.

4.3.2.2. Compactage des poudres

Les deux échantillons de poudres sont soumis à une compression uni axiale dans une pastilleuse (figure 4.4). La poudre est placée entre les deux pistons amovibles et par l'intermédiaire d'un troisième piston une pression de 123MPa est exercée grâce à une presse hydraulique. Après dépressurisation, les échantillons sont éjectés de la pastilleuse. Ces pastilles ainsi obtenus, appelées matériaux vert ou matériaux en «CRU » vont subir un traitement thermique appelé « Frittage » qui va permettre d'obtenir des comprimés plus denses par l'élimination de la porosité présente dans ces matériaux vert.

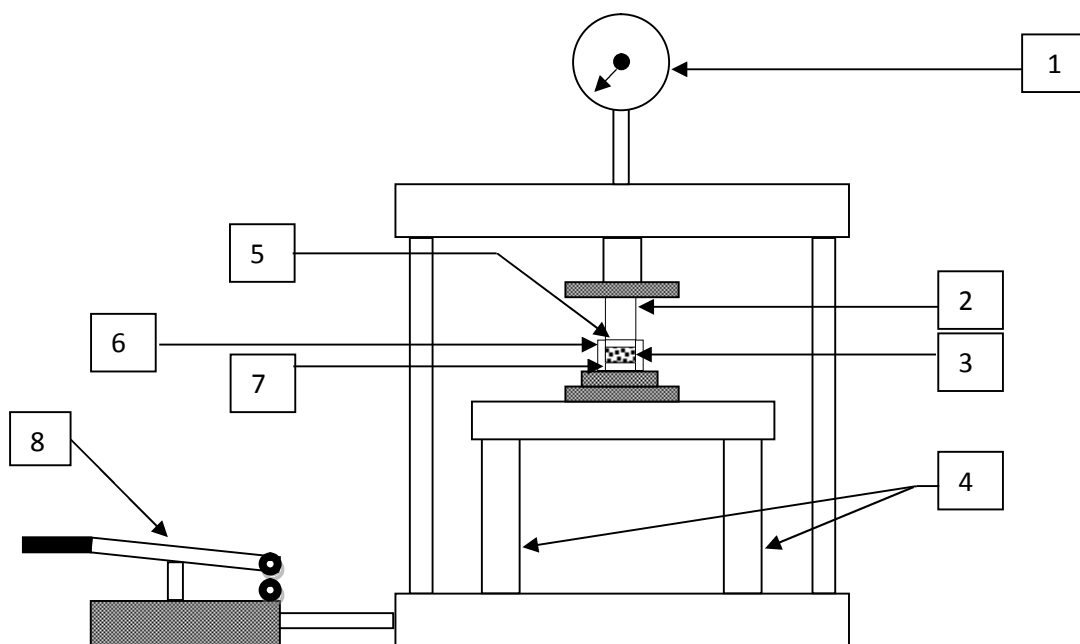


Figure 4.4: Schéma du dispositif de compactage des poudres.

01 : Manomètre

02 : Troisième poinçon

03 : poudre à compacter

04 : Pistons de la presse

05 : Poinçon supérieur de la pastilleuse

06 : Pastilleuse

07 : Poinçon inférieur de la pastilleuse

08 : Système de pression

4.3.2.3. Frittage des comprimés

Les pastilles sont frittées à 600°C pendant deux heures sous atmosphère d'argon pour empêcher leurs oxydations. La vitesse de chauffage est de 15°C par minute. Après un temps de maintien de deux heures à 600°C les échantillons sont refroidis au four avec une vitesse de refroidissement de 15°C par minute.

L'opération de frittage est effectuée dans un four tubulaire électrique (Figure 4.6). Ce dernier est équipé d'un tube borgne en alumine entouré d'un résistor qui peut atteindre une température de 1400°C. Le cycle thermique est contrôlé par un régulateur de type eurotherm3216 par le biais d'un gradateur de puissance qui agit sur l'enroulement primaire d'un transformateur abaisseur de tension. L'enroulement secondaire est relié aux bornes du résistor du four. Le capteur de température est placé dans la canne en céramique, sous l'échantillon. Le tube du four est relié à une pompe à vide et à un circuit de gaz inerte permettant de traiter les échantillons sous atmosphère protectrice. Une soupape d'huile permet d'évacuer l'excès de gaz inerte lors du traitement en atmosphère dynamique d'argon. La figure 4.5 montre le Cycle thermique du frittage.

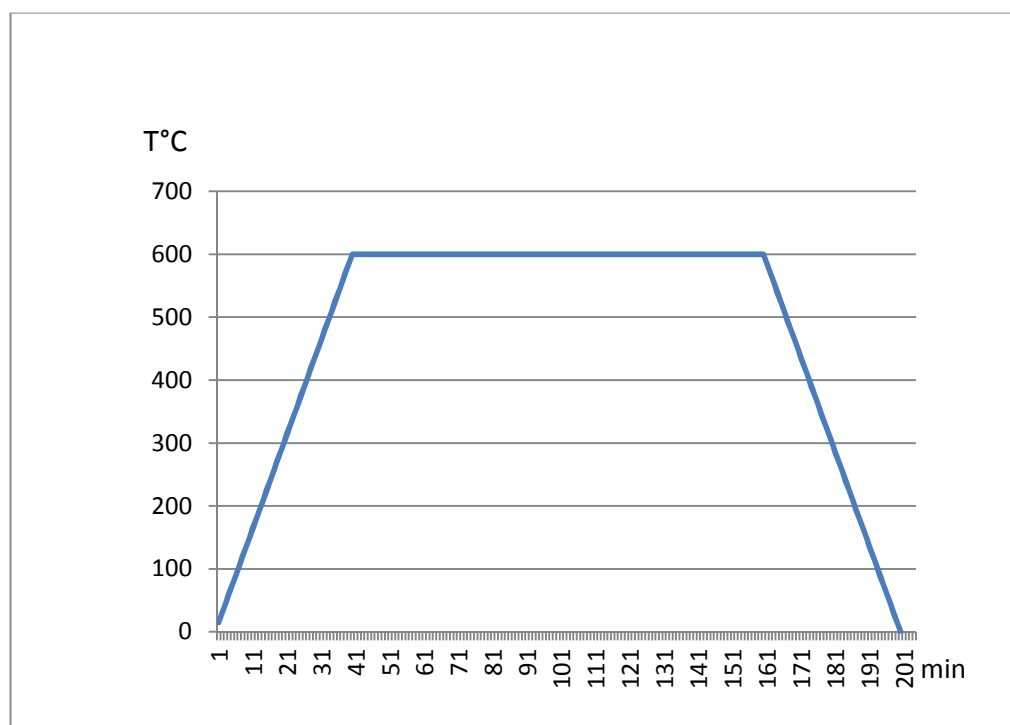


Figure 4.5: Cycle thermique du frittage

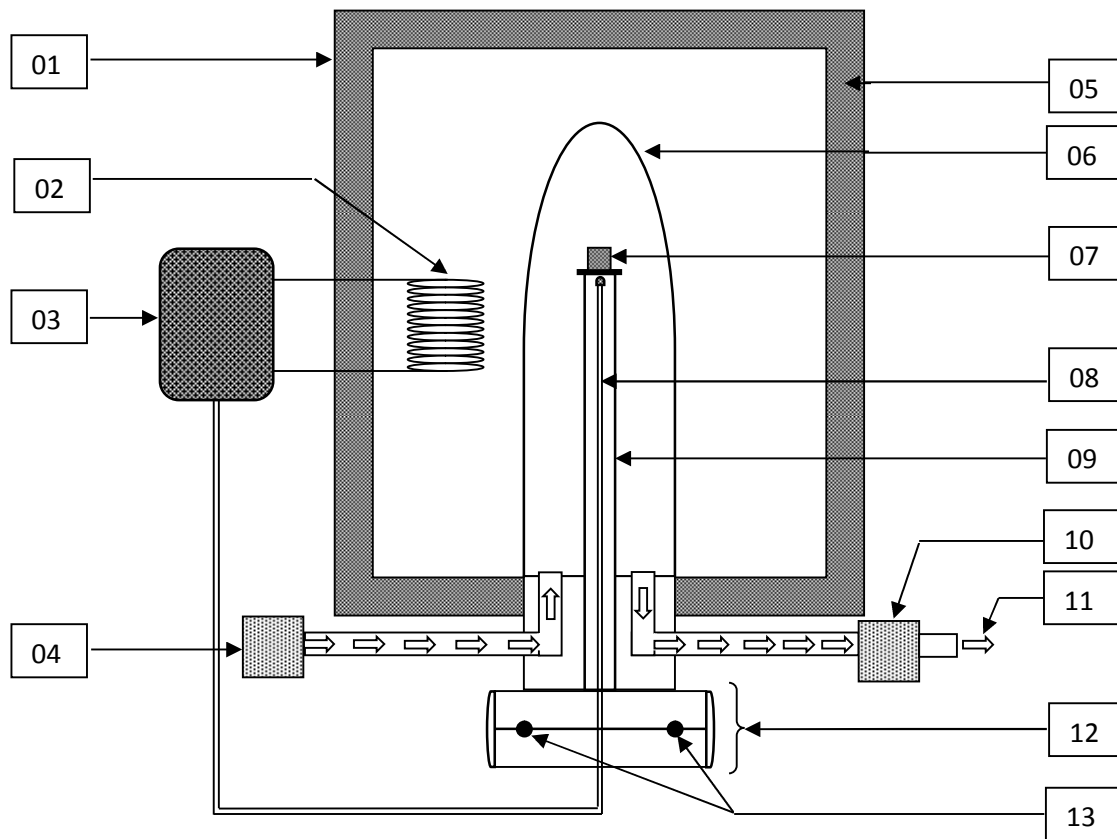


Figure 4.6 : Schéma simplifié du four de frittage.

- | | |
|--------------------------|-----------------------------------|
| 01 : Enceinte du four | 02 : Résistor |
| 03 : Régulateur | 04 : Source de gaz (Argon) |
| 05 : Isolation du four | 06 : Tube borgne en alumine |
| 07 : Echantillon | 08 : Thermocouple |
| 09 : Canne en céramique | 10 : Pompe à vide |
| 11 : Echappement des gaz | 12 : Brides et collier de serrage |
| 13 : Joint d'étanchéité | |

4.4. Techniques de caractérisation

4.4.1. Préparation des échantillons

Les échantillons à analyser sont prélevés des matériaux frittés par découpage. Ils sont ensuite enrobés et soumis à un polissage mécanique afin d'examiner leur microstructure.

4.4.1.1. Enrobage

Les échantillons sont enrobés dans la résine conductrice au moyen d'une enrobeuse à chaud. Pour cela, l'échantillon est placé dans le moule de l'enrobeuse et recouvert de résine conductrice. Le moule est refermé, puis, une pression est appliquée sur l'échantillon. Le moule est chauffé au moyen d'une résistance électrique bobinée autour de ce moule. Une fois la résine ramollie, on coupe le courant de chauffage et on ouvre le robinet d'eau de refroidissement pour assurer la polymérisation de la résine. Après refroidissement totale, l'échantillon enrobé est éjecté par le piston.

4.4.1.2. Polissage

Le polissage des échantillons est une opération indispensable pour permettre une observation au microscope. Les surfaces doivent être parfaitement planes et débarrassées de toutes les rayures susceptibles de gêner l'observation. Pour ce faire, nous allons frotter les surfaces à analyser sur des papiers émeri placés sur les disques de la polisseuse (Figure 4.7). Nous avons utilisé la série de papier SIC 600, 800, 1000, 1200 et 4000. Pour éviter l'échauffement de nos échantillons le polissage est fait sous arrosage d'eau tout en prenant soin de polir dans les deux directions perpendiculaires pour croiser, à chaque fois, les rayures produites par le papier précédent.

Une seconde opération dite de polissage de finition est menée sur une polisseuse montrée sur la figure 4.8. L'opération de finition consiste à frotter l'échantillon sur un feutre humidifié sur lequel on dépose une pate diamantée.



Figure 4.7 : Polisseuse électrique à deux disques.



Figure 4.8 : Polisseuse de finition.

4.4.1.3. Attaque chimique

L'objectif de cette attaque chimique étant de faire apparaître les joints de grains, le réactif de KELLER est versé sur les surfaces miroirs préalablement obtenues par polissage et après un temps de quelques secondes, les échantillons sont rincés à l'eau et ceci afin d'éviter que l'attaque des échantillons ne soit très profonde.

4.4.2. Microscopie optique

Le microscope optique, nous permet l'observation avec différents agrandissements. Le microscope utilisé (Figure 4.9) est un microscope métallographique qui fonctionne sous une tension de 220 Volts et qui permet une observation directe de la structure grâce aux oculaires. Pour les prises de photos, cet appareil est doté d'une caméra reliée à un ordinateur permettant d'enregistrer directement les micrographies et les traiter en utilisant un logiciel approprié.

L'échantillon est posé sur la platine avec une orientation vers l'objectif qui va focaliser un faisceau lumineux sur la zone à examiner. La lumière est réfléchiée par la surface du métal puis transmise à travers l'objectif pour être déviée vers l'oculaire par un miroir semi transparent. Il est possible de changer l'objectif afin de varier le grandissement de 40 à 1000 fois.



Figure 4.9 : Microscope métallographique

- 01: Emplacement pour la caméra. 02: Lampe pour observation par réflexion.
03: Bouton de mise au point de l'image. 04: Oculaires avec agrandissement de 10X.
05: Porte objectifs, libre en rotation. 06 : Platine.

4.4.3. Microscopie électronique à balayage (MEB)

Le principe du microscope électronique à balayage (MEB) consiste en un balayage d'une aire carrée de l'échantillon par un faisceau d'électrons incidents. Le MEB utilise les rayonnements émis par l'échantillon bombardé par le faisceau d'électrons généré par le canon à électrons accélérés par une haute tension pour augmenter son énergie. Des bobines assurent la déviation du faisceau pour le balayage d'une aire de l'échantillon à analyser. L'interaction des électrons primaires avec la matière provoque l'émission de divers rayonnements qui sont :

- Les électrons secondaires (SE) : ces électrons sont de faible énergie et résultent de l'interaction inélastique des électrons primaires et les électrons des atomes de l'échantillon. Du fait qu'ils proviennent des couches superficielles, ces électrons sont utilisés pour révéler la topographie et la morphologie de la surface de l'échantillon.

- Les électrons rétrodiffusés (BSE) : ces électrons ont une plus grande énergie et résultent de l'interaction élastique des électrons primaires avec les noyaux des atomes. Ils sont utilisés pour produire le contraste chimique entre les éléments constitutifs de la matière du fait que le coefficient de rétrodiffusion dépend du numéro atomique. En effet, contrairement aux éléments légers, les éléments chimiques lourds rétrodiffusent plus d'électrons du fait de leur nombre atomique élevé, ce qui produit des zones claires sur la micrographie, contrairement aux éléments légers qui s'y présentent en zones sombres.

