

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE MOULOU MAMMERI DE TIZI OUZOU
FACULTE DE GENIE DE LA CONSTRUCTION
DEPARTEMENT GENIE MECANIQUE
LABORATOIRE DE MECANIQUE, STRUCTURES ET ENERGETIQUE

MEMOIRE DE MAGISTER

SPECIALITE : Génie Mécanique

OPTION : Sciences Des Matériaux

Réalisé par :

M^{elle} DEHRIB SABRINA

THEME

*Étude et caractérisation d'un matériau
composite poudre aluminium/alumine
(Al_2O_3)*

Soutenue le : 04/10/2015

Devant le jury d'examen composé de :

Monsieur Djebbar Arezki	Professeur UMMTO	Président
Monsieur Nacer Zazi	MCA UMMTO	Rapporteur
Monsieur Ali Bilek	Professeur UMMTO	Examineur
Monsieur Hocine Aouchich	Professeur UMMTO	Examineur

REMERCIEMENTS

Je remercie Dieu tout puissant pour la volonté et la santé qu'il m'a données durant tous ces années d'études.

Le travail présenté dans ce mémoire a été réalisé à l'Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, au sein du Laboratoire Mécanique, Structure et Energétique (LMSE).

Je tiens à exprimer toute ma gratitude et ma reconnaissance à mon encadreur Monsieur le docteur N. ZAZI maître de conférences à l'Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou. D'avoir accepté de diriger ce travail et d'avoir mis à ma disposition tous les moyens qui m'ont permis de mener à terme cette étude et aussi pour ses précieux conseils et ses encouragements. Je le remercie pour son suivi, sa disponibilité, son respect éclairé au cours du développement de ce travail.

Mes remerciements vont également aux membres de jury qui m'ont fait l'honneur d'avoir accepté de juger ce mémoire qu'ils trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude :

A Monsieur A.DJEBBAR, professeur à l'université Mouloud MAMMERI de Tizi-Ouzou qui m'a fait l'honneur d'accepter de présider ce jury.

A Monsieur A.BILEK, professeur à l'université Mouloud MAMMERI de Tizi-Ouzou pour m'avoir fait l'honneur d'accepter de juger ce travail.

A Monsieur H.AOUCHICHE, professeur à l'université Mouloud MAMMERI de Tizi-Ouzou d'avoir accepté d'examiner ce travail.

Je tiens à remercier tous les enseignants(es) du département de génie mécanique. Que les enseignants de poste graduation qui ont contribué à ma

formation trouvent ici l'expression de mes remerciements particulièrement monsieur **S. AZEM** professeur à l'université Mouloud MAMMARI.

Je remercie chaleureusement les personnels des bibliothèques de génie mécanique de l'Université, pour leur disponibilité. Sans oublier le personnels de poste graduation trouvent ici mon respect.

Je tiens à remercier tout le personnel du laboratoire **RDM** et **SDM** du département de Génie mécanique et ceux du **hall de technologie** de **Oued Aissi**.

Pour leur grande gentillesse, je tiens à remercier tous ceux qui m'ont donné accès aux techniques d'analyse (MEB) de l'Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou et **f. Bensouici** (DRX) Faculté des sciences de l'ingénieur Université M'hamed Bougara de Boumerdès, J'associe à ces remerciements.

À tous mes collègues du laboratoire, chacun son nom. Je leurs adressent globalement un grand merci pour l'ambiance chaleureuse qu'ils ont fait régner pendant ce temps.

En fin, je remercie ma famille pour le soutien qu'elle m'a apporté durant toute la période de réalisation de ce travail.

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

Merci à vous tous

DÉDICACES

Je dédie ce travail comme preuve de respect et de gratitude

À la mémoire de mon père et mon frère.

Et à ma chère Mère, à qui je dois tout.

À mes Frères et Sœurs.

À tous mes neveux et nièces.

À toute ma famille.

À la mémoire de mes grands parents.

*À la personne qui m'a toujours aidée et encouragée, qui était toujours à mes côtés, ma collègue d'étude, **Lila**.*

À mes amis que je souhaite un avenir prospère.

À tous ce qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail

SABRINA.D

Résumé

L'incorporation de particules de céramique, telles que Sic, Al₂O₃, B₄C, TiO₂, dans la matrice, peut améliorer les propriétés physiques et mécaniques du métal de base et détériorer sa résistance vis-à-vis de la corrosion. Notre étude consiste en l'élaboration à la caractérisation d'un composite en poudres (Al/Al₂O₃). Le procédé d'élaboration utilisé (agitation manuelle du mélange de poudre dans un récipient suivie par une compression uniaxiale) donne un composite hétérogène, ne change pas la dureté à charges réduites mais modifié la résistance à la corrosion.

Mots clés : Composite Aluminium/alumine, Aluminium, alumine, déformation, caractérisation physico-chimique.

Abstract :

The incorporation of ceramics particles, such as Sic, Al₂O₃, B₄C, TiO₂, in the matrix, can improve the base metal physical and mechanical properties and deteriorate its corrosion resistance. This study consists of the elaboration and the characterization of composite powders (Al/Al₂O₃). The used elaboration process (manual agitation of the mixture of powders in a container followed by a uniaxial pressing) gives a heterogeneous composite, do not change hardness with reduced loads but modified the corrosion resistance.

Keywords: Composite, Aluminum/alumina, Aluminum, alumina, deformation, physicochemical characterization.

Liste des symboles

<i>Symboles</i>	<i>Significations</i>
AR	Allongement à la rupture(%).
a	Résistance mécanique (MPa).
CFC	Structure cubique à faces centrées
CMM	Composites à matrice métallique.
CMAI	Composites à matrice d'aluminium.
Cp	Chaleur spécifique (J/K/kg).
DCPV	DCPV
DRX	Diffraction des Rayons X.
D_{hkl}	Taille apparente des cristallites (direction perpendiculaire au plan (hkl) (nm).
d	Diamètre de l'empreinte (µm).
d	Diamètre(m)
d₀	Distance entre les plans atomiques,
E	Module d'élasticité (MPa)
E	Module d'Young (GPa).
EHN	L'électrode à hydrogène normal.
E_{Corr}	Potentiel de corrosion (V)
F	Fonderie.
F	La charge appliquée.
HCP	Structure hexagonale compacte.
HV	Dureté Vickers.
I	Longueur.
i	Intensité de Courant (A).
K_{IC}	Ténacité (Mpa.m ^{1/2}).
M	Poids moléculaire (g/mole).
MdP	Métallurgie des poudres.
n	Entier caractérisant l'ordre de la diffraction,
R_m	Résistance (ou contrainte) à la rupture en traction (MPa).
R_p	Résistance de polarisation (Ω.cm) ² .
T	Les alliages à durcissement structural.
T	Température maximale d'utilisation sous air (°C).
α	Coefficient de dilatation linéaire (x10 ⁻⁶) °C.
ρ	Masse volumique(g/cm ³).
σ	Résistivité électrique à 20 °C (Ohm.cm).
σ_e	Limite d'élasticité (Mpa).
σ_f	Résistance à la flexion (MPa).
σ_r	Charge de rupture (MPa).
β	Largeur intrinsèque (rad).
β_M	La largeur à mi-hauteur du pic de la phase analysée (rad),
β_S	L'élargissement instrumental, c'est à dire la largeur à mi-hauteur

	<i>du pic de l'étalon (rad).</i>
ε	<i>Déformation mesurée.</i>
ε_r	<i>Constante diélectrique.</i>
θ	<i>Angle d'incidence du RX de longueur d'onde l (rad).</i>
θ	<i>Angle de diffraction (correspondant au plan (hkl) considéré) (rad).</i>
λ	<i>Conductivité thermique (W/m/K).</i>
λ	<i>Longueur d'onde (nm).</i>
λ	<i>Longueur d'onde du rayon X(nm).</i>
λ	<i>Longueur d'onde de la radiation (nm).</i>
ν	<i>Coefficient de Poisson.</i>

Listes de figures

Chapitre II : Matériaux composites à matrice métallique : composites aluminium-alumine

Figure II-1 : *Les différents types des renforts discontinus dans le composites à matrices métalliques* 22

Figure II-2 : *Comparaison des propriétés Matériaux composites à matrice Métalliques avec des alliages structuraux courants* 27

Chapitre III : Corrosion des composites a Matrice Métallique : Composite a Matrice d'Aluminium

Figure III-1: *Morphologie de la corrosion filiforme de l'alliage AXJ350*..... 30

Figure III-2 : *Morphologie de corrosion intergranulaire sur l'alliage AZ80-T5* 31

Figure III-3 : *Corrosion intergranulaire et par piqure de l'alliage d'aluminium AA6013* 31

Figure III-4: *Morphologie de corrosion intergranulaire de l'alliage 7108* 32

Figure III-5 : *Morphologie de corrosion transgranulaire* 32

Figure III-6 : *Morphologie de corrosion exfoliante pour l'alliage d'aluminium AA7178* 33

Figure III-7 : *Mécanismes de corrosion par piqûres des alliages d'aluminium*..... 34

Figure III-8 : *Morphologie de corrosion par piqûre* 34

Figure III-9: *Morphologie de la corrosion sous contrainte de l'alliage Al-Mg-Zn*..... 35

Figure III-10: *Morphologie corrosion généralisée de l'alliage d'aluminium AA5083-H321* 35

Figure III-11: *Piqûres en surface d'une fibre de carbone, après hydrolyse des aiguilles d' Al_4C_3* 38

Figure III-12: *Micrographie d'endommagement de la surface dû à l'anodisation* 39

Figure III-13: *Dégagement d'hydrogène lors de la corrosion galvanique d'un composite en aluminium renforcé par les fibres de carbone, c'est le cas d'apparence des renforts (Image acquise par vidéomicroscopie in situ)*..... 39

Chapitre IV : Technique et Procédures Expérimentale

Figure VI-1 : <i>a) poudre 'aluminium, b) poudre d'alumine</i>	43
Figure VI-2 : <i>Balance de peser</i>	44
Figure VI-3 : <i>Moule métallique conçu pour l'élaboration du composite</i>	45
Figure VI-4: <i>Machine de traction utilisée pour la compression du mélange de poudres</i> ...	45
Figure VI-5: <i>dispositif d'observation au microscope optique</i>	47
Figure VI-6 : <i>Microscope électronique à balayage du type Philips ESEM XL30</i>	48
Figure VI-7 : <i>Microduromètre utilisé</i>	50
Figure VI-8 : <i>Cellule à trois électrodes</i>	52
Figure VI-9 : <i>Origine des rayons X</i>	54
Figure VI-10 : <i>Schéma de principe du diffractomètre de rayons</i>	55
Figure VI-11 : <i>a)- Rotation de l'échantillon pas par pas et mesure de l'intensité diffractée pour chaque pas angulaire, b) Diffraction des rayons X de différents plans</i>	56
Figure VI-12 : <i>Réflexion des rayons X dans le matériau</i>	56
Figure VI-13 : <i>a) Diffractogramme d'un matériau avec une seule phase, b) diffractogramme d'un matériau avec plusieurs phases</i>	57

Chapitre V : Résultats et Interprétation

Figure V-1 : <i>Aspect des particules de la poudre d'aluminium du premier lot</i>	58
Figure V-2 : <i>Aspect des particules de la poudre d'aluminium du deuxième lot</i>	58
Figure V-3 : <i>Aspect des particules de poudre d'alumine du premier lot</i>	59
Figure V-4 : <i>Aspect des particules de poudre d'alumine du deuxième lot</i>	59
Figure V-5 : <i>Méthode de détermination de la taille des poudres d'aluminium</i>	60
Figure V-6 : <i>Taille des grains de poudre de l'aluminium du lot 1</i>	61
Figure V-7: <i>Taille des grains de poudre de l'aluminium du lot 2</i>	63
Figure V-8 : <i>La comparaison de la taille moyenne de 5 grains de la poudre de l'aluminium de lot 1 et lot 2</i>	63
Figure V-9 : <i>Taille des grains de poudre de l'alumine du lot 1</i>	64
Figure V-10 : <i>Taille des grains de poudre de l'alumine du lot</i>	65

Figure V-11 : Taille des grains (moyenne de 5 grains) de la poudre de l'alumine comparaison : lot 1 (noir), lot 2 (bleu)	66
Figure V-12 : Comparaison de la taille des grains (moyenne de 5 grains) de la poudre de l'aluminium lot 1 (noir), taille des grains (moyenne de 5 grains) de la poudre de l'alumine lot 1 (bleu)	67
Figure V-13: Microstructure de la matrice élaboré par compression de 8.347 k N/cm ² (Echantillon E1) : a et b microstructures obtenues par microscopie optique, c,d et e microstructures obtenues par MEB	68
Figure V-14 : Effet loupe de l'image MEB de la matrice élaboré par compression de 8.347 k N/cm ² (Echantillon E1)	68
Figure V-15: Microstructure obtenues au microscope optique du composite à matrice en aluminium renforcé par 1.66% l'alumine élaboré par compression de 8.347 k N/cm ² (Echantillon 2).....	69
Figure V-16 : Image MEB du composite à matrice en aluminium renforcé par 1.66% l'alumine élaboré par compression de 8.347 k N/cm ² (Echantillon 2).....	70
Figure V-17: Composite à matrice en aluminium renforcé par 3,33% l'alumine, élaboré par compression de 8.347 k N/cm ² (Echantillon 3) a),b) Microstructure au microscope optique c), d) Image MEB.....	71
Figure V-18 : Composite à matrice en aluminium renforcé par 3,33% l'alumine élaboré par compression de 8.347 k N/cm ² (Echantillon 3) : effet loupe de l'image MEB.....	71
Figure V-19 : Composite à matrice en aluminium renforcé par 6.66 % l'alumine élaboré par compression de 8.347 k N/cm ² (Echantillon 4) a),b) Microstructure au microscope optique c), d) et e) Image MEB.....	72
Figure V-20 : Composite à matrice en aluminium renforcé par 6.66 % l'alumine élaboré par compression de 8.347 k N/cm ² (Echantillon 3) : effet loupe de l'image MEB.....	72
Figure V-21 : Microstructure obtenues au microscope optique du composite à matrice en aluminium renforcé par 10% l'alumine élaboré par compression de 8.347 k N/cm ² (Echantillon 5).....	73
Figure V-22 : Composite à matrice en aluminium renforcé par 10 % l'alumine élaboré par compression de 8.347 k N/cm ² (Echantillon 5) a),b) Microstructure au microscope optique a-f Image MEB.....	73

Figure V-23 : *Corrosion de la matrice d'aluminium comprimé sous une densité de compression égale à 8.547 k N/cm^3 une semaine dans une solution de 0.3% de NaCl.....* **76**

Figure V-24 : *Corrosion du composite la matrice d'aluminium renforcé par 1.66% en alumine comprimé sous une densité de compression égale à 8.547 k N/cm^3 une semaine dans une solution de 0.3% de NaCl* **77**

Figure V-25 : *Corrosion du composite la matrice d'aluminium renforcé par 3.33% en alumine comprimé sous une densité de compression égale à 8.547 k N/cm^3 une semaine dans une solution de 0.3% de NaCl.....* **78**

Figure V-26 : *Corrosion du composite la matrice d'aluminium renforcé par 6.66 % en alumine comprimé sous une densité de compression égale à 8.547 k N/cm^3 une semaine dans une solution de 0.3% de NaCl.....* **78**

Figure V-27 : *Corrosion du composite la matrice d'aluminium renforcé par 10% en alumine comprimé sous une densité de compression égale à 8.547 k N/cm^3 une semaine dans une solution de 0.3% de NaCl.....* **79**

Figure V-28 : *Potentiel de des échantillons (E1-, E2 ▲, E3 ◇, ●) durant 140 heures dans une solution de 0.3%NaCl à 25°C * **80**

Figure V-29 : *Potentiel de des échantillons (E1-, E2 ▲, E3, ◆, ●) durant les 6 premières minutes dans une solution de 0.3%NaCl à 25°C * **81**

Figure V-30 : *Potentiel de des échantillons (E1-, E2 ▲, E3 ◆, ●) durant la première heure dans une solution de 0.3%NaCl à 25°C* **81**

Figure V-31 : *Potentiel de des échantillons (E1-, E2 ▲, E3 ◆, ●) durant les premières 24 heures dans une solution de 0.3%NaCl à 25°C* **82**

Figure V-32 : *Courbe de polarisation de l'échantillon E1 après une heure d'immersion dans la solution de 0.3% de NaCl sous une vitesse de balayage du potentiel égale à 10mV/s à 25°C* **82**

Figure V-33 : *effet loupe de la courbe de polarisation de l'échantillon E1 après une heures d'immersion dans la solution de 0.3% de NaCl sous une vitesse de balayage du potentiel égale à 10mV/s dans la zone du potentiel de corrosion à 25°C* **83**

Figure V-34 : *Courbe de polarisation de l'échantillon E2 après une heure d'immersion dans la solution de 0.3% de NaCl sous une vitesse de balayage du potentiel égale à 10mV/s à 25°C * **83**

Figure V-35 : effet loupe de la ourbe de polarisation de l'échantillon E2 après une heures d'immersion dans la solution de 0.3% de NaCl sous une vitesse de balayage du potentiel égale à 10mV/s dans la zone du potentiel de corrosion à 25°C 84

Figure V-36 : Courbe de polarisation de l'échantillon E3(1) après une heure d'immersion dans la solution de 0.3% de NaCl sous une vitesse de balayage du potentiel égale à 10mV/s à 25°C 84

Figure V-37 : effet loupe de la ourbe de polarisation de l'échantillon E3 (1) après une heures d'immersion dans la solution de 0.3% de NaCl sous une vitesse de balayage du potentiel égale à 10mV/s dans la zone du potentiel de corrosion à 25°C..... 85

Figure V-38 : Courbe de polarisation de l'échantillon E3(2) après une heure d'immersion dans la solution de 0.3% de NaCl sous une vitesse de balayage du potentiel égale à 10mV/s à 25° 85

Figure V-39 : effet loupe de la ourbe de polarisation de l'échantillon E3 (2) après une heures d'immersion dans la solution de 0.3% de NaCl sous une vitesse de balayage du potentiel égale à 10mV/s dans la zone du potentiel de corrosion à 25°C..... 86

Figure V-40 : Courbe de polarisation de l'échantillon E1, E2, E3(1), E3(2) après une heure d'immersion dans la solution de 0.3% de NaCl sous une vitesse de balayage du potentiel égale à 10mV/s à 25°C..... 86

Figure V-41 : Effet loupe de la courbe de polarisation de l'échantillon E1, E2, E3(1), E3(2) après une heure d'immersion dans la solution de 0.3% de NaCl sous une vitesse de balayage du potentiel égale à 10mV/s entre -1000 mV et -800 mV à 25°C..... 87

Figure V-42 : effets loupe de la courbe de polarisation de l'échantillon E1, E2, E3(1), E3 (2) après une heure d'immersion dans la solution de 0.3% de NaCl sous une vitesse de balayage du potentiel égale à 10mV/s dans la zone du potentiel de corrosion (entre -880 mV et -870 mV) à 25°C..... 87

Figure V-43 : Potentiel de des échantillons (E1-, E2 ▲, E3 ◇, ●) durant 2h heures dans une solution de 0.3%NaCl à 30°C 89

Figure V-44 : Potentiel de des échantillons (E1-, E2 ▲, E3 ◇, ●) durant les premières 6 minutes dans une solution de 0.3%NaCl à 30°C..... 89

Figure V-45 : Potentiel de des échantillons (E1-, E2 ▲, E3 ◇, ●) durant la première heure dans une solution de 0.3%NaCl à 30°C..... 90

Figure V-46 : *Potentiel de des échantillons (E2 ▲ E3 (1) ; E3(2) ■) durant la première heure dans une solution de 0.3%NaCl à 25°C en couplage galvanique avec l'échantillon1 ...***90**

Figure V-47 : *Diffractogramme de l'échantillon 2***91**

Figure V-47 : *Diffractogramme de l'échantillon 5***91**

Listes de tableaux

Chapitre I : Propriétés de l'Aluminium et de l'Alumine

Tableau I-1 : Propriétés atomiques et physique de l'aluminium.....	5
Tableau I-2 : Propriétés mécanique de l'aluminium.....	6
Tableau I-3 : Les différentes familles d'alliages d'aluminium	6
Tableau I-4 : Traitements thermiques des alliages d'aluminium.....	9
Tableau I-5 : Les différentes formes d'alumine	12

Chapitre II : Matériaux composites à matrice métallique : composites aluminium-alumine

Tableau II-1 : Caractéristiques physico-chimique des renforts discontinus utilisés dans les CMM.....	20
Tableau II-2 : Propriétés Physiques des matériaux composites à matrice en aluminium enforcée par des renforts discontinus	23
Tableau II-3 : Coefficients de dilatation de CMAI à renfort discontinu.....	24
Tableau II-4 : propriétés mécaniques de quelques composites de CMAI à renfort discontinu à 20 °C.....	25

Chapitre III : Corrosion des composites à Matrice Métallique : Composite à Matrice d'Aluminium.