- Les rayonnements X : lorsqu'un atome est bombardé par des électrons incidents, celui-ci éjecte un électron et devient alors excité mais cet état ne dure que quelques millisecondes car cet atome va retourner à son état d'équilibre et il engendre ainsi un rayonnement qui lui est caractéristique et ce dernier est utilisé pour une analyse chimique élémentaire qualitative et quantitative.

Pour permettre de recueillir et de traiter ces rayonnements, le microscope électronique à balayage de type **Philips XL30Environnemental** (Figure 4.10) est muni de différents détecteurs relié à un micro-ordinateur pour l'acquisition d'images et un autre pour le traitement des spectres d'analyse.

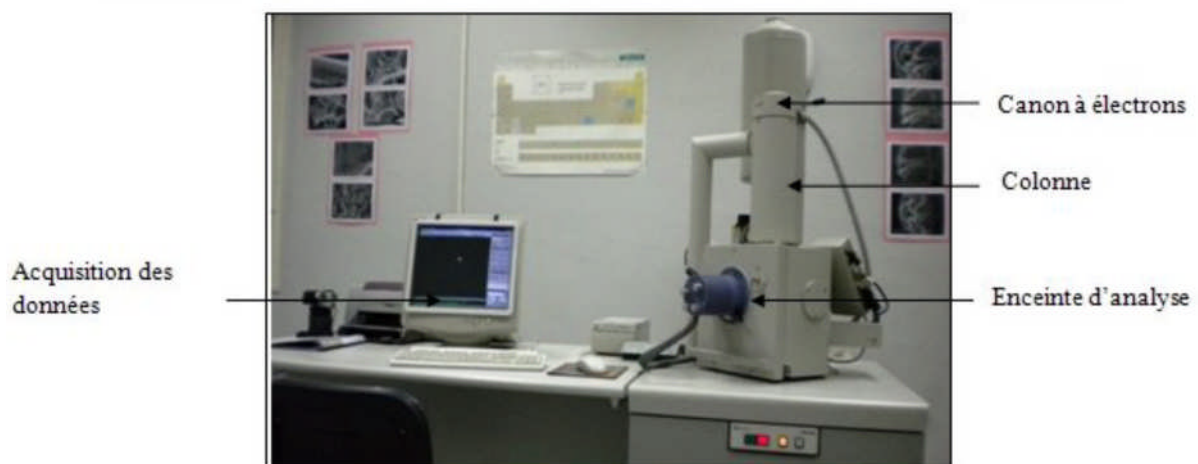


Figure 4.10 : Microscope électronique à balayage Philips XL30

4.4.4. Diffraction des rayons X (DRX)

La méthode de diffraction des rayons X est une méthode très utilisée pour la caractérisation des produits de réaction. Cette technique repose sur l'interaction élastique d'un faisceau monochromatique de photons X avec la matière cristallisée. L'appareillage utilisé est un diffractomètre de type Panalytical qui est couplé à un ordinateur pour le pilotage et l'enregistrement. La source de rayon X est un tube à anticathode cuivre ($\lambda=1,54\text{\AA}$). Le montage utilisé est en θ - 2θ permettant l'enregistrement des rayons diffractés.

La loi de BRAGG donne la relation entre la différence de marche ($2d \sin \theta$) des rayons diffusés, et la longueur d'onde λ , soit : $n\lambda = 2 d_{hkl} \cdot \sin \theta$ avec n entier positif.

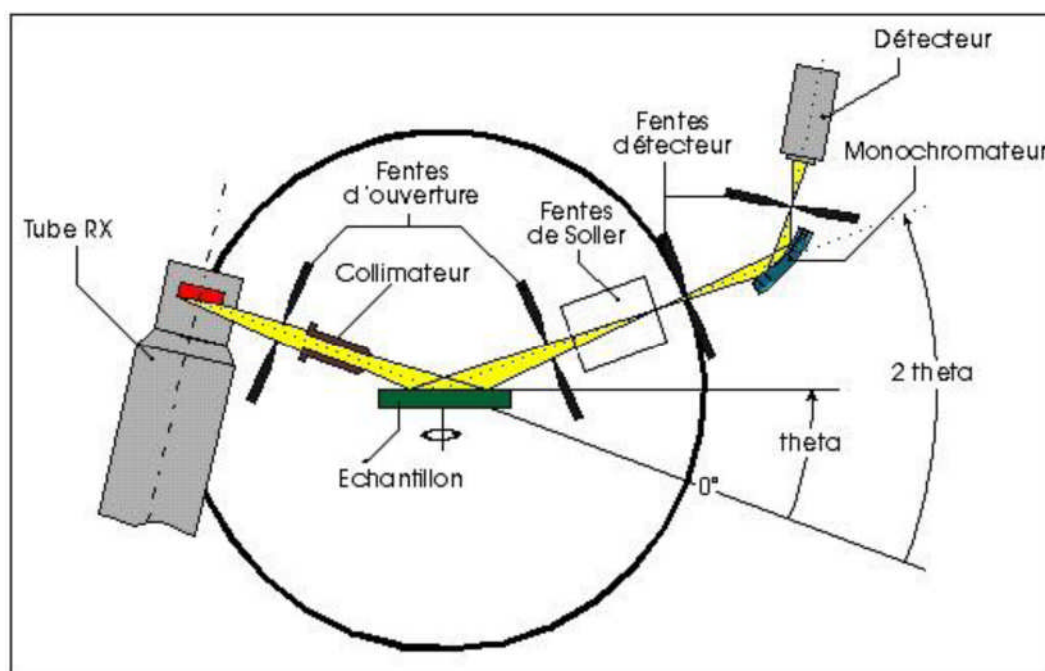


Figure 4.11 : Schéma du principe du diffractomètre à rayons X

4.4.5. Essais tribologiques

Afin d'étudier les propriétés tribologiques de nos deux échantillons, des essais ont été effectués sur un tribomètre pion/disque représenté sur la figure 4.12. Ce dispositif nous permet d'étudier le frottement et l'usure de nos deux pions ; il mesure les efforts normaux et tangentiels. La détermination du coefficient de frottement pour un couple de matériaux donné se traite après dépouillement des résultats de mesure.

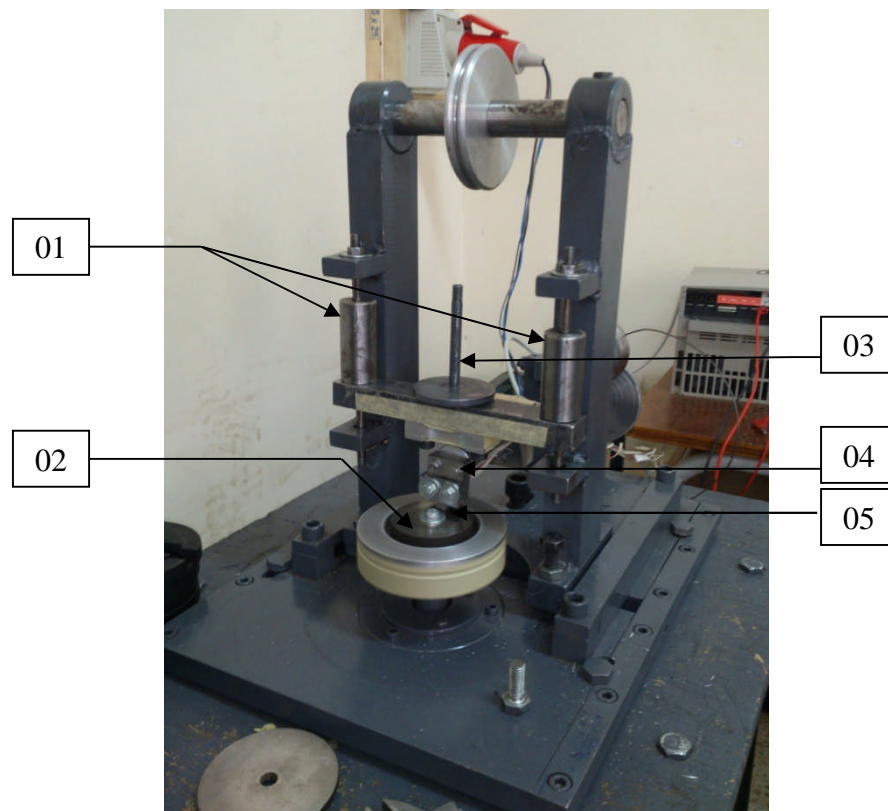


Figure 4.12 : Tribomètre pion/disque.

01 : Glissières

02 : Disque en aciers XC48

03 : Levier porte masses

04 : Porte pion

05 : Pion

Mode opératoire

La première étape consiste à concevoir et réaliser un porte échantillon qui doit être adapté aux dimensions de nos échantillons (figure 4.13). Ce porte pion sera ensuite monté sur l'appareil d'usure. La figure 4.14 montre les deux composants du porte pion réalisé en acier au carbone au Hall de technologie du Département de Génie Mécanique.

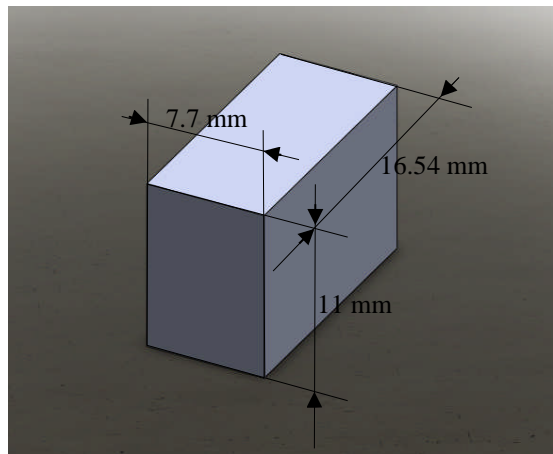


Figure 4.13 : Pions utilisés pour les essais tribologique

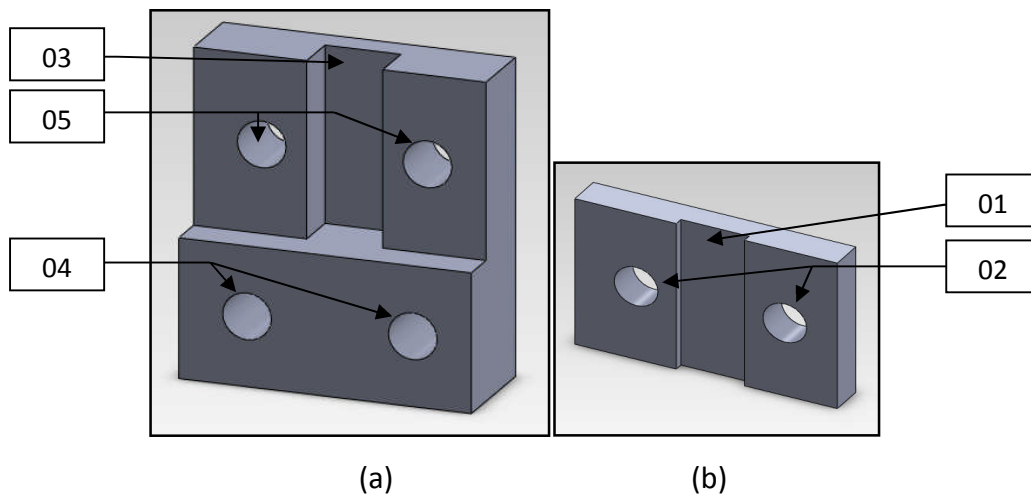


Figure 4.14: les deux composants du porte pion.

- | | |
|---|---|
| 01 : rainure de maintien | 02 : trous de fixation du composant (a) |
| 03 : emplacement du pion | 04 : système de fixation au tribomètre |
| 05 : trous avec taraudage pour la fixation du composant (b) | |

La seconde étape consiste à préparer les disques en aciers XC 48 (figure 4.15) qui doivent être polis et débarrasser de toutes les impuretés. Ces disques ont été réalisés par des étudiants de Génie Mécanique dans le cadre de leurs projets de fins d'études à partir de barres d'acier rondes laminées à chaud et recuites.

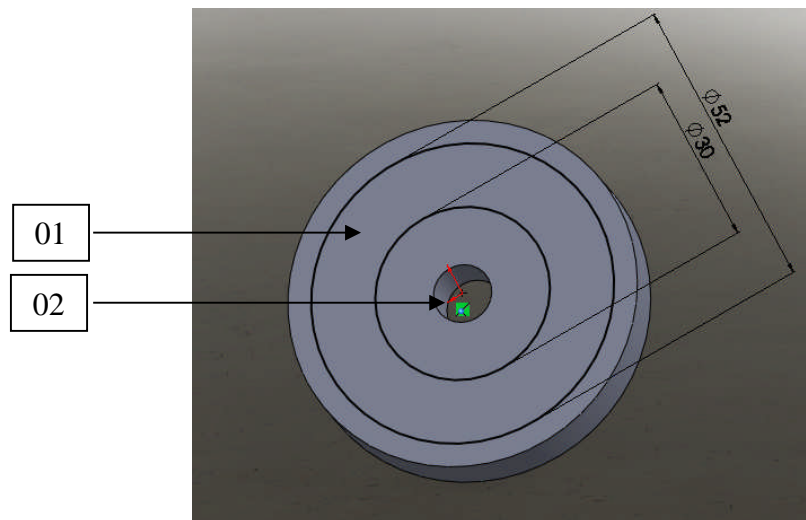


Figure 4.15 : Disque en aciers XC 48.

01 : Piste de glissement du pion.

02 : Trou pour la fixation au plateau tournant.

Les coefficients de frottement de nos deux matériaux (Al pur et Al-TiC) et leurs pertes de masse sont déterminés en fonction de la distance parcourue. Les paramètres d'essais pour déterminer les coefficients de frottement sont portés dans le tableau 4.2.

Tableau 4.2 : Paramètre des essais tribologiques.

	Force normale [N]	Vitesse [m /s]	Température	Pression	Lubrification
Matériau 01 (Al pur)	22.4	3.14	ambiante	atmosphérique	sans
Matériau composite (Al-TiC)					

Mesure de la rugosité

Avant de réaliser les essais tribologiques, les paramètres de rugosité ont été mesurés grâce à un rugosimètre de type **Mitutoyo** (Figure 4.16). Cet appareil est doté d'un palpeur installé sur l'unité de détection (échantillon) qui se déplace sur une distance choisie dans un intervalle de 0,25 à 12,5 mm et permet de détecter les irrégularités infimes présentes sur la surface de la pièce. Une opération d'étalonnage de l'appareil est effectuée en mesurant la rugosité d'une plaque étalon livrée avec l'appareil (figure 4.17). Les mesures de rugosité ont été effectuées avant et après les tests d'usure afin de comparer l'usure de l'aluminium pur et celle du composite Al-SiC. Les mêmes tests sont également menés sur les disques d'acier sur lesquels sont frottés nos échantillons. Les paramètres de rugosité sont affichés directement sur l'écran du rugosimètre (en μm).