Tableau III-1 : l'effet de l'élément d'adition sur la profondeur maximale de piqûre, le potentiel de corrosion, le courant galvanique de la matrice en aluminium et le composite à matrice en aluminium.....	37
Tableau III-2 : valeur du potentiel des particules intermétalliques en fonction de la concentration de NaCl D'après N. Birbilis et al.....	41

Chapitre IV : Techniques et Procédures Expérimentales

Tableau VI-1 : Composition chimique de l'aluminium en poudre	44
Tableau VI-2 : Composition en matrice d'aluminium et le renfort en alumine (Al_2O_3), des échantillons	46
Tableau VI-3 : Potentiel d'électrode de référence par rapport au potentiel à hydrogène .	51

Chapitre V : Résultats et Interprétations

Tableau V-1 : <i>Taille des grains de poudre de l'aluminium du lot 1</i>	62
Tableau V-2 : <i>Taille des grains de poudre de l'aluminium du lot 2</i>	64
Tableau V-3 : <i>Taille des grains de poudre de l'alumine du lot 1</i>	65
Tableau V-4 : <i>Taille des grains de poudre de l'alumine du lot 2</i>	66
Tableau V-5- : <i>Micro-dureté Vickers de la matrice en poudre d'aluminium et du composite à matrice en poudre d'aluminium renforcée par la poudre d'alumine, élaboré par compression sous une charge de 8.347 k N/cm²</i>	74
Tableau V-6 : <i>Micro-dureté Vickers de la matrice en poudre d'aluminium et du composite à matrice en poudre d'aluminium renforcée par la poudre d'alumine, élaboré par compression sous une charge de 43.051 k N/cm²</i>	75
Tableau V-7 : <i>Resistances de polarisation et potentiel de corrosion des échantillons E1, E2, E3(1), E3(2) après une heure d'immersion dans la solution de 0.3% de NaCl à 25°C</i>	88

SOMMAIRE

***Étude et caractérisation d'un matériau composite
poudre aluminium/alumine (Al_2O_3)***

I-1-9-2-Conductivité électrique et thermique	12
I-1-9-3-Tenue à la corrosion.....	12
I-1-9-4-Aptitude aux traitements de surface	13
I-1-9-5-Recyclage	13
I-2-Alumine (oxyde d'aluminium)	13
I-2-1- Relation alumine –aluminium.....	13
I-2-2- Aspect de l'alumine	14
I-2-3- Interaction aluminium-oxygène	14
I-2-4- les différentes phases et formes d'alumines.....	14
I-2-5- Structure de l'alumine.....	14
I-2-6- Propriétés de l'alumine	16
I-2-7- Atouts de l'alumine.....	16

Chapitre II : Matériaux composites à matrice métallique : composites

aluminium-alumine

Introduction	18
II-1- Les Matériaux composites	18
II-1-1-Renfort	18
II-1- 2- Matrice.....	19
II-1- 3- Interface	19
II-1- 4- Les additifs	19
II-1- 5- Composite à matrice	19
II-1- 6- Composite multicouche	19
II-2- Les Matériaux composites à matrice métallique.....	19
II-3- Constitution d'un composite à matrice métallique.	20
II-3-1- Une matrice métallique.....	20
II-3-2- Un renfort métallique ou céramique	20
II-3-2-1- Les différents types de renforts discontinus métalliques ou céramiques	20
II-3-2-1-a- Particules métalliques ou céramique renforçantes	20
II-3-2-1-b- Fibres courtes	21
II-3-2-1-c- Trichites métalliques ou céramique renforçantes	21
II-3-2-1-d- Renforts par les particules.....	21
II-3-2-1-e- Renforts par fibres courtes	21
II-3-2-1-f- Renforts par les trichites	21

II-3-2-2- Les différentes particules en céramiques utilisés comme renforts dans les matériaux composites à matrices Métalliques.....	22
II-3-2-2- Renforts continus.....	23
II-3-2-2-a - Mèches multifilamentaires	23
II-3-2-2-b – Monofilaments	23
Importance du procédé de fabrication du composite.....	23
II-4- Composite à Matrice Métallique aluminium	23
II-4-1- Propriétés physiques des composites à matrice aluminium renforcés par des renforts discontinu.	23
II-4-2- Propriétés mécaniques	25

Chapitre III : Corrosion des composites à Matrice Métallique

Composite à Matrice d'Aluminium

Introduction	28
III-1- La Corrosion	28
III-2- Les facteurs de la corrosion.....	29
III-3- Les principaux types de corrosion dans les métaux	29
III-3-1- La corrosion galvanique	29
III-3-2- La corrosion caverneuse (corrosion par crevasses)	30
III-3-3- la corrosion filiforme.....	30
III-3-4- La corrosion intergranulaire	30
III-3-5- La corrosion transgranulaire.....	32
III-3-6- La corrosion exfoliante.....	32
III-3-7- La corrosion par piqûres.....	33
III-3-8- La corrosion sous contrainte	35
III-3-9- La corrosion généralisée.....	35
III-4- Influence milieu corrosif sur la corrosion des composites à matrice métalliques	36
III-5- La composition de l'alliage d'aluminium matriciel	36
III-6- Les principaux facteurs qui amorcent la corrosion dans les matériaux composites à Matrice métalliques	37
III-6-1- Fissures	37
III-6-2- Apparence du renfort à la surface.....	38
III-6-3- Rugosité de la surface.....	39
III-6-4- Les éléments contaminants de la surface	40
III-6-5- les particules intermétalliques de la matrice dans le cas d'un alliage	40

III-7-Protection contre la corrosion.....	41
---	----

Chapitre IV : Techniques et Procédures Expérimentales

Introduction	43
VI-1-Préparation des échantillons	43
VI-2-Examen au microscope optique.....	46
VI-3-Microscopie électronique à balayage (MEB)	47
VI-4- Microdureté Vickers (Dureté sous charge réduite)	48
VI-5-Mesures électrochimiques	50
VI-5-1-Potentiel de corrosion.....	50
VI-5-1-1-L'irréversibilité et la réversibilité de la corrosion au potentiel de corrosion libre	52
VI-5-2-Couplage galvanique.....	53
VI-5-3-Voltampérométrie	53
VI-5-3- Résistance de polarisation	53
VI-6-Diffraction des Rayons X	54
Introduction	54
VI-6-1-Principe d'analyse par DRX.....	55
VI-6-2-Détermination des phases.....	57

Chapitre V : Résultats et Interprétations

Introduction	58
V-1-Forme des grains de poudres d'aluminium et d'alumine	58
V-1-1-poudres d'aluminium.....	58
V-1-2-poudres d'alumine.....	59
V-2-Etude statistique de la taille des grains de poudres d'aluminium et d'alumine.....	59
V-2-1- taille des grains de la poudre d'aluminium du premier lot.....	60
V-2-2- Taille des grains de la poudre d'aluminium du deuxième lot	62
V-2-3-Taille des grains de la poudre d'alumine (Al ₂ O ₃) du premier lot.....	64
V-2-4- Taille des grains de la poudre d'alumine (Al ₂ O ₃) du second lot	65
V-3-Characterisation du composite par microscopie	67
V-4-Characterisation du composite par dureté sous charge réduite.....	74
V-4-a-Echantillons ayant reçus une compression de 8.347 k N/cm ³	74
V-4-b-Echantillons ayant reçus une compression de 43.051 k N/cm ³	75

V-5-Characterisation de la morphologie de la corrosion de la matrice en poudre d'aluminium et des composite élaborés par compression	75
V-6-Characterisation de la cinétique de la corrosion de la matrice en poudre d'aluminium et des composite à matrice en poudre d'aluminium renforcé par la poudre d'alumine élaborés par compression.....	79
V-7-Characterisation de Effet de l'augmentation de la température sur le potentiel de la corrosion libre de la matrice en poudre d'aluminium et des composite à matrice en poudre d'aluminium renforcé par la poudre d'alumine élaborés par compression.....	88
V-7-1-Characterisation par le test du couplage galvanique	90
V-8-Characterisation de la composition en phase par la diffraction des rayons X classique	91
CONCLUSION GENERALE	93
Références Bibliographiques.....	94

Introduction générale

***Étude et caractérisation d'un matériau composite
poudre aluminium/alumine (Al_2O_3)***

Aujourd'hui les industries aéronautiques et automobiles ont besoin des matériaux légers qui allient à la fois une rigidité, une résistance à la fatigue, une ténacité élevée et bien sur une bonne tenue vis-à-vis de la corrosion.

Contrairement aux matériaux traditionnels qui finissent leur vie en décharge après une corrosion généralisée, les pièces en aluminium sont toujours recyclées. Ceci est dû à la valeur résiduelle élevée de l'aluminium, les entreprises de recyclage sont toujours parties prenantes. Les pièces en aluminium en fin de vie sont donc revendues à bon prix et ils ne finissent jamais en décharge. L'aluminium recyclé ne perd aucune de ses qualités et économise environ 95% de l'énergie nécessaire pour son élaboration à partir du minerai. En d'autres termes, l'énergie requise pour élaborer l'aluminium primaire n'est jamais perdue : elle est stockée dans le métal, sous forme d'énergie interne, car cette énergie n'est jamais perdue par corrosion, par ce que l'aluminium est toujours protégé par la couche de passivation, qui se forme instantanément à la surface du matériau. Les alliages d'aluminium ont un rapport résistance/ poids et rigidité/poids comparable à la plupart des métaux et alliages performants tels que les aciers à haute limite d'élasticité et le titane. L'utilisation de l'aluminium à la place des métaux courants (par exemple l'acier) permet de gagner 40 à 60% en poids.

Il faut distinguer l'aluminium non allié de ses alliages. L'aluminium non allié n'est jamais utilisé dans la construction des pièces mécaniques travaillant sous des contraintes de traction, de compression, de flexion, de torsion, etc.... Il existe une grande variété d'alliages d'aluminium dont ceux à haute résistance. Ce qui est rarement dit, c'est que tous les alliages d'un même métal de base ont des modules d'élasticité très proches.

- Les composites à matrice en poudre d'aluminium renforcé par la poudre d'alumine peuvent constituer de nouveaux matériaux qui présentent des propriétés mécaniques, physiques très intéressantes, notamment en termes de rigidité, de résistance à l'abrasion, de conductivité thermique, de stabilité et de résistance à haute température. En plus de ceci ils sont recyclables.
- Les composites élaborés à partir de poudres d'aluminium renforcés par la poudre d'alumine constituent de nouveaux matériaux peu étudiés. Ces composites peuvent être une nouvelle génération de matériaux dans les industries du transport, alimentaire...etc.

Le travail présent traite essentiellement le comportement à la corrosion d'un matériau composite à base de matrice en poudre d'aluminium et un renfort en poudre d'alumine élaboré par compression suite à un mélange par agitation manuel du récipient contenant les poudres pendant onze minutes.

Notre travail consistait à étudier :

- 1) La taille et la forme des poudres constituant le composite poudre d'aluminium/poudre d'alumine et le rapport de taille entre la poudre d'aluminium et la poudre d'alumine.
- 2) L'influence de la technique d'élaboration utilisée sur l'homogénéité du composite.
- 3) L'influence du taux de l'alumine sur les paramètres de corrosion :
 - l'évolution du potentiel de la corrosion libre ;
 - de la densité de courant de la corrosion en fonction du potentiel appliqué ;
 - la morphologie de la corrosion dans une solution de 0.3% en masse de NaCl ;
 - sur l'évolution microstructure (distribution de la poudre d'alumine dans le composite avant corrosion) ;
 - la microdureté et sur la structure du composite poudre d'aluminium/ poudre d'alumine.
- 4) l'influence de la température du bain sur le comportement à la corrosion du composite aluminium/alumine. Et de trouver la relation reliant les caractéristiques mécanique et structurale aux propriétés électrochimiques du composite Aluminium/alumine.

Plusieurs méthodes d'investigations ont été utilisées pour exécuter ce travail :

- a)- La mesure du potentiel libre de corrosion à différentes températures ;
- b) - Le tracé de la courbe de polarisation à différentes températures;
- c) - Les tests de corrosion galvanique entre les échantillons élaborés ;
- d)- La microscopie optique et la microscopie électronique à balayage avant et après la corrosion à différentes températures ;
- e)- La microdureté Vickers;
- f)- Diffraction des rayons X (DRX) classique.

Le mémoire est constitué :

D'une partie théorique qui regroupe trois chapitres, un chapitre qui développe les caractéristiques de l'aluminium et l'alumine, un deuxième chapitre qui traite des matériaux composites à matrice en aluminium et en fin un troisième chapitre présente la corrosion de l'aluminium et des composites à matrice en aluminium.

D'une partie expérimentale est constituée deux chapitres principaux, le premier concerne les techniques et les méthodes expérimentales utilisées et le second regroupe une étude statistique sur la taille des poudres d'aluminium et de l'alumine et les principaux résultats expérimentaux obtenus.

Et enfin une conclusion générale comprenant les principaux points qui découlent de cette étude.

Chapitre I

Propriétés de l'Aluminium et de l'Alumine

Introduction :

L'aluminium est formellement le métal le plus important en tonnage des métaux non ferreux, son utilisation industrielle est de plus en plus en progression. L'aluminium est le second métal le plus utilisé à travers le monde en raison de sa légèreté, Il fait en effet partie des matériaux les plus légers avec une masse volumique de 2700 kg.m^{-3} , ainsi que de sa très bonne tenue à la corrosion dans de nombreux environnements corrosifs. Celui-ci est utilisé dans les domaines de transports, du bâtiment, alimentation ...etc [1, 2, 3].

I-1-L'aluminium :

L'aluminium est certes connu pour ses propriétés physico-chimiques exceptionnelles, mais ces dernières sont reliées à plusieurs facteurs comme : la composition chimique, le procédé de fabrication, les traitements thermiques...etc. En ce qui concerne la composition chimique même les impuretés chimiques influe sur ses caractéristiques physico-chimiques, et pour ce qui concerne la question de l'histoire thermomécanique (représentant les procédés de fabrication et les traitements mécaniques du matériau), un traitement thermomécanique de l'aluminium modifié considérablement, la forme la distribution de ces constituants (par exemple les particules intermétalliques à l'échelle microscopique et la densité des défauts ponctuels et linéaire à l'échelle nanométrique), c'est derniers contrôlent ses propriétés physico-chimiques.

I-1-2 -Caractéristique de l'aluminium pur (non allié) :

L'aluminium le plus couramment utilisée est de nuance (1199) obtenu généralement soit par raffinage électrolytique, soit par ségrégation (purification par cristallisation fractionnée). L'aluminium pur est caractérisé par une excellente aptitude à la déformation plastique, un excellent comportement aux agents atmosphériques et à l'environnement marin et surtout par la possibilité d'obtenir de très beaux états de surface après brillantage et anodisation, d'où ses applications dans la décoration, la bijouterie, les réflecteurs. L'application principale (70 % de la production) de l'aluminium raffiné avec un degré de pureté compris entre 99,99 et 99,999 % réside dans la fabrication des condensateurs électrolytiques [4].

I-1-3- les différentes nuances d'aluminium pur, famille1000 :

L'aluminium pur est utilisé dans plusieurs domaines tels que la décoration, l'industrie alimentaires et chimiques et souvent comme fils de conduction électrique, et les différentes nuances de l'aluminium pur sont [1] :

❖ **L'aluminium 1080 A (Al ≥ 99,80 %) :**

Ce matériau possède une bonne aptitude, de très beaux états de surface après brillantage et anodisation et une très bonne résistance à la corrosion, il a de nombreuses applications dans les domaines de la décoration, des industries alimentaires et chimiques [1].

❖ **L'aluminium 1050 A (Al ≥ 99,50 %) :**

Celui-ci très utilisé dans des applications variées dans les domaines : du bâtiment, de l'industrie chimique et alimentaire, mécanique, l'emballage du matériel ménagé [1].

❖ **L'aluminium 1070 A (Al ≥ 99,70 %) :**

Ce matériau possède des propriétés proches à celles des nuances 1080 A et 1050 A [1].

❖ **Les aluminiums 1100 et 1200 (Al ≥ 99,00 %) :**

Ces matériaux remplacent le 1050 A chaque fois que leur plasticité est suffisante et que leur aspect de surface est compatible avec une application donnée [1].

L'utilisation intensive de l'aluminium dans la fabrication des conducteurs électriques est essentiellement due à l'association exceptionnelle :

- d'une conductivité électrique élevée,
- d'une faible densité.

C'est pour cette raison qu'il y a eu plusieurs nuances de conducteurs en aluminium 1370, 1350, 1310, 1340, 1110, 1385, et 1190...etc.

❖ **L'aluminium 1370 :**

Celui-ci est le plus couramment utilisé comme fils pour les câbles nus aériens (câbles homogènes ou câbles mixtes aluminium-acier [1].

❖ **L'aluminium 1350 :**

Cette nuance est réservée à la fabrication des fils tréfilés à l'état H16 (3/4 dur) pour câbles isolés de transport d'énergie électrique [1].

❖ L'aluminium 1310 :

Celui-ci est caractérisé par les additions de magnésium (0,08 à 0,25 %) et du fer à des teneurs élevée mais contrôlée (0,50 à 0,80 %) a été spécialement mis au point pour la fabrication

- des fils pour câbles souples isolés utilisés en automobile, électroménager, aéronautique, marine, soudage... ;
- des fils pour câbles téléphoniques de réseau urbain (diamètre 0,5 à 0,8 mm).

❖ L'aluminium 1340 :

Celui-ci ne se différencie du 1310 que par l'absence de magnésium est réservé à la fabrication des fils émaillés pour le bobinage, mais peut être utilisé pour les câbles souples et les câbles téléphoniques [1],

❖ L'aluminium 1110 (Al ≥ 99,10 %) :

Celui-ci est utilisé pour la fabrication de fils fins de diamètres inférieurs à 0,7 mm [1] ;

❖ L'aluminium 1385 (Al ≥ 99,85 %) :

Ce matériau est utilisé pour la fabrication des conducteurs isolés [1] ;

❖ L'aluminium 1190 (Al ≥ 99,90 %) :

Celui-ci est utilisé pour la fabrication des fils exigeant une très bonne conductivité (par exemple, fils pour connexion électronique) [1].

❖ Aluminiums ultra-purs entre 99.999 et 99.9995, voir 99.9999 %) :

Ces matériaux peuvent être obtenus par une purification supplémentaire par fusion de zone. Les applications de l'aluminium à ultra purs concernent la microélectronique (circuits intégrés) et exigent un contrôle sévère de certaines impuretés, ces types d'aluminium sont actuellement commercialisés avec des teneurs en uranium et thorium < 100 parties par trillion (tolérances exigées car les impuretés sont susceptibles de créer des erreurs de logiciels dans les mémoires de très haute capacité).

I-1-4-Caractéristiques de la microstructure de l'aluminium :

L'aluminium commercial appartient au système ternaire Al-Fe-Si-Mg-Mn car il comporte des impuretés telles que le fer, le silicium, le magnésium et le manganèse. Donc plusieurs phases peuvent se former en équilibre avec la matrice d'aluminium (composés binaires ternaire et quaternaires), on peut citer comme exemple les composés binaires et ternaire suivants Al_3Fe et Al_8Mg_5 et $Al_{12}Fe_3Si_2$. Ceci dit différents auteurs ont affirmé que les composés ternaires Al-Fe-Mg ne peuvent pas être observés [3, 5, 6, 7,8]. Car la solubilité du fer dans Al_8Mg_5 et celle du magnésium dans Al_3Fe sont négligeables, et par conséquent, on ne peut pas observé ces composés ternaires (Al-Fe-Mg). N.A. Belov et al.[8] affirment que la phase Al_3Fe se forme pour des taux très faibles en fer tandis que la précipitation du composé Al_8Mg_5 se produit pour des teneurs en magnésium de l'ordre de 2- 3%. De plus, la solubilité du fer dans l'aluminium étant très faible et cela particulièrement la température ambiante, de ce fait la matrice adjacente est très pure [9].

Un élément contenu dans l'aluminium sous la forme d'une impureté peu soluble (par exemple le fer) ou bien d'addition peut permettre l'obtention d'une phase pouvant être durcissante, ceci dit un durcissement par solution solide se produit, et par conséquent on obtient de meilleures propriétés mécaniques. Toutes ces phases sont observées dans la microstructure. La présence du cuivre dans l'aluminium entraîne une augmentation des propriétés mécaniques de l'aluminium. La présence du silicium, du cuivre et du manganèse favorise la formation de composés quaternaires. La dispersion de ces derniers améliore les propriétés de l'aluminium.

Pour comprendre pourquoi les traitements thermique, mécanique ou thermomécanique modifié les propriétés mécanique, il est nécessaire d'étudier la microstructure de matériau avant durant et après le traitement. L'aluminium est composé d'un point de vue microstructural d'une matrice d'aluminium dans laquelle sont réparties des particules appelées intermétalliques. Durant ces traitements, un changement de la composition de la matrice et des particules intermétalliques se produit, la morphologie des grains de la matrice et des particules change aussi, ce qui modifié les propriétés mécaniques et physico-chimiques de l'aluminium [2].

L'aluminium commercial contenant plusieurs éléments d'impureté est un métal à durcissement par écrouissage, suite au déplacement et au blocage des défauts de structures, et à la modification de la morphologie des composés constituant ce métal, ces propriétés intrinsèques dépendent beaucoup du procédé de mise en forme et du taux d'écrouissage appliqué.

I-1-5-Les principales propriétés atomiques et physiques de l'aluminium :

L'aluminium est un élément chimique de symbole Al. C'est un métal argenté et malléable. Il cristallise dans le système cubique à face centré. Il est remarquable pour sa résistance à la corrosion et sa faible densité qui est environ trois fois plus faible que celle de l'acier ou de cuivre. C'est un excellent conducteur de chaleur et d'électricité, Les principales propriétés physiques et atomique de l'aluminium non allié sont indiquées dans le (**Tableau I-1**)

Propriétés atomiques	
Numéro atomique	13
Rayon atomique	142 pm
Masse molaire	27 g/mole
Structure cristalline	c.f.c.
Groupe d'espace	Fm3m
Paramètre de maille	0.404 nm
Propriétés physiques	
Masse volumique	2698 kg/m³
Point de fusion	660 °C
Coefficient de dilatation	2.5.10⁻⁵/ °C
Conductivité thermique	237 W/m.K

Tableau I-1 : Propriétés atomiques et physique de l'aluminium.

I-1-6-Les principales propriétés mécaniques de l'aluminium:

L'aluminium est un métal extrêmement ductile (A% jusqu'à 70% pour l'aluminium pur à 99,99% à l'état recristallisé)¹.Cependant, l'intérêt suscité par la légèreté de ce métal a conduit les métallurgistes à développer des alliages d'aluminium plus résistant. Ces alliages sont classés en deux grandes familles ; les alliages de corroyage (ou de forgeage) et les alliages de fonderie (ou de moulage).

Le (**Tableau I-2**) ci-dessous résume les principales propriétés mécaniques de l'aluminium.

Propriétés mécaniques de l'aluminium	
Module d'élasticité (MPa)	68000
Charge de rupture (MPa)	80-100
Limite d'élasticité 0.2% (Mpa)	30-40
Allongement à la rupture AR (%)	25-30

Tableau I-2 : Propriétés mécanique de l'aluminium.

I-1-7-Alliages d'aluminium :

Les alliages d'aluminium se répartissent en huit familles dont la désignation, à quatre chiffres, dépend de l'élément d'alliage principal (**Tableau I-3**).

Série	Désignation	Elément d'alliage principal	Phase principale présente dans l'alliage
1000	1XXX	99% Al au minimum	-
2000	2XXX	Cuivre (Cu)	Al ₂ Cu, Al ₂ CuMg
3000	3XXX	Manganèse (Mn)	Al ₆ Mn
4000	4XXX	Silicium (Si)	-
5000	5XXX	Magnésium (Mg)	Al ₃ Mg ₂
6000	6XXX	Magnésium (Mg) et Silicium (Si)	Mg ₂ Si
7000	7XXX	Zinc (Zn)	MgZn ₂
8000	8XXX	autres éléments	-

Tableau I-3 : Les différentes familles d'alliages d'aluminium [12].