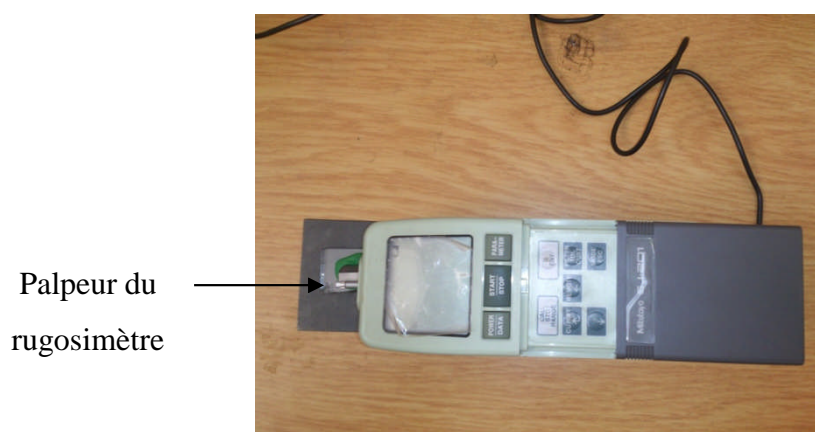


Figure 4.16 : Rugosimètre à palpeur.



Figure 4.17 : Etalon de référence.

Nous avons ainsi pu mesurer la rugosité des disques avant et après usure, et la rugosité des surfaces de nos pions avant et après les essais d'usure.

4.4.5.1. Détermination du coefficient de frottement

Pour déterminer le coefficient de frottement du pion, celui-ci est placé dans le porte échantillon qui lui-même sera fixé sur le tribomètre muni d'un capteur de force (figure 4.18) qui est relié à une chaîne d'acquisition (figure 4.19) pour traiter les données qui seront enregistrées dans un micro ordinateur. Ce dispositif va nous permettre de suivre l'évolution de la force normale et tangentielle en fonction du temps.

Durant tout le processus de frottement (disque/pion) l'effort normal F_n est appliqué en continu grâce à un levier (figure 4.12) sur lequel on monte les masses mortes.

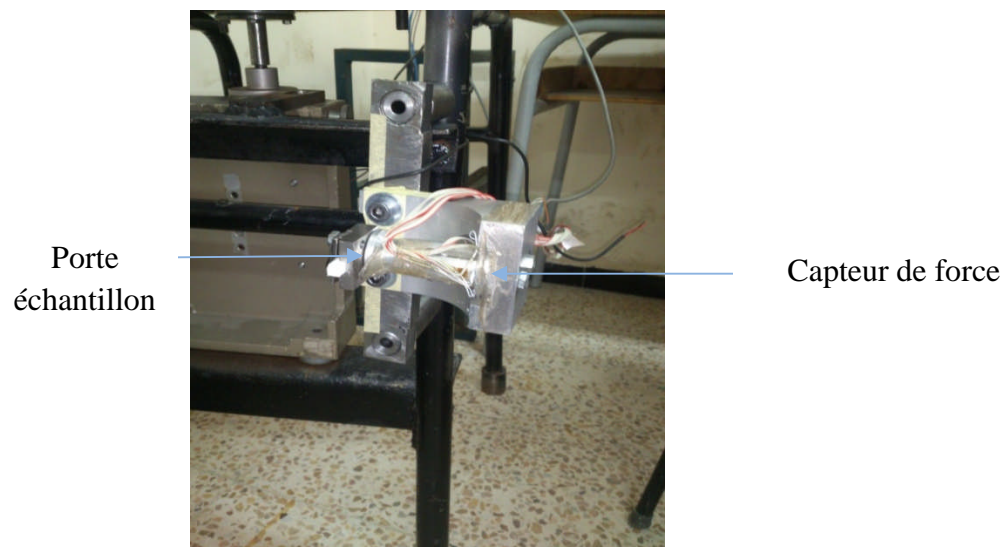


Figure 4.18 : Capteur de force.

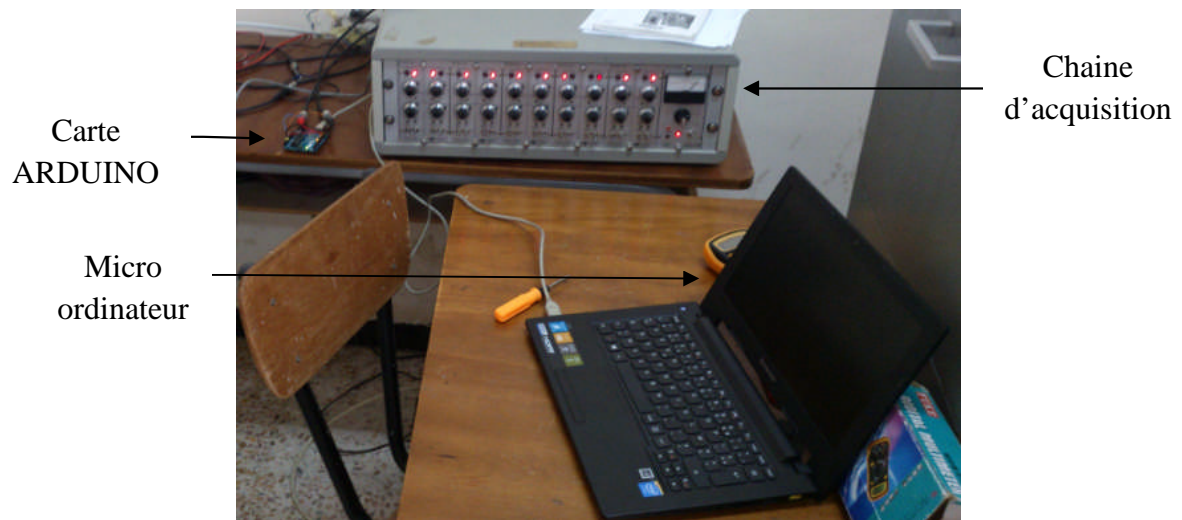


Figure 4.19 : Dispositif pour l'acquisition des données.

4.4.5.2. Détermination de la perte de masse

Afin de déterminer la perte de masse d'un pion en fonction de la distance parcourue, des pesées ont été effectuées sur les pions au moyen d'une balance analytique à 10^{-4} g près.

Cette masse est relevée après chaque intervalle de distance parcourue par le pion pour pouvoir suivre l'évolution de la masse après chaque intervalle d'une distance de 565m. Les paramètres des essais sont représentés dans le tableau 4.3.

Tableau 4.3 : Paramètre des essais.

	Force normale [N]	Vitesse [m /s]	Température	Pression	Lubrification
Matériau 01 (Al pur)	22.4	3.14	ambiante	atmosphérique	Sans
Matériau composite (Al-TiC)					

4.4.6. Caractérisation mécanique

4.4.6.1. Microdureté

La micro dureté d'un matériau est sa capacité à résister à la pénétration d'un pénétrateur de géométrie et de forme connue durant un temps donné. Plus le matériau est dur plus l'empreinte laissée par le pénétrateur est petite.

La réalisation de la micro dureté nécessite la préparation des surfaces des échantillons comme celle réalisée dans le cas de la métallographie. Cette préparation consiste à polir les échantillons puis à faire une attaque chimique au réactif de Keller pour différencier les différents constituants de la microstructure et pouvoir ainsi les cibler par le pénétrateur.

La micro dureté de type VICKERS qui consiste à appliquer une charge de 0.01Kgf à l'aide d'un pénétrateur en forme de pyramide à base carrée pendant 20 secondes. Ces essais sont effectués sur nos deux matériaux sur un microduromètre de type **Zwick/Roell ZHV** montré sur la figure 4.20. La microdureté est calculée automatiquement par l'appareil en fonction de la force et la diagonale moyenne de l'empreinte.

La microdureté du matériau composite a été mesurée en ciblant les particules de renforts et la matrice d'aluminium.

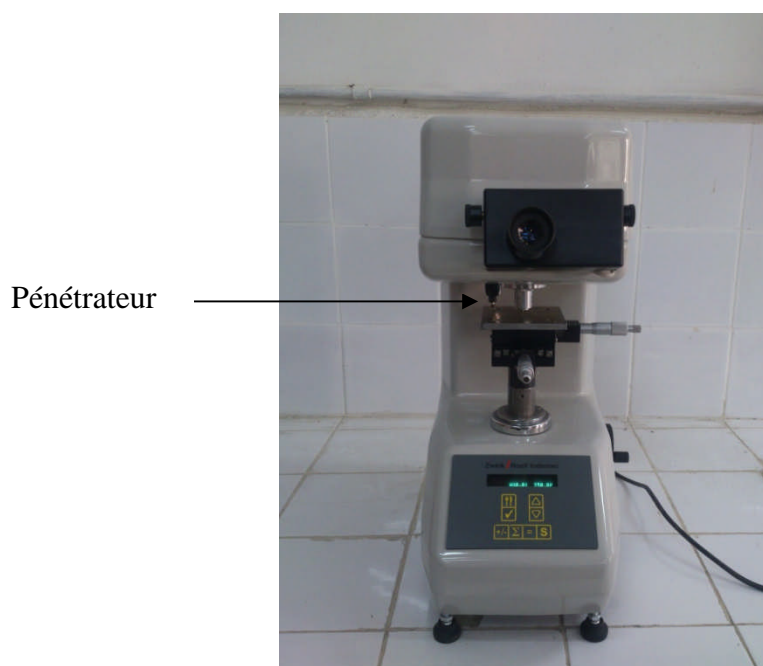


Figure 4.20 : Micro duromètre.

4.4.6.2. Essai de compression

Les essais de compression ont été réalisés au niveau du laboratoire de résistance des matériaux du département de Génie Mécanique. Nous avons utilisé une machine de traction/compression de type **Ibertest** modèle UIB-100/W avec une capacité de 100 KN (figure 4.21). Cette machine est pilotée par un ordinateur utilisant un logiciel d'acquisition et de traitement des données. Les dimensions des deux échantillons (figure 4.22) sont enregistrées dans le logiciel pour chaque éprouvette à tester. La vitesse est fixée à 2 mm/min pour les deux essais.

Echantillon à
comprimer



Figure 4.21 : Machine de traction/compression de type Ibertest.

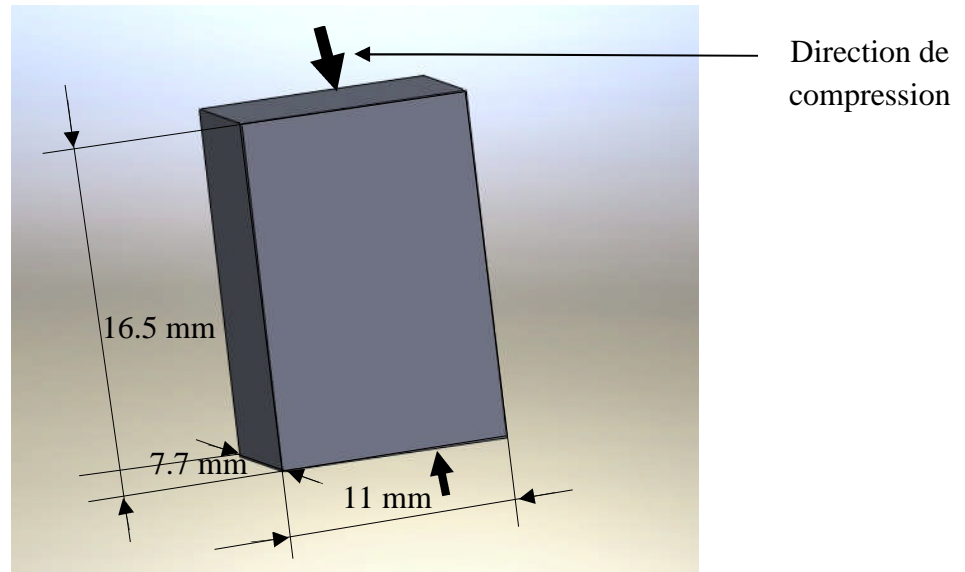


Figure 4.22 : Géométrie, dimensions et sens de compression des deux échantillons.

Chapitre 5

Résultats et discussions

Introduction

Le but de ce travail est de synthétiser par le procédé SHS du carbure de titane à partir des poudres élémentaires de titane et de graphite sous différentes atmosphères pour ainsi pouvoir déterminer l'influence de cette atmosphère sur les produits de la réaction.

Le carbure de titane produit va ensuite être utilisé pour renforcer une matrice en aluminium pour ainsi obtenir un composite à matrice métallique renforcée par des particules. Ce composite va être caractérisé par microscopie électronique à balayage (MEB) et par des essais mécaniques et tribologiques.

5.1. Synthèse du carbure de titane sous différentes atmosphères par la réaction SHS

En premier lieu, nous allons d'abord caractériser les poudres des réactifs par observation au microscope électronique à balayage et une analyse par diffraction des rayons X pour pouvoir déterminer la forme et la pureté des poudres.

En deuxième lieu, on va caractériser les produits obtenus par la réaction d'auto-combustion des réactifs sous différentes atmosphères (air, argon et azote).

5.1.1. Caractérisation des poudres élémentaires

Répartition granulométrique des poudres

Les résultats d'analyses des trois poudres sont représentés dans les tableaux 5.1, 5.2 et 5.3 ainsi que les répartitions granulométriques des trois poudres qui sont portées sur les figures 5.1, 5.2 et 5.3.

a) Poudre de titane

La répartition granulométrique de la poudre de titane est donnée par le tableau 5.1 et la figure 5.1.

Tableau 5.1 : Répartition granulométrique de la poudre de titane

Diamètres des particules (μm)	Masses des poudres (g)	Fractions massiques (%)
$d \leq 50$	0.8525	47,86636721
$50 < d \leq 80$	0.3480	19,5395845
$80 < d \leq 125$	0.1656	9,298147108
$125 < d \leq 160$	0.4056	22,77372263
$160 < d \leq 250$	0.0064	0,359348681
$250 < d \leq 315$	0.0004	0,022459293
$315 < d \leq 500$	0.0025	0,140370578
$500 < d \leq 630$	0	0
$d > 630$	0	0

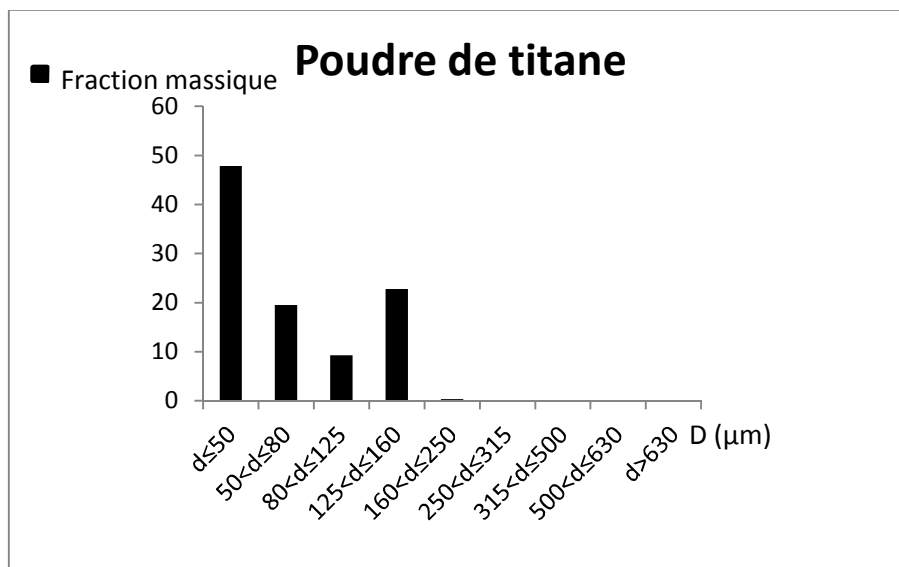


Figure 5.1 : Répartition granulométrique de la poudre de titane utilisée.