- Al non allié (série 1000) : les deux derniers chiffres donnent le % en Al au-delà de 99,00%. Le deuxième chiffre est 0 si les impuretés de Al ne font pas l'objet d'un contrôle individuel.
- Alliages, les deux derniers chiffres n'ont pas de signification particulière et servent seulement à identifier l'alliage. La seule exception est la série 1000 ces deux chiffres indiquant le pourcentage d'aluminium. Le deuxième chiffre est réservé aux modifications

de la composition de l'alliage. 0 correspond à l'alliage originel. Les chiffres de 1 à 9 correspondent aux modifications successives.

- Les 4 chiffres sont suivis d'une lettre (F, O, H ou T) caractérisant l'état métallurgique et de chiffres précisant cet état (Exemple : 1 : Écrouissage, autre traitement supplémentaire non indiqué, 2 : écrouissage puis restauration, 3 : écrouissage puis stabilisation). F : brut de fabrication, O : recuit, H : durci par écrouissage, T : durcissement structural.

I-1-8-Classement par type de transformation :

Les alliages d'aluminium destinés à être corroyés peuvent être classés en deux familles en fonction du type de transformation ou de traitement qui permettra d'obtenir les caractéristiques mécaniques et de résistance à la corrosion, Les familles d'alliages d'aluminium corroyés se divisent elles-mêmes en deux catégories distinctes :

- les alliages à durcissement par écrouissage ou sans traitement thermique (1xxx, 3xxx, 5xxx et 8xxx) ;
- les alliages à durcissement structural ou Les alliages trempant qui seront traités thermiquement (2xxx, 6xxx et 7xxx).

I-1-8-1- Les alliages à durcissement par écrouissage :

Cette appellation désigne l'ensemble des alliages qui ne peuvent pas être soumis à un durcissement structural. Le durcissement par écrouissage est réalisé par déformation plastique du matériau. Les conséquences sur les propriétés mécaniques sont une augmentation de la résistance mécanique et de la dureté accompagnée d'une perte de ductilité. Ces alliages sont désignés par la lettre H suivie de deux chiffres. Le premier chiffre correspond aux différentes étapes thermomécaniques appliquées lors du cycle d'élaboration :

- H1x : écrouissage seul
- H2x : écrouissage et recuit partiel
- H3x : écrouissage et stabilisation par un traitement thermique.

Les alliages d'aluminium non alliés de la série 1xxx sont des alliages à durcissement par écrouissage présentant une teneur en aluminium d'au moins 99% massique. Les propriétés de ces nuances dépendent de différents paramètres tels que les teneurs en impuretés (ex : fer et silicium), les niveaux d'écrouissage et l'adoucissement engendré par les traitements de recuit [2]. Les propriétés générales de ces alliages d'aluminium non alliés sont les suivantes :

- une très bonne aptitude à la déformation plastique,
- une résistance mécanique relativement faible,
- un excellent comportement en corrosion,
- une bonne aptitude au soudage, au brasage et à l'anodisation

Les domaines d'application des alliages d'aluminium non alliés dépendent des nuances utilisées. Ainsi, l'aluminium 1080A, de pureté égale à 99,80%, est utilisé dans le domaine de la décoration et dans l'industrie alimentaire du fait de ses états de surface esthétiques après brillantage et anodisation et de sa bonne tenue à la corrosion. L'alliage d'aluminium 1050A de pureté 99,50%, est utilisé dans différents domaines tels les travaux publics (couvertures, gaines de ventilation), l'industrie alimentaire, l'industrie mécanique (accessoires pour canalisations) et les emballages. L'aluminium 1370 est essentiellement utilisé en tant que conducteur électrique.

I-1-8-2- Les alliages à durcissement structural :

Les bonnes caractéristiques mécaniques de ces alliages sont obtenues par un traitement de durcissement structural se composant de trois étapes successives [3] :

- une montée en température supérieure à la température de solidus suivi d'un maintien suffisamment long à cette température afin d'atteindre l'équilibre thermodynamique et la mise en solution totale des atomes de soluté. Représente un traitement de mise en solution ou d'homogénéisation.
- un refroidissement suffisamment rapide de l'alliage à partir de la température de mise en solution, appelé trempe, ayant pour but d'éviter la décomposition de la solution solide et la formation des précipités d'équilibre grossiers ne conduisant pas au durcissement de l'alliage, permet de geler la solution solide jusqu'à la température ambiante. Permet l'obtention d'une solution solide sursaturée en atomes de soluté et en lacunes.
- un maintien à température ambiante provoque la décomposition de la solution solide métastable sursaturée en éléments d'addition. Cette phase obtenue par maturation ou vieillissement naturel peut être suivie si besoin d'un revenu à température modérée afin d'accélérer la décomposition de la solution solide par précipitation de phases durcissantes selon des séquences de précipitation bien spécifiques à chaque alliage.

Les alliages à durcissement structural sont désignés par la lettre T suivie par des chiffres (entre 1 et 5 chiffres), le (**Tableau. I-4**) explicite la signification du premier chiffre qui renseigne sur le

traitement thermique subi par les alliages d'aluminium lors de leur élaboration

Désignation	Descriptif du traitement
T1	Pas de mise en solution, maturation
T2, T6	Mise en solution, trempe, revenu
T3	Mise en solution, trempe, écrouissage, maturation
T4	Mise en solution, trempe, maturation
T5	Pas de mise en solution, revenu
T7	Mise en solution, trempe, sur revenu
T8	Mise en solution, trempe, écrouissage, revenu
T9	Mise en solution, trempe, revenu, écrouissage

Tableau I-4 : Traitements thermiques des alliages d'aluminium.

I-1-9-Atouts de l'aluminium :

I-1-9-1-Légèreté :

L'aluminium est léger et mou à l'état pur. Les alliages à base d'aluminium présentent des caractéristiques mécaniques très élevées. Comme matériaux légers de structure, ils sont largement utilisés dans les applications aéronautiques et spatiales, dans l'industrie automobile, l'agriculture et les besoins domestiques grandissants. L'expérience montre que l'allègement obtenu avec une structure en alliage d'aluminium peut atteindre 50% par rapport à une structure équivalente en acier ordinaire ou en acier inoxydable, et engendre aussi une économie du combustible consommé par les véhicules industriels et les avions [11].

I-1-9-2-Conductivité électrique et thermique :

L'aluminium possède une conductivité électrique proche de celle du cuivre pour un poids inférieur à celui du cuivre. C'est pour cela qu'on le retrouve de plus en plus utilisé conducteur d'électricité. A l'instar du cuivre, l'aluminium, en plus d'une bonne conductivité électrique procure également un fort pouvoir caloporteur ce qui explique par exemple son utilisation dans les systèmes de refroidissements [12].

I-1-9-3-Tenue à la corrosion :

L'aluminium et ses alliages ont en général une bonne tenue à la corrosion dans l'environnement atmosphérique en raison de la formation d'une couche de passivation film

d'oxyde protecteur à sa surface).

Comme pour l'aluminium non allié, elle est bonne grâce à la formation de la couche protectrice d'oxyde Al_2O_3 et elle peut être améliorée (plus épaisse) par anodisation.

Les alliages d'aluminium présentent une bonne résistance à la corrosion par piqûres. Par contre, ils sont sensibles à la corrosion galvanique et des précautions sont à prendre en particulier avec le fer. Les risques de corrosion intergranulaire et de corrosion sous tension existent dans les alliages des séries 2000 et 7000.

I-1-9-4-Aptitude aux traitements de surface :

Les traitements de surface sur l'aluminium ont plusieurs objectifs parmi lesquels: La protection contre la corrosion de certains alliages, quand leur résistance est jugée insuffisante, la continuité de l'aspect de leurs surfaces en évitant la corrosion par piqûres ou le noircissement, l'amélioration de leurs propriétés surfaciques comme la dureté superficielle, La décoration du métal par anodisation puis coloration.

I-1-9-5-Recyclage :

L'aluminium est un métal dont le recyclage est le plus attractif tant sur le plan énergétique que sur le plan économique. La production d'aluminium par électrolyse consomme beaucoup d'énergie. La refusion de l'aluminium ne représente que 5% de l'énergie nécessaire à l'élaboration du métal à partir du minerai.

I-2-Alumine (oxyde d'aluminium) :

I-2-1- Relation alumine –aluminium:

L'aluminium est un élément chimique extrait de la bauxite, où il est présent sous forme d'oxyde hydraté dont on extrait l'alumine (Al_2O_3), ceci dit l'aluminium et l'alumine sont obtenues du même minerai. L'aluminium est le réducteur de l'alumine, tandis que l'alumine est l'oxydant de l'aluminium.

- ✓ L'alumine aussi appelée oxyde d'aluminium, celui-ci est un composé chimique. On le trouve à l'état naturel le minerai qui la contient (la bauxite) où elle est mélangée avec de l'oxyde de fer. D'autre part, certaines pierres précieuses contiennent de l'alumine. C'est notamment le cas des rubis et des saphirs. L'alumine ou oxyde d'aluminium de formule Al_2O_3 est le plus abondant oxyde métallique de la croûte terrestre après la silice. Elle existe sous forme hydratée le minerai.

- ✓ La bauxite qui constitue le principal minéral contient de 40 à 60% d'alumine (oxyde d'aluminium). De la famille des Latérites, la bauxite est une roche sédimentaire principalement composée d'hydroxydes d'aluminium (Gibbsite, Boehmite, Diaspore), associés à des oxydes de fer et des impuretés (Silice, Calcite). Elle ressemble à de l'argile dure mais qui ne fait pas de pâte avec l'eau.
- ✓ L'alumine est un composé de grande dureté. Elle n'est pas attaquable par le composé chimique courant à température ambiante, elle a une température de fusion supérieure à 2000°C. L'alumine à haute pureté peut être employée jusqu'à une température de 1700°C. Elle possède un coefficient thermique élevé, une faible dilatation thermique et une résistance élevée à la compression permet. Elle résiste bien aux chocs thermiques. L'alumine est utilisée souvent comme matériau réfractaire. Cette dernière offre une bonne isolation électrique à température élevée et une résistance élevée à l'usure, ce qui permet de l'utiliser comme matériau pour outils de coupe [13].

I-2-2- Aspect de l'alumine :

L'alumine, est une poudre blanche de masse moléculaire 102 très stable. C'est un oxyde réfractaire, car sa température de fusion est très élevée (2054 °C).

I-2-3- Interaction aluminium-oxygène :

L'alumine se forme naturellement et instantanément à l'air libre à la surface de l'aluminium, car il possède une énergie libre inférieure que celle de l'aluminium de ce fait l'oxyde d'aluminium est plus stable que l'aluminium, mais contrairement à la rouille pour les alliages ferreux, l'alumine forme un film d'oxyde imperméable et adhérent à la surface de l'aluminium qui protège ce dernier de l'oxydation en gardant son aspect métallique brillant.

I-2-4- les différentes phases et formes d'alumines :

L'alumine existe à l'état cristallin sous différentes formes, (α -Al₂O₃) qui représente une phase stable et (γ -, δ -, θ -, κ -, ϵ -, η -, χ -Al₂O₃) qui représentent des phases métastables. L'alumine existe aussi à l'état amorphe [14]. Il existe plusieurs formes d'alumine plus ou moins hydratées représentées sur le (Tableau I-5) [15], parmi ces dernières nous pouvons citer :

- la bayerite, polymorphe de la gibbsite, de structure monoclinique, hydroxyde de composition α -Al(OH)₃,

- la boémite de structure orthorhombique, hydroxyde de composition γ -AlOOH ;
- le corindon de structure hexagonale, oxyde de formule α -Al₂O₃.

Minéraux contenant de l'aluminium				
Nom	Formule	Al ₂ O ₃ (%)	Masse Volumique (102kg/m ³)	Dureté (échelle Mohs)
Corindon	Al ₂ O ₃	100	4	9
Boehmite	Al ₂ O ₃ ,1H ₂ O	85	3	3,7
Diaspore	Al ₂ O ₃ ,2H ₂ O	85	3,4	7
Gibbsite	Al ₂ O ₃ ,3H ₂ O	65,4	2,4	3
Cyanite	Al ₂ O ₃ , SiO ₂	63	3,6	5
Andalauseite	Al ₂ O ₃ , SiO ₂	63	3,1	7
Slimanite	Al ₂ O ₃ , SiO ₂	63	3,2	7
Kaolinite	Al ₂ O ₃ , 2SiO ₂ ,2H ₂ O	39,5	2,6	1
Albite	Al ₂ O ₃ , Na ₂ O, 6SiO ₂	19,4	2,6	6
Anorthite	Al ₂ O ₃ , CaO, 2SiO ₂	36,7	2,6	6
Analcime	Al ₂ O ₃ , Na ₂ O,6SiO ₂ , 2H ₂ O	23,2	2,2	5
Leucite	Al ₂ O ₃ , K ₂ O,4SiO ₂	23,5	2,5	5
Muscovite	3Al ₂ O ₃ , K ₂ O,6SiO ₂ , 2H ₂ O	38,5	2,5	2
Néphiline	Al ₂ O ₃ ,(Na, K) O, 2SiO ₂	34,2	2,6	5,6
Alunite	Al ₂ (SO ₄) ₃ ,K ₂ SO ₄ , 4Al (OH) ₃	37	2,7	3,6
Cyolithe	AlF ₃ , 3NaF	24,3	3	2,5

Tableau I-5 : Les différentes formes d'alumines [15].

I-2-5- Structure de l'alumine :

La structure de l'alumine dépend de l'arrangement des ions oxygène, car l'oxygène à l'état solide peut prendre une structure cubique à faces centrées (CFC) ou bien une structure hexagonale (HCP). La distribution des cations d'aluminium dans chaque une des deux structures qui donnent les différents polymorphes.

Les structures d'Al₂O₃ fondées sur une structure cubique à faces centrées (CFC) d'oxygènes sont: gamma (γ , cubique), êta (η , cubique), thêta (θ , monoclinique), delta (δ , tétragonale ou orthorhombique), kappa (κ , orthorhombique), chi (χ , cubique), tandis que la structure fondée sur une structure hexagonale compacte (HCP) est représentée par α (trigonal) [13].

I-2-6- Propriétés de l'alumine :

L'alumine a une bonne tenue mécanique à haute température, une dureté élevée, une excellente résistance à l'usure, une grande résistivité électrique et une inertie chimique importante. Le (Tableau I-6) présente ses principales propriétés mécaniques, physiques, thermiques, électriques et de résistance aux produits chimiques.

Propriétés	Valeurs	Symboles
<u>Propriétés physiques</u> - Masse volumique (g/cm ³) - Poids moléculaire (g/mole) -Température maximale d'utilisation sous air (°C)	3,9 102 1700-1800-2500	ρ M -
<u>Propriétés mécaniques</u> - Dureté (Mohs) - Module d'Young (GPa) - Coefficient de Poisson - Résistance à la flexion (MPa) - Ténacité (Mpa.m ^{1/2})	9 300-400 0,25 380 2-3	- E ν σ _f K _{1C}
<u>Propriétés électriques</u> -Constante diélectrique -Résistivité électrique à 20 °C (Ohm.cm) -Résistance diélectrique (kV/mm)	9-10 > 10 ¹⁴ 10-20	ε _r σ
<u>Propriétés thermiques</u> - Chaleur spécifique (J/K/kg) -Conductivité thermique (W/m/K) • à 20°C • à 500 °C - Dilatation linéaire (x10-6) de 20 à 1000 °C - Point de fusion (°C)	900 26-35 10-15 8-9 2050	Cp λ α -
<u>Résistances chimiques</u> - Acides – concentrés - Acides – dilués - Alcalins - Halogènes - Métaux	Bonne Bonne Bonne Bonne Bonne	

Tableau I-6 : Les différentes propriétés de l'alumine.

I-2-7- Atouts de l'alumine :

Le principal atout de l'alumine c'est la dureté élevée, seul le diamant et quelques produits de synthèse ont une plus grande dureté. Elle fond à plus de 2000 °C [16]. L'alumine à haute pureté

peut être mise en service à une température qui atteint 1700°C. Son étanchéité aux gaz est conservée jusqu'à la température de 1300°C [17].

L'alumine possède un coefficient thermique élevé, et une faible dilatation thermique et une grande résistance aux efforts de compression et la combinaison de ces trois paramètres permet l'obtention d'une bonne tenue aux chocs thermiques. Et c'est pour cette raison que plusieurs chercheurs travaillent sur les composites à matrice en aluminium renforcée par alumine.

Chapitre II

***Matériaux composites à matrice métallique ,
composites aluminium-alumine***

Introduction :

Les matériaux composites sont de plus en plus utilisés dans l'industrie automobile, ferroviaire, aéronautique. Ainsi dans ces domaines l'économie d'énergie pour limiter l'émission de gaz polluants suscite un intérêt grandissant de la part des constructeurs et des équipementiers pour l'utilisation des matériaux de faibles densités. En parallèle, les soucis de protéger les automobilistes mais aussi les piétons lors d'un choc, sont à l'origine de normes de sécurité de plus en plus sévères.

Les composites semblent comme de bons candidats pour répondre à toutes ces objectifs. Ils possèdent en effet une faible densité, des propriétés mécaniques élevées et, de plus, présentent des propriétés intéressantes en terme d'absorption d'énergie. En général, dans l'industrie automobile, ces matériaux sont destinés à être utilisés dans des pièces de structure telles que les absorbeurs de chocs avant, ou encore sur des pièces destinées à travailler en fatigue telles que les lames de suspension.

Les matériaux composites à matrice métallique (CMM) sont développés et élaborés pour tirer profit des meilleures propriétés physiques et mécaniques de la matrice et des renforts. Ils combinent une matrice métallique (un métal ou bien un alliage métallique), et des renforts possédant des propriétés mécaniques supérieures à celles de la matrice seule. Le développement de ces matériaux vise l'optimisation des propriétés adéquate pour une utilisation donnée, passe par un contrôle de la composition des CMM et des composant de ces derniers, de la nature des interfaces matrice renfort, la source d'incompatibilité et d'endommagement, par la microstructure de la matrice, par l'application de contraintes dans les renforts et la matrice en enfin par la vérification de la résistance à la corrosion dans des environnements corrosifs.

II-1- Les Matériaux composites :

Un matériau composite est une association artificielle de deux ou plusieurs matériaux, pour obtenir une combinaison de propriétés physico-chimiques à partir des ces matériaux. pratiquement tous les composites sont constitués d'éléments discontinus appelés renforts, noyés dans une phase continue appelée matrice.

II-1- 1-Renfort :

Un matériau composite est dit à fibre, si le renfort se trouve sous forme de fibres continues ou discontinues, ou sous forme des particules de petite dimension.

II-1- 2- Matrice :

La matrice est un matériau interconnecté dans le composite et entourant le renfort. Dans le cas des matrices métalliques, ce matériau peut être monophasé (métal pur ou solution solide) ou multiphasé (alliage durci par précipitation) [1, 2, 3].

II-1- 3- Interface :

Les composites étant des matériaux hétérogènes, ils possèdent des interfaces, c'est-à-dire des surfaces de contact entre la matrice et le renfort (Zone de raccordement).

II-1- 4- Les additifs :

Les additifs sont incorporés en petite quantités pour améliorer la résistance au feu, diminuer le retrait, modifier la couleur...etc.

II-1- 5- Composite à matrice :

C'est un matériau composite constitué d'une matrice et d'un renfort. Les matrices peuvent être organiques, métalliques ou céramiques.

II-1- 6- Composite multicouche :

C'est un matériau constitué d'empilements de couches de matériaux différents.

II-2- Les Matériaux composites à matrice métallique :

Au cours des dernières années, les composites à matrice métallique (CMM) ont reçu une attention considérable en raison, de leur conductivité thermique, électrique, de leur grande rigidité et de leur dureté. Mais on retrouve peu d'applications utilisant des fibres discontinues et presque aucune utilisant des fibres continues.

En comparaison avec la matrice pure, ce type de composite améliore certaines propriétés telles que la résistance maximale, la rigidité spécifique, la résistance à haute température et réduit le coefficient d'expansion thermique. Par contre, le matériau absorbe moins d'énergie à la déformation, ceci-dit le composite à matrice métallique est relativement fragilisé. Celui-ci représente un désavantage important, en plus de cet inconvénient les procédés de transformations et de mise en forme sont plus coûteux que ceux des composites organiques ou encore ceux des métaux simples. L'incorporation de particules métalliques ou céramiques dans

matrice métallique permette d'améliorer les propriétés physiques et mécaniques de l'alliage de base, elles peuvent également modifier son comportement vis-à-vis la corrosion.

II-3- Constitution d'un composite à matrice métallique :

II-3-1- Une matrice métallique :

Une matrice métallique peut être constituée de l'aluminium, ou du magnésium, ou du zinc, ou bien de titane.

II-3-2- Un renfort métallique ou céramique :

Le renfort peut être des fibres ou des fils métalliques (d'acier, bore), particules ou fibres céramiques (carbure de silicium (SiC), fibres de carbone, particules alumine...etc.), ou bien des fibres métal-céramiques.

Les composites à matrice métalliques non réfléchis peuvent avoir toutefois des limites de la mise en service là où les contraintes tribologiques, mécaniques ou thermiques sont élevées. On peut remédier à cet inconvénient en renforçant de manière ciblée et parfois partielle le métal par des particules céramiques. Il est possible de varier : le type de particules céramiques, leur taille et leurs fractions volumiques [2,3].

Les objectifs des céramiques incorporées dans le matériau composite à matrice métallique sont : [1, 2,3]

- La résistance mécanique ;
- La résistance à l'usure ;
- Influencer sur la dilatation thermique ;
- Améliorer la stabilité thermique.

II-3-2-1- Les différents types de renforts discontinus métalliques ou céramiques :

II-3-2-1-a- Particules métalliques ou céramique renforçantes :

Le terme particules lié aux matériaux composites désigne toutes les morphologies de renfort quasi isotropes pour les quelles le rapport l/d (longueur/diamètre) est compris entre 0,2 et 1. De ce fait les formes de ces particules peuvent être de type sphérique ou aciculaire (**Figure II-1-a**).

II-3-2-1-b- Fibres courtes :

Les fibres courtes utilisées dans les composites à matrice métalliques sont des fibres polycristallines ou amorphes d'alumine ou de mélanges d'alumine et de silice¹. Ces fibres sont dérivées de produits pour l'isolation thermique et la fabrication de réfractaires¹ (**Figure II-1-b**).