Les résultats de la répartition granulométrique de la poudre de titane montrent que cette dernière est une poudre très fine. La plus grande fraction massique (47.86%) représente la poudre avec une taille inférieure à $50\mu\text{m}$. Sa répartition est bimodale.

b) Poudre d'aluminium

Les résultats de la répartition granulométrique de la poudre d'aluminium sont portés par le tableau 5.2 et la figure 5.2.

Tableau 5.2 : Répartition granulométrique de la poudre d'aluminium utilisée.

Diamètres des particules (μm)	Masses des poudres (g)	Fractions massiques (%)
$d \leq 50$	0.0052	0,272108844
$50 < d \leq 80$	0.1682	8,801674516
$80 < d \leq 125$	0.1662	8,697017268
$125 < d \leq 160$	0.2915	15,25379383
$160 < d \leq 250$	0.7645	40,00523286
$250 < d \leq 315$	0.1022	5,347985348
$315 < d \leq 500$	0.2228	11,65881737
$500 < d \leq 630$	0.1584	8,288854003
$d > 630$	0.0320	1,67451596

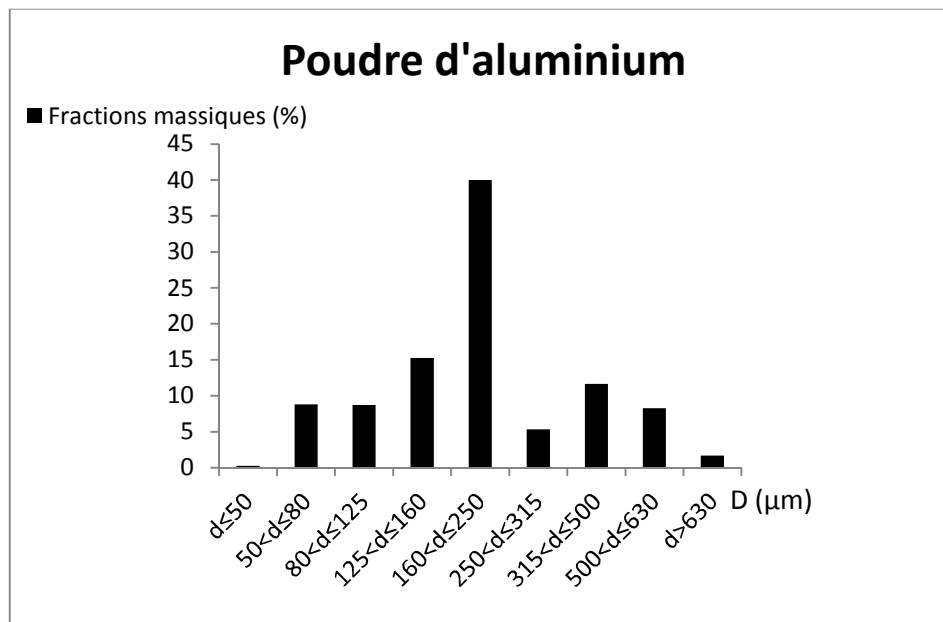


Figure 5.2 : Répartition granulométrique de la poudre d'aluminium utilisée.

Ces résultats montrent que les particules de la poudre d'aluminium possèdent des tailles variées avec une fraction massique plus importante pour les particules de tailles comprises entre $160\mu\text{m}$ et $250\mu\text{m}$. Elle présente une répartition monomodale.

c) Poudre de carbone

Les résultats de la répartition granulométrique pour la poudre de carbone est donnée par le tableau 5.3 et la figure 5.3.

Tableau 5.3 : Répartition granulométrique de la poudre de carbone utilisée.

Diamètres des particules (μm)	Masses des poudres (g)	Fractions massiques (%)
$d \leq 50$	0	0
$50 < d \leq 80$	0.054	7,90051207
$80 < d \leq 125$	0.1645	24,06730066
$125 < d \leq 160$	0.3835	56,10826628
$160 < d \leq 250$	0.059	8,632040966
$250 < d \leq 315$	0.012	1,755669349
$315 < d \leq 500$	0.006	0,877834674
$500 < d \leq 630$	0.002	0,292611558
$d > 630$	0.0035	0,365764448

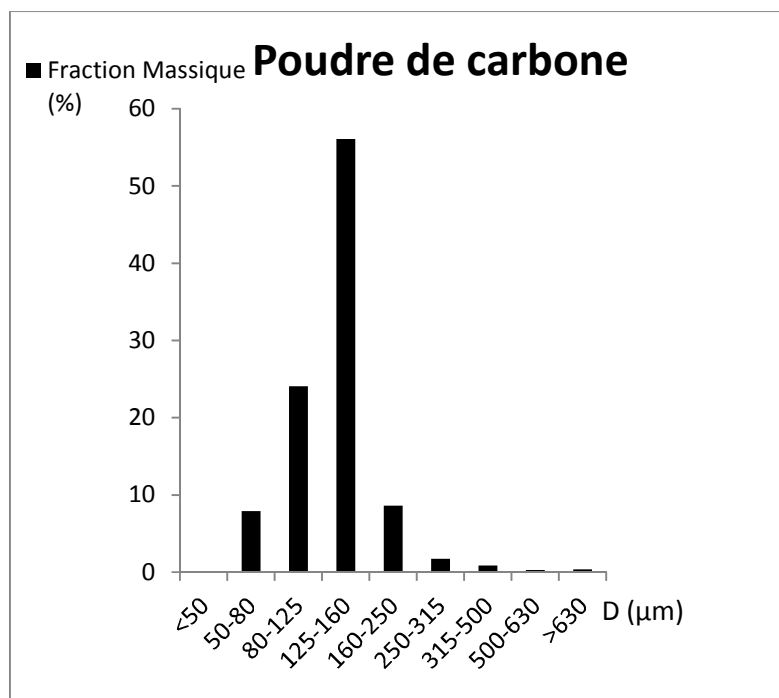


Figure 5.3 : Répartition granulométrique de la poudre de carbone utilisée.

Le tableau 5.3 et la figure 5.3 montrent que les particules de carbone possèdent des tailles moyennes. Les particules ayant une taille comprise entre 125 μm et 160 μm sont les plus nombreuses avec 56.10% en masse. Sa répartition est monomodale.

La figure 5.4 regroupe l'ensemble des répartitions granulométriques obtenues.

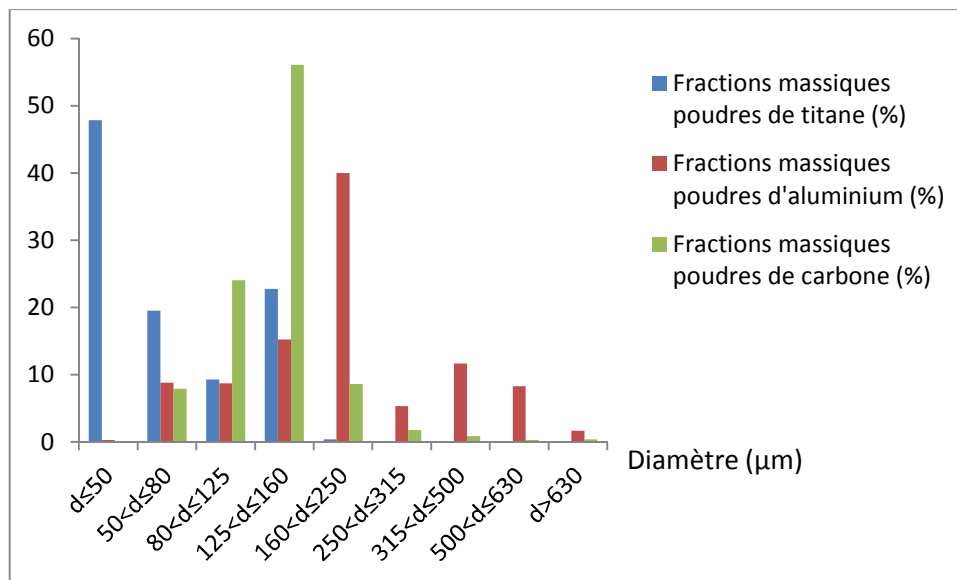


Figure 5.4 : Répartitions granulométriques des poudres utilisées

Cette figure, nous montre la différence entre les granulométries des trois poudres que nous avons utilisées durant ce travail. On peut observer que la poudre de titane possède une granulométrie assez faible par rapport aux deux autres poudres.

Observation au MEB

Pour pouvoir observer nos poudres utilisées dans ce travail, nous les avons soumis à une analyse au microscope électronique à balayage. La figure 5.5 montre les micrographies de nos poudres.

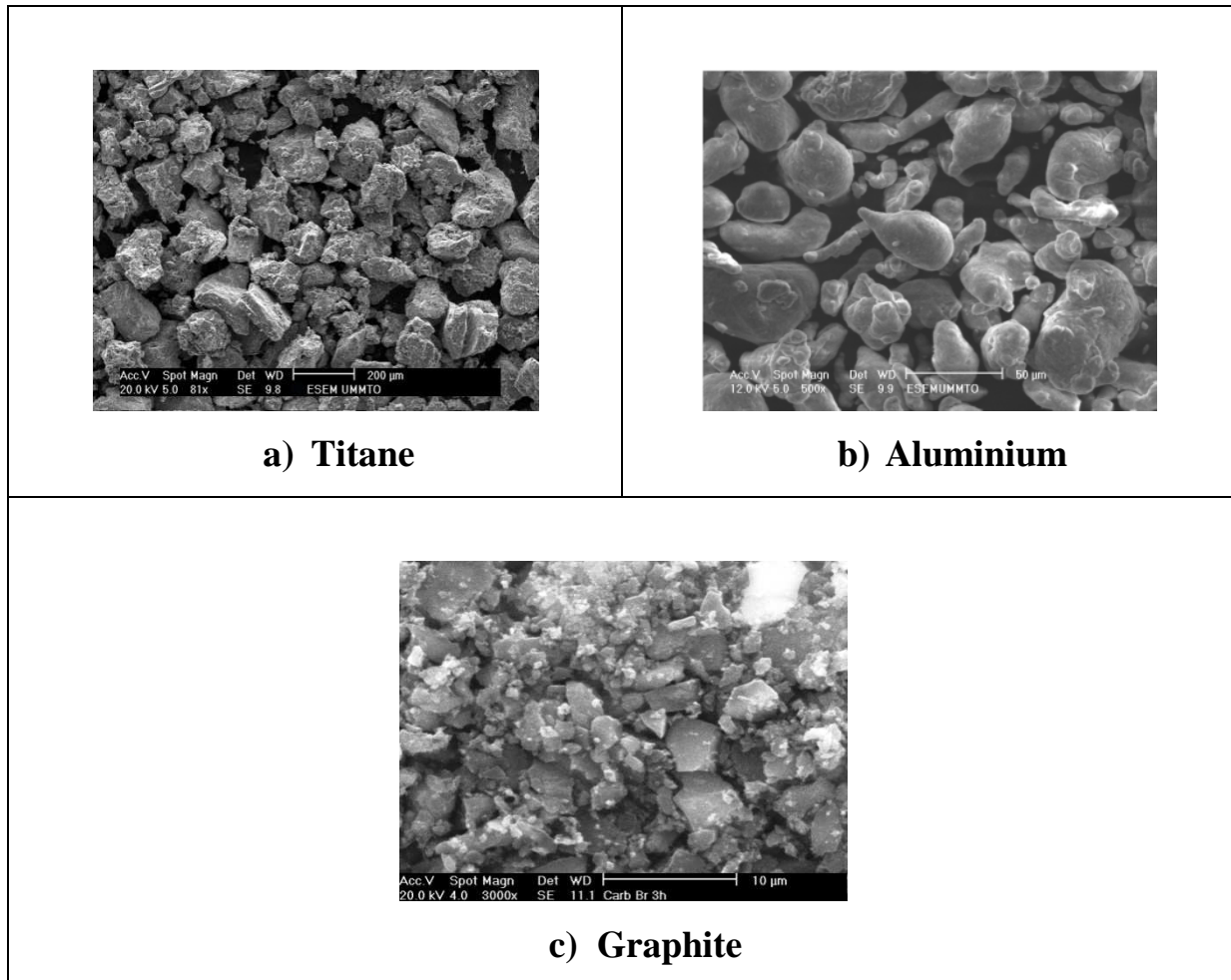


Figure 5.5 : Micrographies des poudres.

Les micrographies obtenues par observation au microscope électronique à balayage (figure 5.5), montrent que les particules des trois poudres ont une forme irrégulière. Cependant la poudre d'aluminium présente une morphologie quasi-sphérique.

Analyse par DRX

Les diffractogrammes des figures 5.6, 5.7 et 5.8, nous montre la pureté de la poudre de titane, d'aluminium et du graphite.

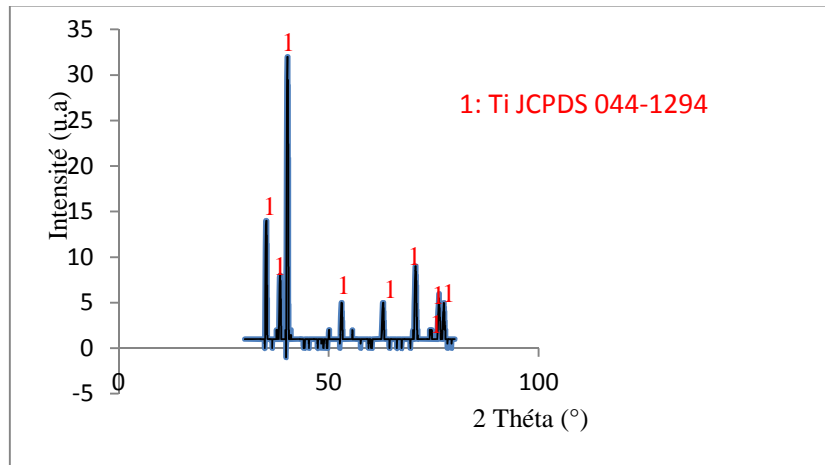


Figure 5.6 : Diffractogramme de la poudre de titane.

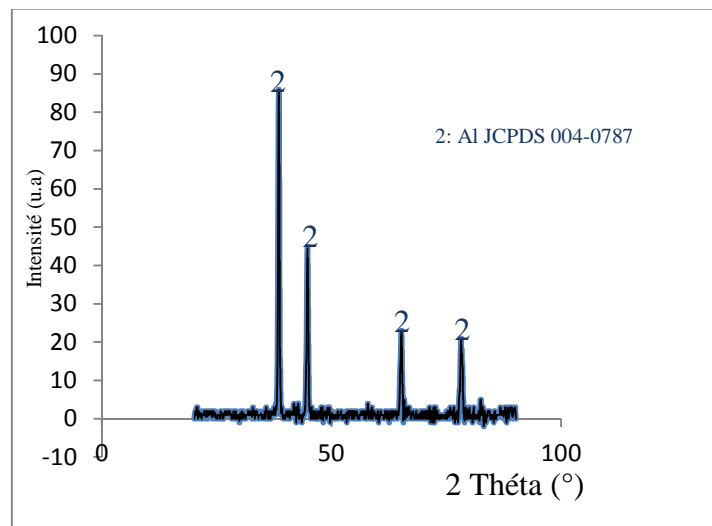


Figure 5.7 : Diffractogramme de la poudre d'aluminium.