II-3-2-1-c- Trichites métalliques ou céramique renforçantes :

Les trichites (Whiskers) sont des renforts allongés discontinues de matériaux monocristallins, et caractérisées par des propriétés mécaniques très élevées. Pour les composites à matrices métalliques (CMM), les trichites déjà testées sont le carbure de silicium, le nitrure de silicium et le titanate de potassium. Les procédés de fabrication des trichites se base sur une croissance en épitaxie à partir d'une phase gazeuse (carburée ou azotée) ou par pyrolyse d'un précurseur riche en silicium (**Figure II-1-c**) [4, 5,6].

II-3-2-1-d- Renforts par les particules :

Dans le cas d'un renforcement d'une matrice par des particules, les fractions volumiques employées varient généralement entre 10 et 50 %, et la taille moyenne des particules variées de 5 à 50 μm . Ceci dit, il y a toujours une dispersion de taille des particules, d'une zone à une autre, mais toutes les particules ont une dimension proche d'une valeur moyenne, et les propriétés physico-chimiques obtenues sur les composites dépendent de l'histogramme de distribution des tailles de particules [1].

II-3-2-1-e- Renforts par fibres courtes :

Dans le cas du renforcement par les fibres courtes les fractions volumiques de fibres courtes ajoutées dans les matrices métalliques sont comprises entre 5 à 25 %. Le diamètre moyen des fibres courtes varie entre 3 et 5 μm , leur longueur entre 100 et 600 μm [1].

II-3-2-1-f- Renforts par les trichites :

La fraction volumique de trichites dans les CMM est comprise entre 15 et 25 %. Le diamètre moyen des trichites disponibles industriellement est compris entre 0,1 et 0,5 μm et leur longueur est comprise entre 20 et 100 μm [1]. Les trichites sont associées au métal sous forme dispersée par mélanges, ou bien préparées en préformes et imprégnées par la suite par le métal.

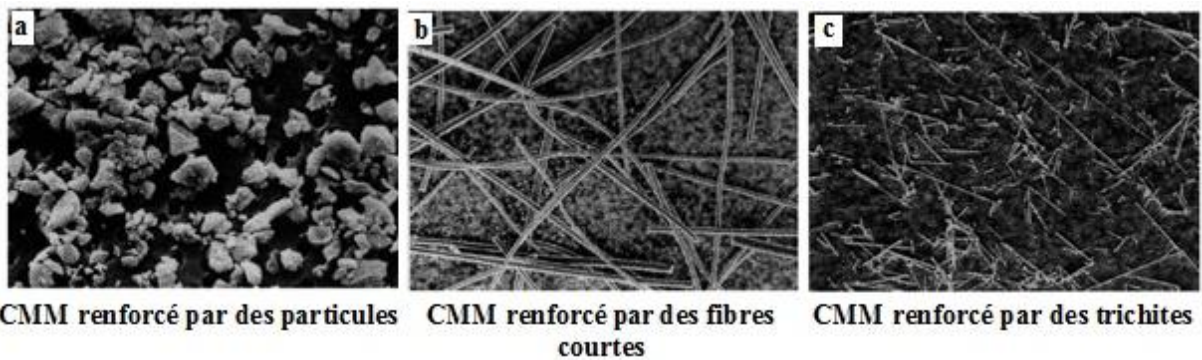


Figure II-1 : Les différents types des renforts discontinus dans le composites à matrices métalliques [1].

II-3-2-2- Les différentes particules en céramiques utilisés comme renforts dans les matériaux composites à matrices Métalliques:

Les différentes particules utilisées comme renfort sont les carbures métalliques (SiC, TaC, TiC, WC, B₄C), les nitrures métalliques (TaN, ZrN, Si₃N₄, TiN), les borures métalliques (ZrO₂, Al₂O₃, ThO₂) [4].

Les caractéristiques physico-chimiques de quelques renforts discontinus sont représentées par le (Tableau. 1).

Caractéristiques des renforts discontinus utilisés dans les CMM					
Type	Nature chimique	Densité à 20 oC	Diamètre (µm)	Module d'Young (GPa)	Résistance à la rupture (GPa)
Particules	SiC	3,2	5 à 50	480	
	TiC	4,7	5 à 10	310 à 380	
	B ₄ C	2,5	5	390	
	Al ₂ O ₃	3,9	3 à 30	390	
Trichites	SiC	3,2	0,1 à 0,5	400 à 700	3 à 14
	K ₂ O _n (TiO ₂)	3,3	0,2 à 0,5	280	17
Fibres courtes	Al ₂ O ₃	3,3	3	300	2
	Al ₂ O ₃ + SiO ₂	2,7	3	158	2,5

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

II-3-2-2- Renforts continus :

II-3-2-2-a - Mèches multifilamentaires :

Ces renforts sont présentés sous forme de mèches de 300 à 10 000 filaments unitaires. Ces mèches sont parfois des céramiques et qui sont obtenues par filage d'un précurseur organométallique et par pyrolyse. Et d'autres fois des mèches métalliques ces dernières sont obtenues par cotréfilage. Les diamètres des filaments sont compris entre 5 et 20 μm . On retiendra quatre catégories de produits : les fibres contenant du SiC, les fibres d'alumine, les fibres de carbone et les fibres d'acier. Les fibres PCS-SiC et PTCS-SiC.

II-3-2-2-b - Monofilaments :

Le diamètre des renforts monofilaments est de 100 à 300 μm . Puisque c'est un matériau possédant une rigidité élevée, leur manipulation dans cette gamme de diamètres est délicate. Parmi ces renforts les fibres de bore et de SiC sont élaborées par dépôt chimique en phase vapeur (DCPV) sur un monofilament de tungstène ou de carbone (DCPV-SiC). Les fibres d'acier sont obtenues par tréfilage.

❖ Importance du procédé de fabrication du composite :

Selon le procédé de fabrication retenu et avec un même couple matrice/renfort, on peut obtenir des caractéristiques différentes du composite élaboré. Dès la conception il convient de valoriser les spécificités des composites par une approche fonctionnelle. La substitution d'une pièce métallique par une pièce composite est une démarche généralement à exclure ; les résultats espérés seront d'autant plus convaincants que l'on aura raisonné globalement par l'intégration de la fonction de la pièce dans la démarche de raisonnement.

II-4- Composite à Matrice Métallique aluminium :

Les propriétés physique et mécaniques des composites à matrice aluminium (CMAI) ont fait l'objet de nombreuses études.

II-4-1- Propriétés physiques des composites à matrice aluminium renforcés par des renforts discontinu :

Chapitre II : Matériaux composites à matrice métallique : composites aluminium-alumine

L'usage intensif de la matrice à alliage d'aluminium pour la fabrication des composites à matrice métallique est un résultat d'une combinaison unique des propriétés de ce matériau incluant la résistance à la corrosion, la faible densité et les excellentes propriétés mécaniques.

Ceci dit comme les alliages d'aluminium ont une résistance à la corrosion élevée due à la formation d'une couche d'oxyde ou d'hydroxyde d'aluminium à la surface, les composites à matrice métallique en aluminium peuvent avoir une résistance élevée à la corrosion.

Module d'élasticité et module spécifique de CMAI à renfort discontinu				
Matériau	Technologie de fabrication	Masse volumique (kg/m³)	Module d'Young (GPa)	Module spécifique (x1 000) (m² · s⁻²)
6061 + 15 % Al₂O₃p	Fonderie	2 800	87	31
6061 + 15 % SiCp	Métallurgie des poudres	2 800	97	34
6061 + 25 % SiCp	Métallurgie des poudres	2 800	114	41
2124 + 20 % SiCp	MdP	2 800	105	38
2124 + 20 % SiCt	MdP	2 800	128	46
2124 + 30 % SiCp	MdP	2 900	121	42
AS12UN + 20 % SiCt	MF	2 800	111	40
AS12UN + 20 % Al₂	MF	2 800	95	34
AS10U2G + 45 % SiCp	MF	2 900	145	50
AS7G0,6 + 20 % SiCp	F	2 800	85	30

Tableau II-2 : Propriétés Physiques des matériaux composites à matrice en aluminium renforcée par des renforts discontinus.

Coefficients de dilatation de CMAI à renfort discontinu		
Matériau	Technologie de fabrication	Coefficient de dilatation moyen entre 20 et 300 °C ($\times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$)
6061 + 15 % Al₂O₃p	F	21
6061 + 15 % SiCp	MdP	19
6061 + 30 % SiCp	MdP	14

Tableau II-3 : Coefficients de dilatation de CMAI à renfort discontinu.

Les propriétés physiques que nous pouvons présenter sous ce titre sont les masses volumiques ainsi que quelques propriétés élastiques et thermiques des composites à matrice en aluminium et à renfort discontinu. Le (**Tableau II-2et II-3**) rassemble les données sur la masse volumique et le module d'élasticité mesurés à température ambiante. Les résultats présentées sur le (**Tableau II-2**) montrent que les modules d'élasticité des composites à matrice en aluminium sont peu sensibles à l'alliage choisie pour constituer la matrice et au procédé d'élaboration de ce composite.

En outre, le module d'élasticité des composites à matrice métallique en aluminium à renfort discontinu est sensible à la fraction volumique de renfort discontinu, et suit la loi des mélanges qui nous permettent de calculer le module d'élasticité en fonction de la fraction volumique ou bien massique. Mais dans la pratique la quantité du renfort à ajoutée pour une matrice possède une limite qu'on ne peut pas dépasser, c'est pour cette raison qu'il y a une fraction limite ou bien critique de renfort.

II-4-2- Propriétés mécaniques :

Les propriétés mécaniques statiques de résistance des composites à matrice en aluminium à renfort discontinu sont plus grands que celles des matrices non renforcées, mais la malléabilité et la plasticité elle est plus grande chez les matériaux non renforcés (Tableau 4). Cet accroissement est dû à plusieurs paramètres :

- La diminution de taille du grain de la matrice en présence du renfort ;

- Les contraintes internes générées lors de l'élaboration ou bien durant le traitement thermique ; ceci est dû à la différence de coefficient de dilatation entre matrice et renfort ;
- Le transfert de charge de la matrice vers la fibre dans le cas des trichites ou des fibres courtes.

Les caractéristiques statiques (limite d'élasticité, résistance à la rupture et allongement à rupture) sont directement liées au choix de la matrice, de l'historique d'élaboration de la matrice et procédé de fabrication du composite [4, 5, 6, 7, 8, 9,10].

Les procédés de fabrication du composite contrôlent les propriétés de l'interface renfort/matrice. Donc la force de la liaison entre les renforts et la matrice conditionne ses propriétés mécaniques.

Sélection de propriétés mécaniques à 20 °C de CMAI à renfort discontinu				
Matériau	Technologie de fabrication	Rp 0,2 (MPa)	Rm (MPa)	A(%)
6061		275	310	20
6061 + 15 % SiCp	MdP	365	429	10,4
6061 + 25 % SiCp	MdP	387	482	5,6
2124		363	509	10
2124 + 25 % SiCp	MdP	420	524	1,2
2124 + 25 % SiCt	MdP	768	587	0,7

Tableau II-4 : propriétés mécaniques de quelques composites de CMAI à renfort discontinu à 20 °C.