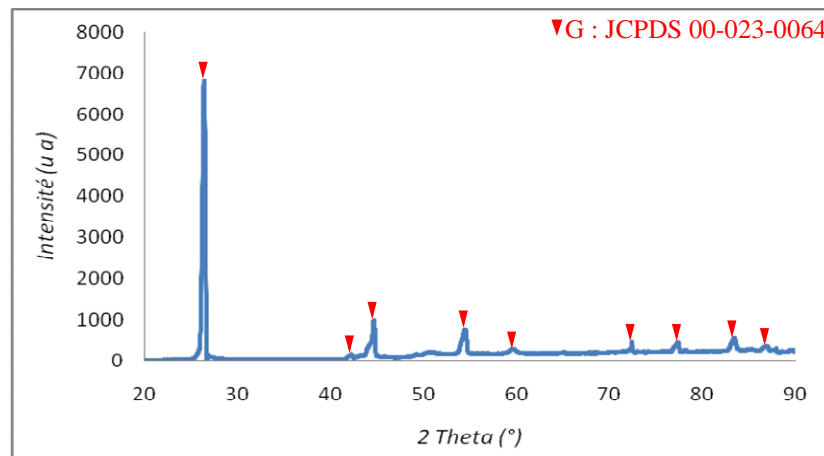


Figure 5.9 : Diffractogramme de la poudre de graphite.

5.1.2. Réaction SHS sous air

La figure 5.10 nous donne le diffractogramme de la poudre obtenue après réaction SHS sous air.

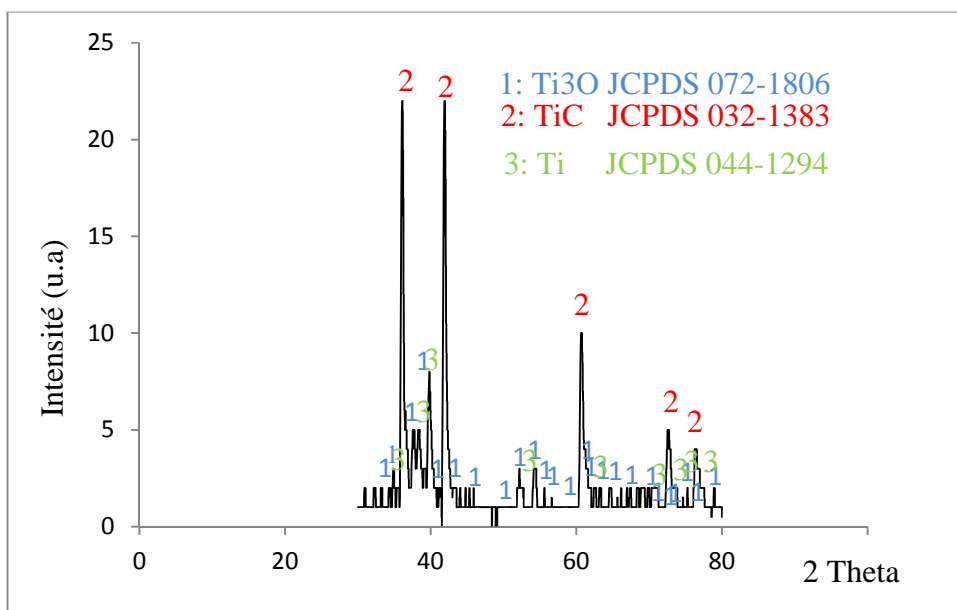


Figure 5.10 :Diffractogramme du produit de la réaction sous air.

Le résultat de la diffraction des rayons X pour le produit de la réaction d'auto-combustion sous air nous permet de constater la formation du carbure de titane TiC. Mais on constate aussi la formation de l'oxyde de titane Ti_3O , ce qui nous laisse dire que l'oxygène de l'atmosphère a réagi avec le titane pour former cet oxyde.

5.1.3. Réaction SHS sous atmosphère neutre (argon)

La poudre obtenue par la réaction d'auto-combustion sous atmosphère d'argon est analysée par diffraction des rayons X. La figure 5.11 représente le diffractogramme de cette poudre.

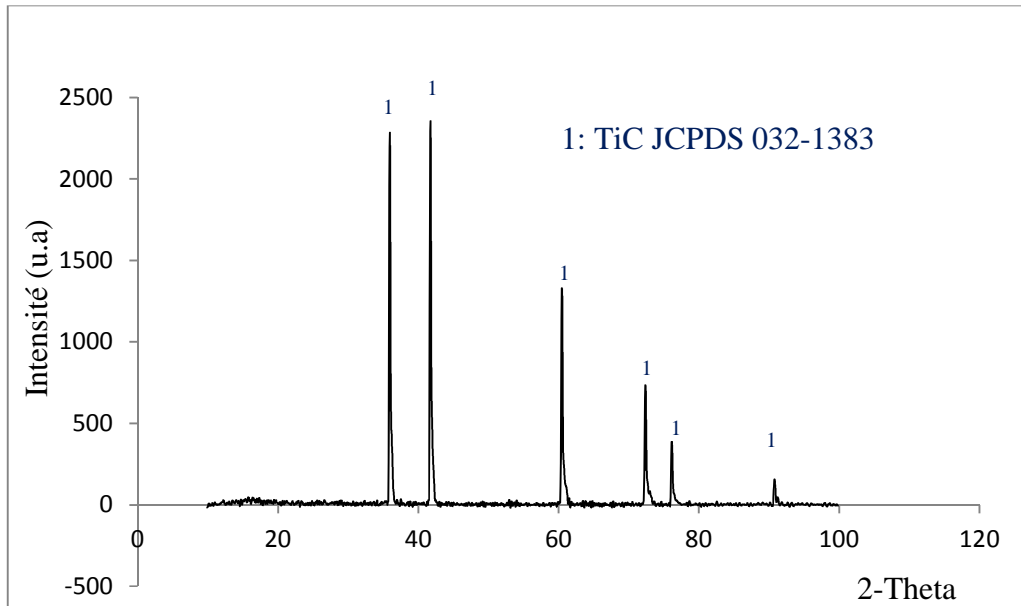


Figure 5.11 :Diffractogramme des RX de la poudre obtenue sous atmosphère neutre.

Cette figure, nous permet de constater la présence d'une seule phase stœchiométrique dans la poudre obtenue par la réaction d'auto-combustion sous atmosphère neutre. On peut donc dire que tous les réactifs de départ ont réagi pour former le carbure de titane.

5.1.4. Réaction SHS sous atmosphère d'azote

La figure 5.12 représente le diffractogramme obtenu par analyse aux rayons X de la poudre obtenue par la réaction d'auto-combustion sous atmosphère d'azote.

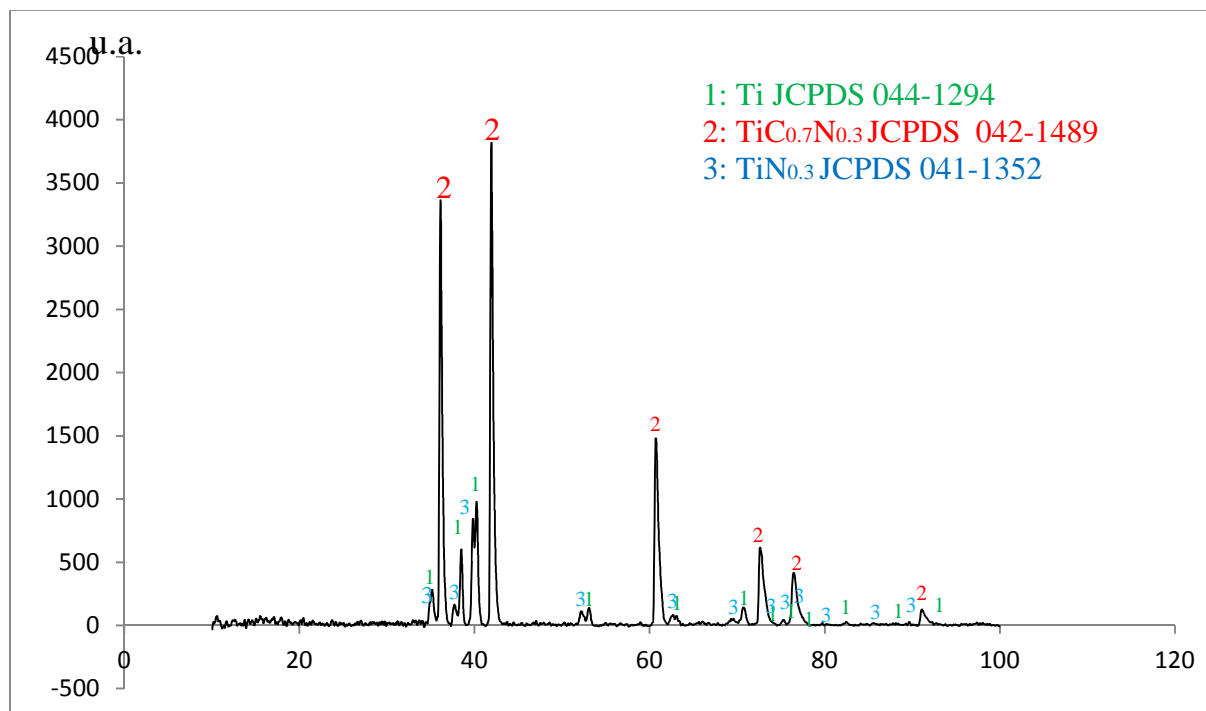


Figure 5.12 : Diffractogramme des RX de la poudre obtenue sous atmosphère d'azote.

Cette figure, nous permet de voir la présence de plusieurs phases dans le produit de la réaction. Nous sommes en présence de trois phases qui sont le carbonitride de titane $\text{TiC}_{0.7}\text{N}_{0.3}$, nitrure de titane $\text{TiN}_{0.3}$ et le titane Ti. Ces résultats montre que l'on peut, à partir de poudre de titane et de carbone synthétiser le carbonitride de titane et le nitrure de titane.

Les résultats des deux réactions, nous permettent de voir l'influence de l'atmosphère de la réaction sur le produit de cette dernière. L'atmosphère neutre, nous a permis de produire le carbure de titane d'une grande pureté. En effet la figure 5.11 ne révèle aucune autre phase en dehors du carbure de titane.

La réaction d'auto-combustion sous azote a permis de produire le carbonitride ainsi que le nitrure de titane. De plus, on remarque aussi la présence du titane pur qui n'a pas réagi durant cette réaction, ce qui peut être expliqué par un déficit de carbone provoqué lors de la manipulation.

5.2. Elaboration des comprimés

5.2.1. Caractérisation des microstructures de nos deux matériaux

Les deux matériaux sont passés au microscope électronique à balayage pour pouvoir observer leurs microstructures.

- **Aluminium pur**

La figure 5.13 montre une micrographie de la microstructure du matériau ayant uniquement de l'aluminium compacté avec une pression de 123MPa et fritté à 600°C pendant 2 heures.

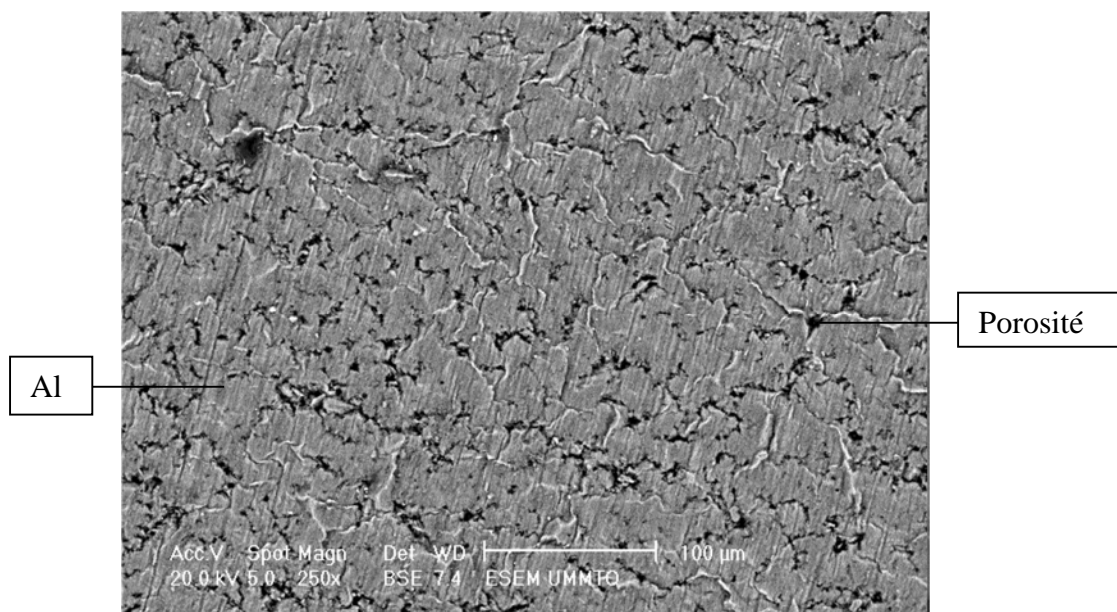


Figure 5.13 : Micrographie de l'aluminium fritté 2 heures à 600°C.

La figure 5.13, nous montre la microstructure de l'aluminium présentant une importante porosité qui est présente sur toute la microstructure.

Cette porosité présente un taux relativement important comme le montre la figure 5.13. Les figures 5.14 et 5.15 montrent un agrandissement des zones poreuses qui mettent en évidence la profondeur de la porosité.

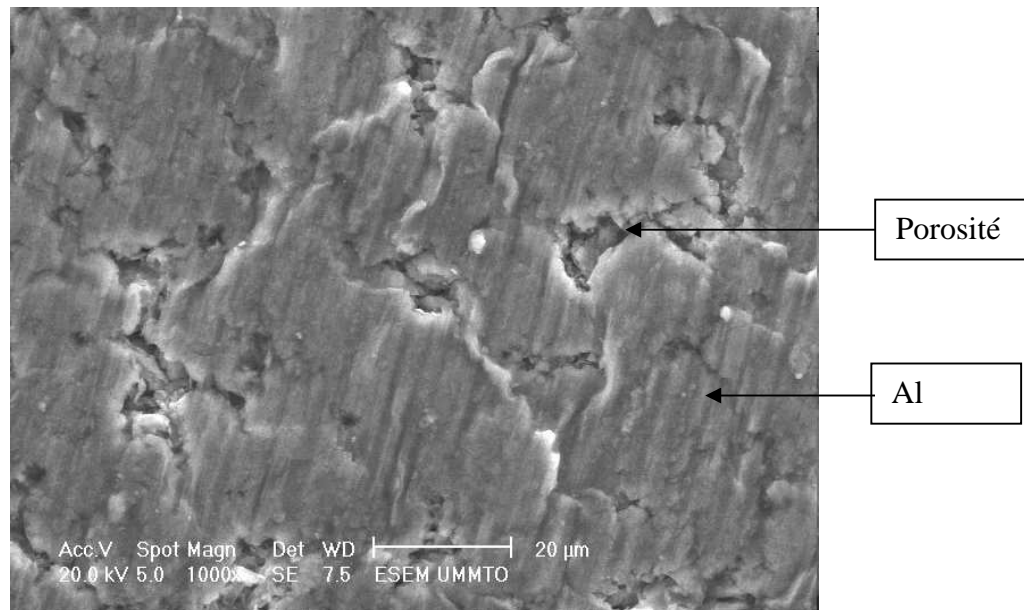


Figure 5.14 : micrographie de la porosité de l'aluminium fritté 2 heures à 600°C.

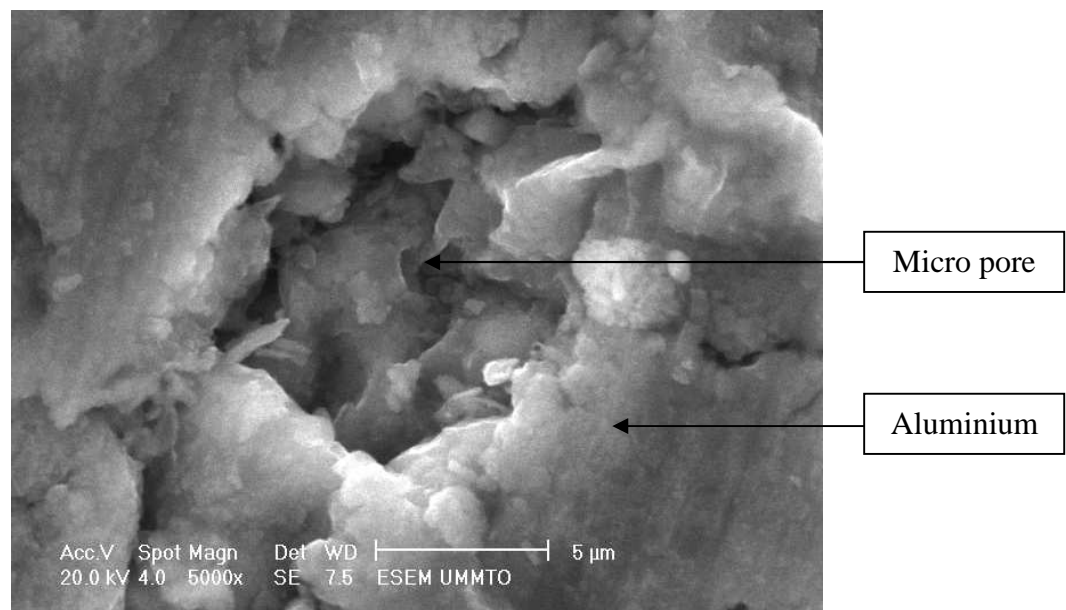


Figure 5.15 : micrographie montrant le volume d'un micro pore dans l'aluminium fritté 2 heures à 600°C

• Composite Al-TiC

L'obtention du composite Al-TiC consiste en premier lieu à élaborer le matériau en CRU du mélange homogénéisé. On a élaboré un matériau composite avec 20% en masse de renfort TiC. La pastille est par la suite frittée pendant 2 heures à 600°C sous atmosphère inerte. Le produit fritté est poli, puis, examiné au MEB. La figure 5.16 montre une micrographie de la microstructure du composite.

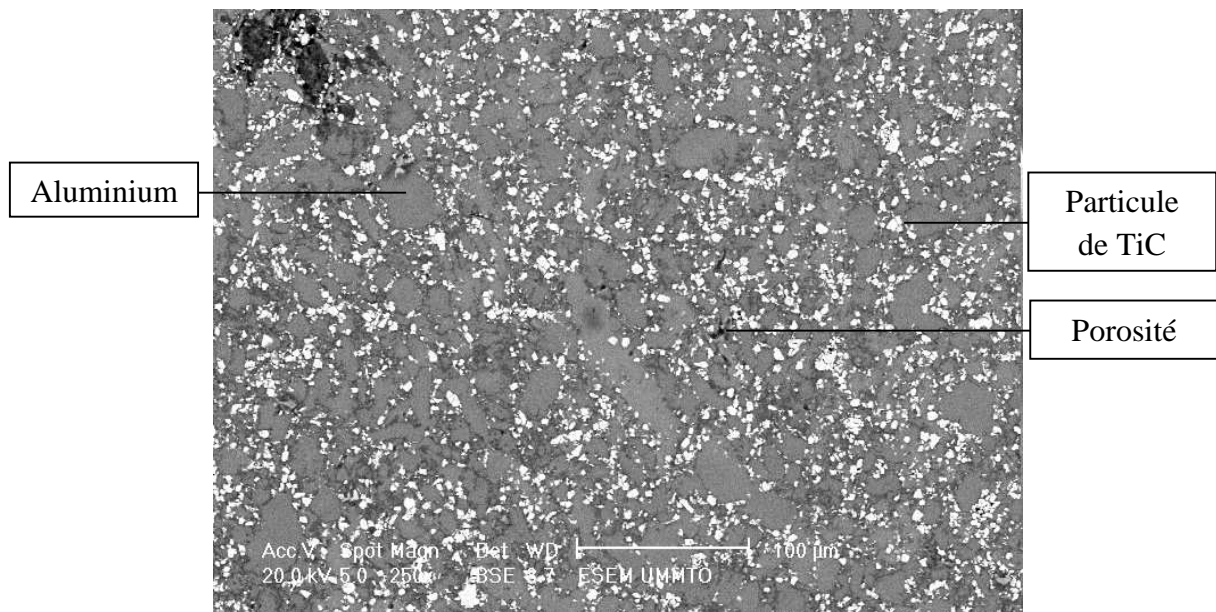


Figure 5.16 : Micrographies du composite Al-TiC fritté à 600°C pendant 2 heures.

La figure 5.16 montre clairement que les particules du renfort qui sont en clair s'incrustent parfaitement dans la matrice en aluminium. On peut aussi observer que la distribution des particules du renfort n'est pas uniforme car on peut remarquer la présence de zones riches et d'autres pauvres (figure 5.17). Quant à la porosité, elle est relativement rare en raison d'un bon contact matrice-renfort.

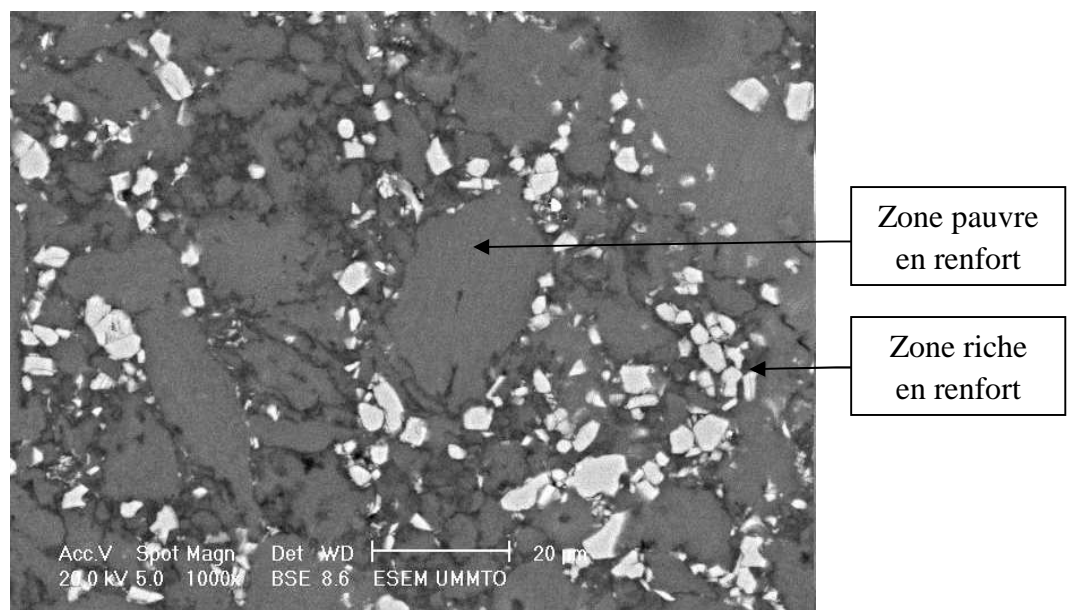


Figure 5.17 : Micrographie du composite fritté 2 heures à 600°C

Comparaison des deux matériaux

Contrairement au matériau composite, l'aluminium pur présente une porosité beaucoup plus importante. Cette différence vient du fait que dans le composite les particules de renfort qui ont une faible granulométrie s'insèrent dans la porosité de la matrice d'aluminium et lorsque on fait le frittage le matériau vert contenant des particules de renfort de faible granulométrie se densifie mieux que celui qui ne renferme pas de renfort.

5.3. Essais tribologiques

5.3.1. Coefficient de frottement

Pour pouvoir étudier les propriétés tribologiques des deux matériaux et les comparer, nous avons utilisé les mêmes paramètres pour les deux expériences. Après dépouillement des résultats, nous avons pu voir l'évolution des coefficients de frottements pour les deux matériaux.

A partir des mesures enregistrées lors des essais, nous avons tracé les courbes de l'effort normal (F_n) et de l'effort tangentiel de frottement « F_t » en fonction du temps. La courbe donnant l'évolution du coefficient de frottement en fonction du temps est déduite des courbes de $F_n(t)$ et $F_t(t)$, en effectuant le rapport $F_t(t) / F_n(t)$.

- **Coefficient de frottement de l'aluminium pur**

On peut voir sur la figure 5.18, l'évolution du coefficient de frottement en fonction du temps pour le matériau en aluminium sans éléments de renforts. On constate que le coefficient de frottement est stable dans le temps avec une valeur qui tourne autour de $\mu=0.5$.

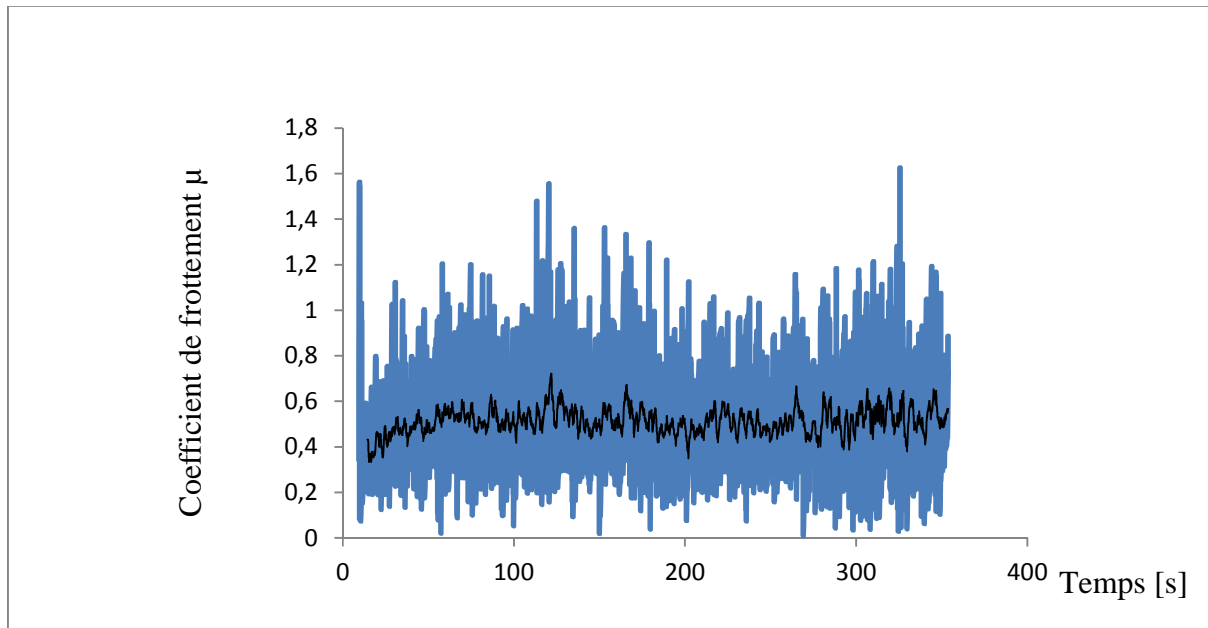


Figure 5.18 : Evolution du coefficient de frottement du matériau en aluminium pur en fonction du temps.

- **Coefficient de frottement du composite Al-TiC**

La figure 5.19, 5.20 et 5.21 montrent respectivement l'évolution de l'effort normal F_n , de l'effort tangentiel et du coefficient de frottement en fonction du temps pour le composite Al-TiC.

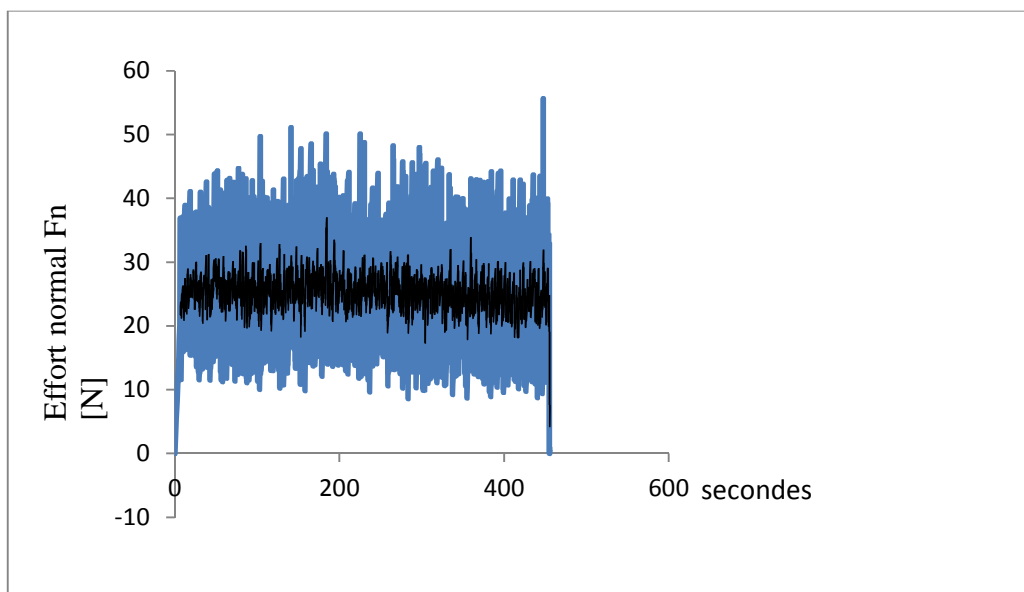


Figure 5.19 : Evolution de l'effort normal en fonction du temps.

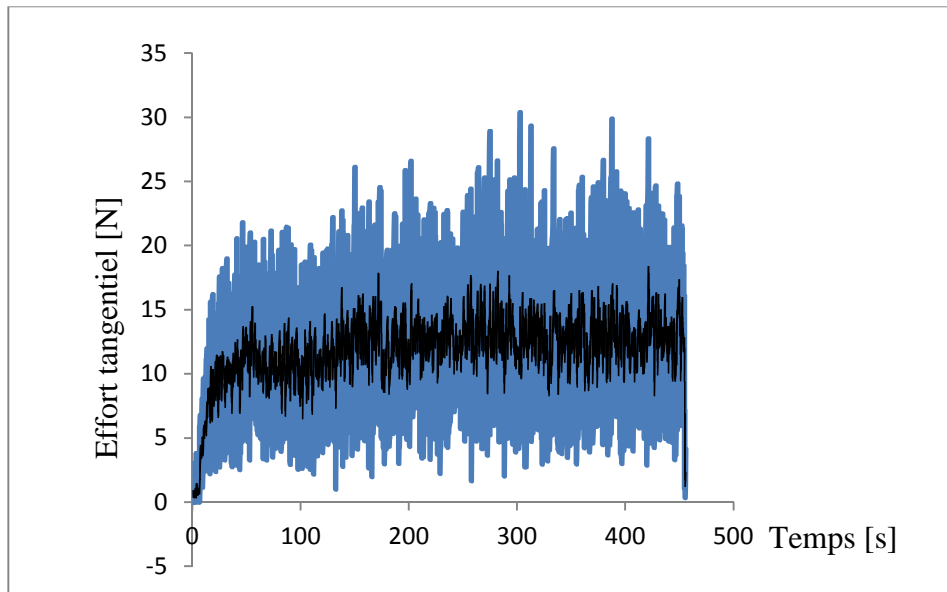


Figure 5.20 : Evolution de l'effort tangentiel en fonction du temps.

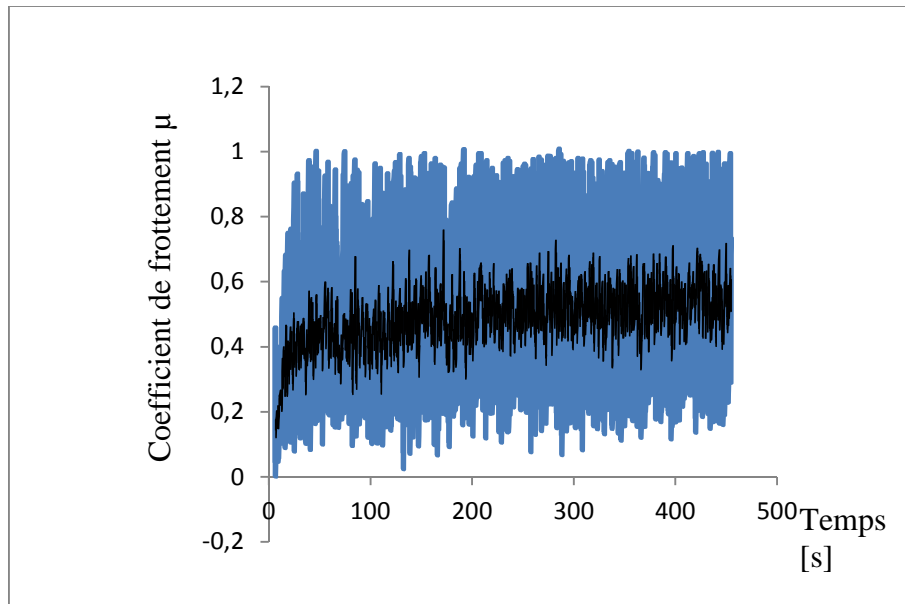


Figure 5.21 : Evolution du coefficient de frottement en fonction du temps.

On constate sur la figure 5.21 que le coefficient de frottement augmente en fonction du temps jusqu'à atteindre une certaine valeur où il se stabilise. On peut remarquer que pour

l'aluminium cette stabilisation est atteinte plus vite par rapport au matériau composite. Cela est dû à la présence de particules de carbure de titane dans le matériau composite, la dureté de ces particules explique cette différence de temps de rodage entre les deux matériaux.

5.3.2. Perte de masse

Le tableau 5.4 présente les résultats obtenus pour les pertes de masse des deux matériaux avec les mêmes paramètres (vitesse, distance, effort normal...etc.).

Tableau 5.4 : Perte de masse pour les deux matériaux.

Temps [s]	Distance [m]	Perte de masse Al pur [g]	Perte de masse Al-TiC [g]
180	565,2	0,0067	0,0032
360	1130,4	0,0114	0,0068
540	1695,6	0,0178	0,0109
720	2260,8	0,0235	0,0137
900	2826	0,0286	0,0171
1080	3391,2	0,0338	0,02

Les figures 5.22 et 5.23 montrent respectivement l'évolution de la perte de masse en fonction de la distance parcourue des deux matériaux étudiés et la masse totale perdue pour chaque matériau pour une vitesse linéaire de glissement $V=3.14$ m/s.

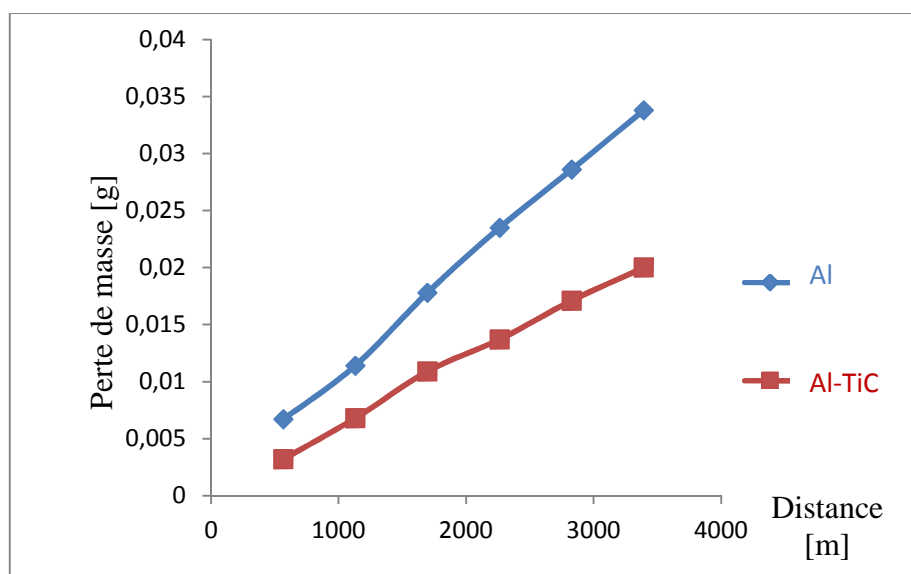


Figure 5.22 : Perte de masse des deux matériaux en fonction de la distance parcourue

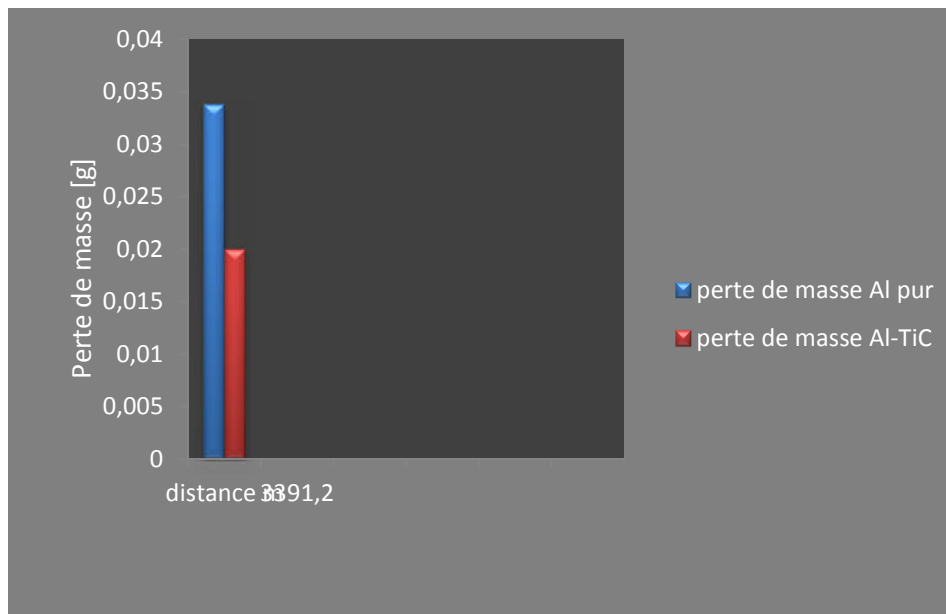


Figure 5.23: Perte de masse totale des deux matériaux après une distance de 3391.2 m.

On observe l'augmentation de la perte de masse en fonction de la distance parcourue. Cette augmentation est plus importante pour l'aluminium pur. Le matériau renforcé présente quant à lui moins de perte de matière durant le glissement. On peut déduire que l'ajout de particules de carbure de titane (TiC) à la matrice en aluminium augmente la résistance à l'usure. En effet, le carbure de titane est connu pour sa grande tenue à l'usure, d'où sa contribution à la diminution de la perte de masse du composite Al-TiC [39]. En effet, la dureté importante du carbure contrôle la cinétique de l'usure car les particules du carbure de titane sont en contact permanent avec le disque en acier.

5.4. Essais mécaniques

5.4.1. Microdureté

- **Microdureté de l'aluminium pur**

Le tableau 5.5 représente les valeurs de la microdureté obtenue pour le matériau en aluminium fritté à 600°C pendant 2 heures.

Tableau 5.5 : Valeurs de microduretés de l'aluminium pur.

	Diagonales [μm]	Micro dureté Hv
Essai 01	25.3	29
Essai 02	25.9	28
Essai 03	21.9	39
Essai 04	34	16
Essai 05	27.6	24
Essai 06	23.6	33
Essai 07	29.4	21

Les sept essais, nous donnent des valeurs plus ou moins proches avec une moyenne voisine de **27 HV**.

• Microdureté du composite Al-TiC

Le tableau 5.6 représente les valeurs de la microdureté obtenue pour le matériau composite à matrice d'aluminium et renforcé par des particules de TiC fritté à 600°C pendant 2 heures. Ces valeurs ont été obtenues dans les zones de la microstructure riche en particules de renfort. On obtient ainsi une valeur moyenne de **99 HV**.

Tableau 5.6 : Valeurs de microdureté du composite Al-TiC dans les zones riches en particules de renfort.

	Diagonales [μm]	Microdureté HV
Essai 01	13.8	97
Essai 02	15.2	80
Essai 03	12.2	125
Essai 04	12.8	113
Essai 05	13.4	103
Essai 06	14.2	92
Essai 07	14.6	87

Cependant, les particules de renforts ne sont pas réparties de façon homogène dans le matériau composite. Le tableau 5.7 représente les valeurs de la microdureté dans les zones où les particules sont peu nombreuses voire, inexistantes. La valeur moyenne obtenue pour ces zones est de **27.57 HV**.

Tableau 5.7 : Valeurs de microdureté du composite Al-TiC dans les zones démunies de renfort TiC.

	Diagonales [μm]	Micro dureté Hv
Essai 01	27.6	24
Essai 02	29.7	21
Essai 03	23.8	33
Essai 04	24.3	31
Essai 05	27.3	25
Essai 06	25	30
Essai 07	25.1	29

Les valeurs moyennes sont représentées sur la figure 5.24.

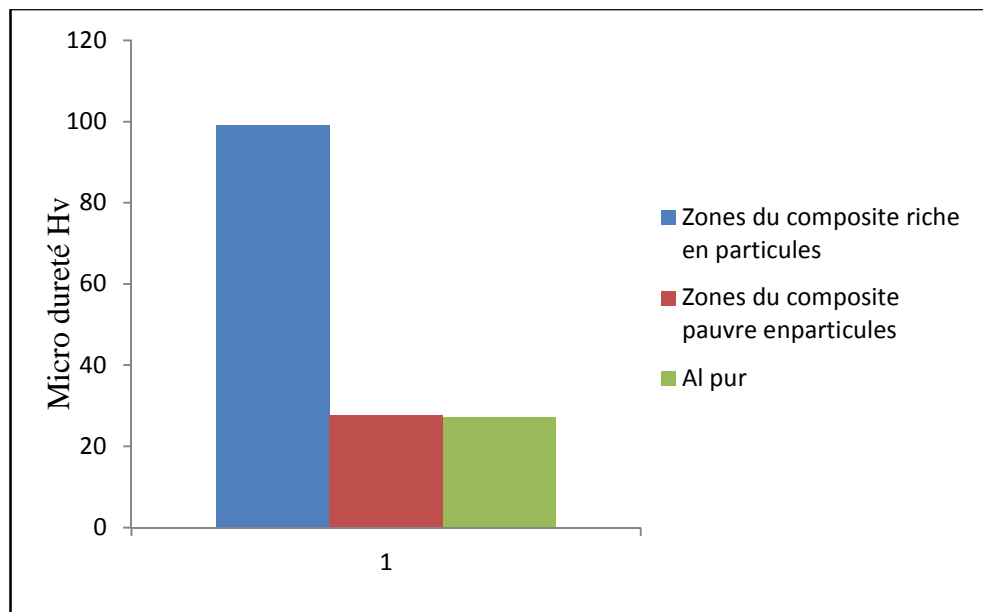


Figure 5.24 : Histogramme des valeurs moyennes de microdureté pour les deux matériaux.

Les résultats de ces essais montrent la différence de la microdureté entre le matériau composite et le matériau pur. En effet, le matériau renforcé par des particules de carbure de titane présente une microdureté plus élevée par rapport au matériau pur. Mais les valeurs de la microdureté du matériau composite n'est pas là même selon que l'on se place dans les zones riches ou les zones pauvres en éléments de renforts. Les zones pauvres en éléments de renforts présentent les mêmes valeurs de microdureté que l'aluminium.

5.4.2. Essai de compression

- **Compression de l'aluminium pur**

La figure 5.25 représente la courbe contrainte/déformation pour l'aluminium pur avec une vitesse de compression de 2 mm/minute.

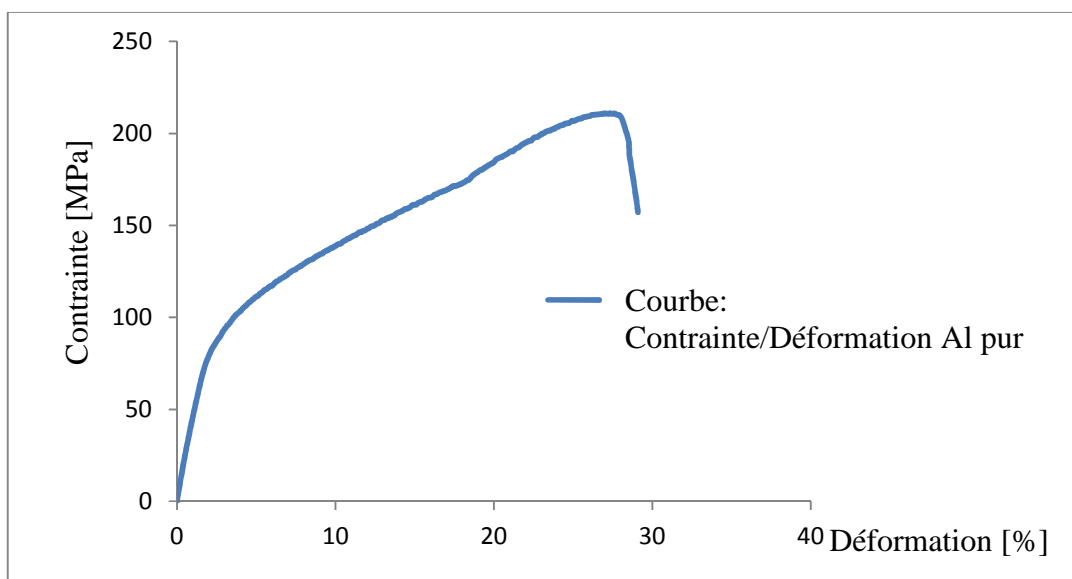


Figure 5.25 : Evolution de la contrainte/ déformation de l'aluminium pur.

Cette courbe, nous permet de déterminer les caractéristiques mécaniques telles que la résistance mécanique, limite élastique, le module de Young et aussi l'allongement à la rupture.

• **Compression du composite Al-TiC**

La figure 5.26 représente la courbe contrainte/déformation du matériau composite.

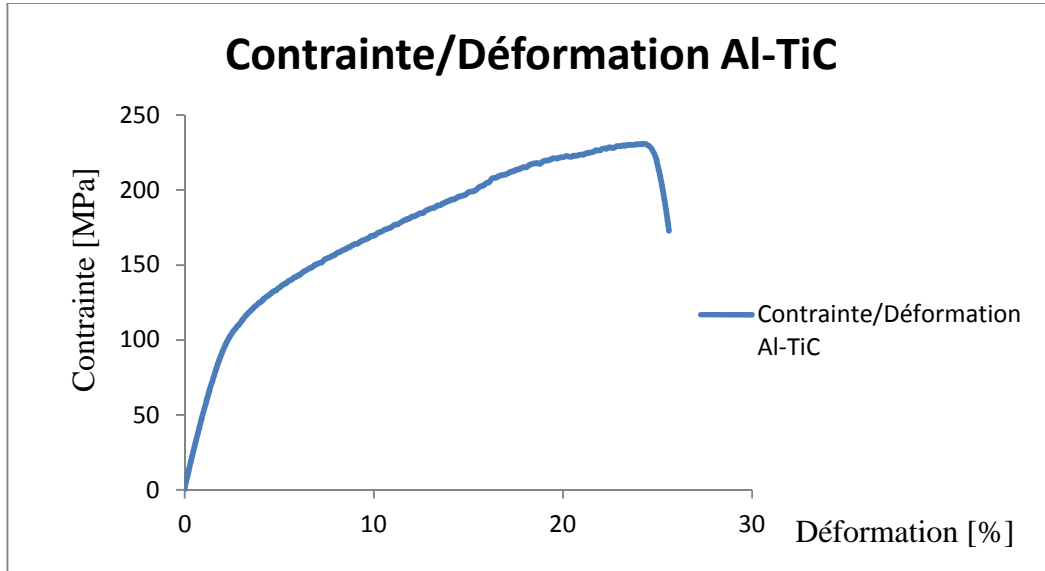


Figure 5.26 : Evolution de la contrainte/ déformation dans le matériau composite Al-TiC.

Les deux courbes de compression sont représentées sur la figure 5.27.

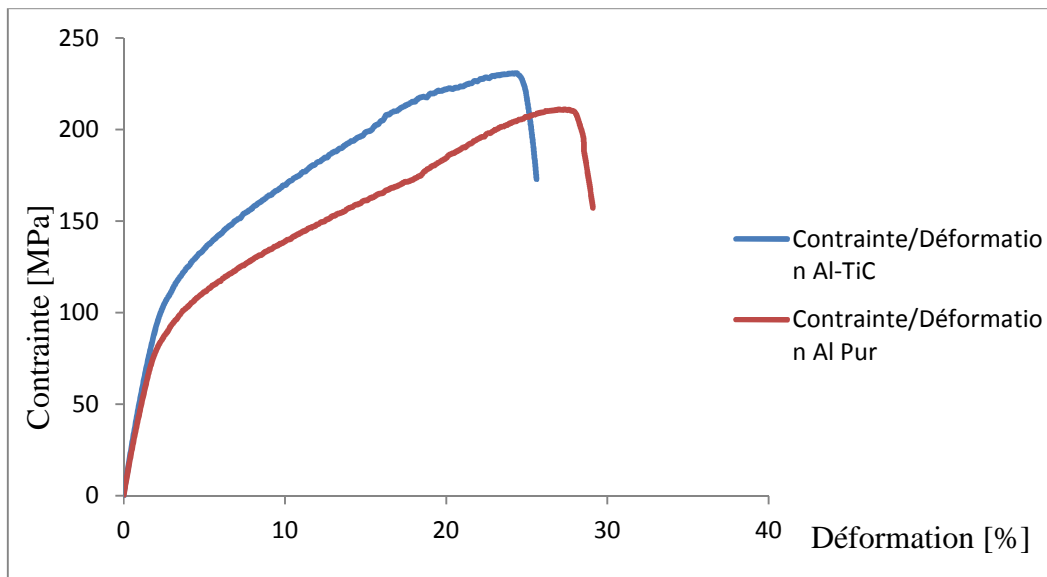


Figure 5.27 : Evolution contrainte /déformation pour les deux matériaux.

Le tableau 5.7, nous donne les paramètres caractéristiques des deux matériaux.

Tableau 5.7 : Caractéristiques mécaniques des deux matériaux.

	Limite élastique [MPa]	Résistance à la rupture	Module de Young [GPa]	Allongement à la rupture [%]
Matériau en aluminium pur	85.3465	210.9564	42.6	27
Matériau composite Al-TiC	105.7711	230.5044	52.8	23

La figure 5.27 montre une superposition des courbes de compression des deux matériaux étudiés. Cette figure, nous permet de constater la différence du comportement des deux matériaux. Le matériau composite présente de meilleures caractéristiques mécaniques relativement à celles de l'aluminium pur. Une nette amélioration de la limite élastique et de la résistance à la rupture est constatée sur la figure. De plus, il apparaît une élévation du module de Young du composite. En revanche, la déformation à la rupture est relativement atténuée pour le composite. Ceci est dû à l'influence des particules de TiC dont les caractéristiques intrinsèques sont très élevées. Ces résultats sont en bon accord avec les effets enregistrés durant les essais d'usure ainsi que les essais de microdureté.

Conclusion générale

Conclusion générale

Notre étude sur la réaction de synthèse par combustion auto-propagée à haute température, nous a permis de constater la violence de cette réaction et son caractère fortement exothermique.

Cette étude, nous a aussi permis de mettre en évidence l'influence de l'atmosphère sur le produit de la réaction d'auto-combustion.

L'analyse par DRX des poudres obtenues sous différentes atmosphères a révélé l'impact de l'atmosphère, notamment l'azote et l'oxygène, sur les produits de combustion. Les réactions menées sous air contribuent à la formation de l'oxyde de titane tandis que l'azote participe dans la formation de carbonitride et nitrure de titane. Il a ainsi été possible de faire la synthèse du carbure de titane, sous une atmosphère protectrice d'argon sans la présence d'autres phases dans le produit.

Ceci montre une importance capitale dans le choix de l'atmosphère de réaction selon que la phase induite dans le produit de la réaction peut être néfaste comme les oxydes ou au contraire bénéfique comme le carbonitride ou le nitrure de titane.

Le carbure de titane (TiC) synthétisé par réaction SHS est utilisé comme renfort d'une matrice d'aluminium pour obtenir un composite à matrice métallique renforcée par des particules. Ce composite est densifié par frittage sous argon à 600°C. Le produit fritté révèle après observation au microscope électronique à balayage que les particules de carbure s'incrustent parfaitement dans la matrice en aluminium. Cependant l'observation au MEB montre aussi une mauvaise répartition des particules du carbure dans la matrice.

La comparaison des essais mécaniques et tribologiques des deux matériaux élaborés, nous ont permis de voir que le renforcement par les particules de carbure de titane améliorent considérablement les caractéristiques mécaniques ainsi que la résistance à l'usure.

Ce travail pourrait être compléter par une détermination des paramètres nécessaires à la synthèse de TiCN pur et l'étude du comportement mécanique et tribologique du composite renforcé par ces particules.

Références Bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] L.Z.Ouyang , C.H. Peng , H. Wang, Formation of MgCNi₃ and Mg–Ni amorphous mixture by mechanical alloying of Mg–Ni–C system, *Materials Letters* 58 (2004) 2203–2206.
- [2] Nikhil Karnatak, Sylvain Dubois, Effet de l'activation mécanique sur la synthèse de carbure de titane par combustion auto propagée, *matériaux* 2002.
- [3] S.Li, T.H.Yip, C.Q.Sun, Origin of self –aligned nano-domains in MgB₂, *Ceramics International* 30 (2004) 1575-1579.
- [4] S. B. Margolis, The transition to non-steady deflagration in gasless combustion, *Progress in Energy and Combustion Science*, vol. 17, n° 2 (1991), pp. 135-162.
- [5] A. G. Merzhanov, Solid flames: discoveries, concept, and horizons of cognition, *Combustion Science and Technology*, vol. 98 (1994), pp. 307-336.
- [6] D. Vrel, Synthèse de matériaux céramiques par combustion auto-entretenu de poudres (procédé SHS), Université de Paris XIII.
- [7] D. Vrel, J.-M. Lihmann, J.-P. Petitet, Un procédé peu coûteux en énergie : la synthèse de céramiques par autocombustion, *L'Industrie Céramique* n° 875 (1992), pp. 680-683
- [8] J.W. Mc Cauley, An historical and technical perspective on SHS, *Ceram, Eng, Sci, Proc.*, 11 [9-11], 1137-1181 (1990)
- [9] J.B. Holt: self propagating high temperature synthesis, *Engineered materials Handbook*, volume 4, Ceramic and glasses, ASM international California, 227-231 (1991)
- [10] O. Yamada, Y. Miyamoto, M. Koizumi: High temperature self combustion sintering of titanium carbide, *J. Am. Ceram. Soc.*, 70[9], C206-C208 (1987)
- [11] H.P. Li et J.A. Sekhar. *J. Materials Research*, (1995), Vol 10 (10), p 2471-80.
- [12] R.W. Rice et G.Y. Richardson, J.M. Kunez, T. Schroeter and W.J. McDonough, *J. Advanced Ceramic Materials*, (1987), Vol 2(3a), p 222-227.

- [13] I. Subrahmanyam et M. Vijayakumar, J. Materials Science, (1992), Vol 27(23), p 6249-6273.
- [14] D. VREL, Contribution à l'étude du procédé de synthèse de matériaux par combustion solide (SHS), paris13.
- [15] John J. Moore and H. J. Feng, Progress in Materials Science Vol. 39, pp. 243-273. 1995.
- [16] V.M. Rosario, Production of a Thermal Barrier Material by Combustion Synthesis, M.A.Sc., University of Manitoba, (1998).
- [17] Z.A. Munir, Reaction synthesis processes: mechanisms and characteristics, Metallurgical Transactions A, vol.23 (1), p.7.
- [18] JJ. Moore, HJ. Feng, Combustion synthesis of advanced materials: part I, reaction parameters. Progress in material science 39, 243-273 (1995)
- [19] I. O. Khomenko, A. S. Mukasyan, V. I. Ponomaryev, I. P. Borovinskaya, A. G. Merzhanov, Dynamics of phase formation in the combustion of metal-gas systems, Combustion and Flame, vol. 92 (1993), pp. 201-208.
- [20] C.Palmonari and G.Timellini. Classification et emploi des céramiques techniques. La ceramica, n°1/1986.
- [21] N. Karnak, S. Dubois, Marie-France Beaufort, L. Bourdarias, D. Vrel. Effet de l'activation mécanique sur la synthèse de carbure de titane par combustion auto-propagée.
- [22] : Frédéric Bernard, Eric Gaffet : Intérêt de l'activation mécanique dans la production de poudres nanostructurées par SHS. Laboratoire de recherches sur la réactivité des solides. UMR 5613. CNRS. Université de Bourgogne.
- [23] : Franck Toussaint. Etude expérimentale et simulation numérique de la mise en forme par compression et frittage de poudres. Mécanique [physics.med-ph]. Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, 2001. Français. <tel-00266456>
- [24] : Michel EUDIER. Fabrication des produits frittés. M864 Techniques de l'ingénieur, traité Matériaux métalliques.

Référence Bibliographique

[25] : Didier BERNACHE-ASSOLANT, Jean-Pierre BONNET. AF 6620. Frittage : aspects physico-chimique. Partie 1 : Frittage en phase solide. Techniques de l'ingénieur.

[26] Damien Gendron : Etude numérique et expérimentale du frittage à l'échelle du grain. Thèse de doctorat de l'université de Bordeaux I, (2001)

[27] Didier Bernache-Assollant : Frittage en phase liquide technique de l'ingénieur AF 6621

[28] Bahlouli N. Cours Matériaux Composites DESS Mécanique avancée et Stratégie industrielle.

[29] : Sabine Denis : Analyse et modélisation des contraintes internes dans des composites à matrice métallique au cours de traitements thermiques avec changement de phases de la matrice. Institut Jean Lamour/ UMR 7198CNRS.

[30] : Emmanuel George : Contribution à la détermination des paramètres ultrasonores des gondolements des fibres dans un matériau composite à matrice céramique renforcée des fibres. Université-Douala.

[31] : S. Dermakar : Matériaux composites à matrice métallique. Technique de l'ingénieur M250

[32] Dermakar S . Matériaux composites à matrice métallique, [en ligne et PDF].

[33] : Grégoire, Nordine : Les composites à matrice métallique dans l'aéronautique et l'aérospatiale. Ecole des mines de Douai.

[34] Arnaud Kremer: étude du choix structurel d'outils coupants en diamant revêtu ou polycristallin massif pour l'usinage compétitif et environnemental des composites à matrice métalliques et renfort céramique particulaire (CMMp Al/SiC). Thèse de docteur de l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers ParisTech. Mai 2009.

[35] Al, ICDD-JCPDS 1997, carte n° 04-0787.

Référence Bibliographique

[36] P. W. Ho, Q. F. Li, J. Y. H. Fuh: Evaluation of W–Cu metal matrix composites produced by powder injection molding and liquid infiltration. *Materials Science and Engineering A* 485, pp. 657-663; 2008.

[37] Jacque Massouane, Nathalie Villar : Elaboration des composites à matrice métallique. *Technique de l'ingénieur M 2448*

[38] WILSON (R.). Aluminium metal matrix composite for high speed diesel pistons (Composite à matrice aluminium pour pistons Diesel chargés). *Diesel Progress* 44, p. 4-6, 4 fig., sept. 1988.

[39] Javier_Arturo MONTES DE OCA-VALERO ; Elaboration du carbure et du nitrure de titane par des procédés chimiques en phase vapeur ; caractérisation de la microstructure, 2002