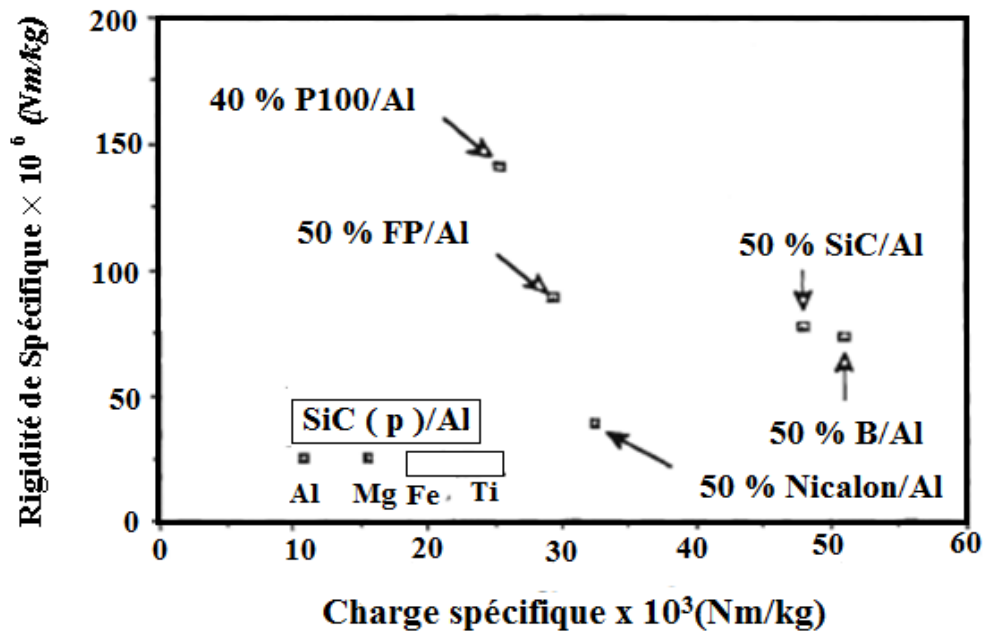


Figure II-2 : Comparaison des propriétés Matériaux composites à matrice Métalliques avec des alliages structuraux courants [14].

Chapitre III

***Corrosion des composites a Matrice Métallique :
Composite a Matrice d'Aluminium***

Introduction :

L'utilisation intensive de matrice à alliage d'aluminium, ou bien d'un autre métal ou alliage qui résiste à la corrosion pour la fabrication d'un composite à matrice métallique, a pour résultat une combinaison des propriétés mécanique de ce matériau incluant une résistance à la corrosion.

Par contre, dans la réalité par exemple, la matrice souvent ne couvre pas la totalité des renforts, il y a toujours des zones de renfort exposées à l'environnement corrosif, ces zones ont tendance à agir comme sites préférentiels de corrosion localisée. Ceci dit une corrosion galvanique due à la différence galvanique entre la matrice et le renfort peut s'installer, et une multitude de micropiles apparaissent.

Le premier travail publié sur la corrosion des matériaux composites à matrice métallique (CMM) est probablement celui de Porter et Wolff en 1967[1]. Les publications actuelles qui traitent les thèmes en relation avec la tenue à la corrosion des CMM portent, pour la plupart, sur les matériaux à matrice d'aluminium renforcée par du carbone ou du carbure de silicium, sous forme fibreuse ou particulaire. L'objectif commun à ces études est d'étudier la cinétique et la morphologie de corrosion de ces matériaux ainsi l'évolution des propriétés mécaniques de ces composites dans un milieu corrosif. Des techniques de mesures électrochimiques sont appliquées pour accéder aux cinétiques de corrosion et l'évolution de la morphologie de ces matériaux et prévoir ainsi la dégradation des matériaux au cours du temps de corrosion.

Les études faites sur la corrosion des matériaux composites à matrice métallique en aluminium montrent que ces derniers ont une faible résistance à la corrosion dans les milieux chlorurés, que ce soit en atmosphère marine, en brouillard salin ou en immersion dans de l'eau de mer ou la solution de NaCl[2].

III-1- La Corrosion :

Les matériaux métalliques (excepté les métaux nobles comme l'argent, l'or et le platine) sont très souvent oxydés par l'action conjuguée du dioxygène et l'hydrogène. La couche d'oxyde formée peut alors soit :

- protéger le métal : on parle alors de passivation. C'est le cas de l'aluminium ou du titane.

Chapitre III: Corrosion des composites à Matrice Métallique : Composite à Matrice d'Al

- provoquer une dégradation du métal : dans ce cas on parle de corrosion. De ce fait la corrosion désigne l'altération d'un matériau par réaction chimique avec un oxydant.

III-2-Les facteurs de la corrosion :

Les phénomènes de la corrosion dépendent d'un grand nombre de facteurs et ils peuvent être classés en quatre groupes principaux :

- Facteurs du milieu corrosif (concentration du réactif, teneur en oxygène, pH du milieu, température Pression).
- Facteurs métallurgiques (composition de l'alliage, procédés d'élaboration, Impuretés, traitement thermique, traitement mécanique).
- Facteurs définissant les conditions d'emploi (état de surface Forme des pièces Emploi d'inhibiteur, procédés d'assemblage).
- Facteurs dépendant du temps (vieillessement, tensions mécaniques, modification des revêtements protecteurs).

III-3- Les principaux types de corrosion dans les métaux :

III-3-1- La corrosion galvanique :

La corrosion galvanique se produit lorsque deux métaux de potentiels électrochimiques différents sont en contact électrique et électrolytique. Ce phénomène est observé dans les alliages dont la microstructure contient des phases intermétalliques de potentiel électrochimique différent de celui de la phase mère. Ce phénomène est alors plus souvent considéré une multitude de micro-piles galvanique. La corrosion galvanique provoque la dissolution de l'élément le moins noble des deux métaux en contact par une polarisation anodique de ce dernier.

Cette corrosion est considérée comme le premier responsable de la corrosion observés sur les matériaux composites à matrice métallique (tels que les composites à matrice en alliage d'aluminium) renforcée par des renforts en céramiques, comparé à l'alliage matriciel non renforcé. Une simple comparaison des potentiels de corrosion E_{Corr} des alliages d'aluminium renforcés et non renforcés confirme ce constat[3] car le potentiel de corrosion d'un alliage (357) est par exemple plus faible que celui du matériau composite (C/357), ceci est un indicateur de corrosion galvanique ($E_{\text{Corr}}(357) = -995 \text{ mVECS}$; $E_{\text{Corr}}(C/357) = -880 \text{ mVECS}$)[4].

III-3-2-La corrosion caverneuse (corrosion par crevasses) :

Elle est due à la formation d'une pile à aération différentielle entre un milieu confiné et la solution extérieure. Celle-ci se développe dans des interstices, des zones de recoin où le matériau est localement en contact avec un milieu corrosif confiné. La modification locale du milieu entraîne la création de piles de concentrations et de couplage galvanique entre l'extérieur et l'intérieur de la caverne. Les porosités micrométriques représentent des microcrevasses[5,6].

III-3-3- la corrosion filiforme :

La corrosion filiforme s'initie au niveau des défauts d'un revêtement puis se propage à l'interface métal/revêtement (peinture par exemple) en formant de fins filaments. Celle-ci peut être aussi observée pour les matériaux recouverts d'un film épais et peu adhérent, comme c'est le cas pour le magnésium par exemple. La propagation est due à une hétérogénéité du milieu entre la tête active et la queue inerte d'un filament[7]. La morphologie de la corrosion filiforme est représentée par (**Figure III-1**)

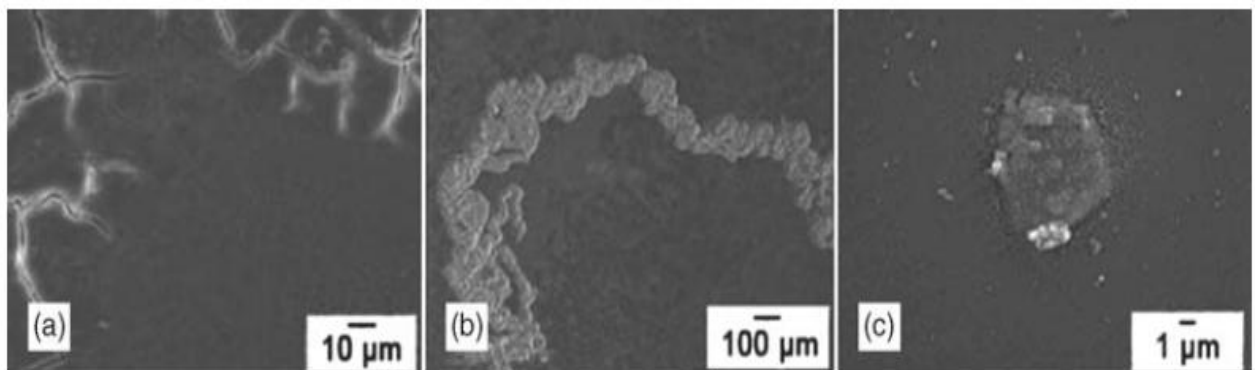


Figure III-1: Morphologie de la corrosion filiforme de l'alliage AXJ350 [6].

III-3-4-La corrosion intergranulaire :

La corrosion intergranulaire est une forme de corrosion structurale, celle-ci se propage dans le métal en consommant uniquement les joints de grains ou les zones proches des joints de grains. Elle peut être liée à la structure atomique et à la composition des joints de grains en l'absence de précipitation (corrosion intergranulaire hors précipitation) ou à la décoration des joints de grains par une précipitation (corrosion intergranulaire liée à la précipitation d'une seconde phase). Ce sont les hétérogénéités de microstructure qui en sont le moteur.

Chapitre III: Corrosion des composites a Matrice Métallique : Composite a Matrice d'Al

Les alliages de la série 2xxx sont plus particulièrement sensibles à ce dernier type de corrosion. Dans le cas des alliages d'aluminium de la série 2000 cette précipitation, se faisant à partir des atomes de cuivre de la solution solide, va induire une diminution de la concentration en cuivre de la zone adjacente aux joints de grains. Cette zone est dépourvue en cuivre et a donc un potentiel plus cathodique que les particules riches en cuivre des joints de grains mais aussi plus cathodique que la matrice d'aluminium elle-même. Un couplage galvanique peut donc avoir lieu, et aura donc comme conséquence la dissolution préférentielle et accélérée de cette zone adjacente aux joints de grains [8]. Les (Figure III-2 à III-4) représente morphologie de corrosion intergranulaire.

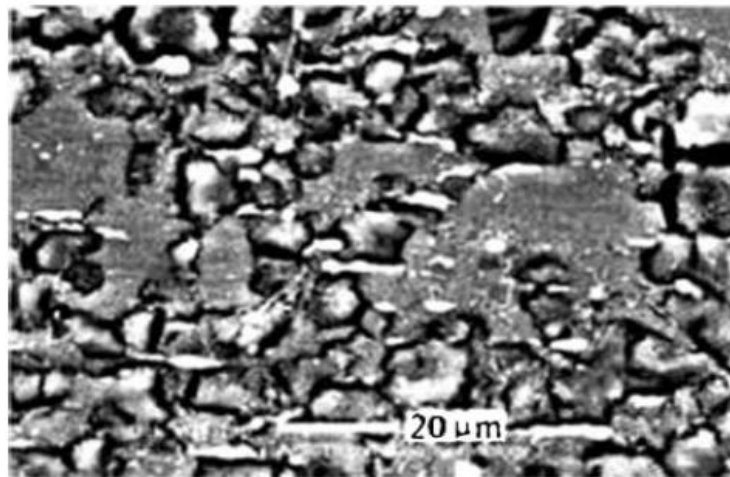


Figure III-2 : Morphologie de corrosion intergranulaire sur l'alliage AZ80-T5 [9].

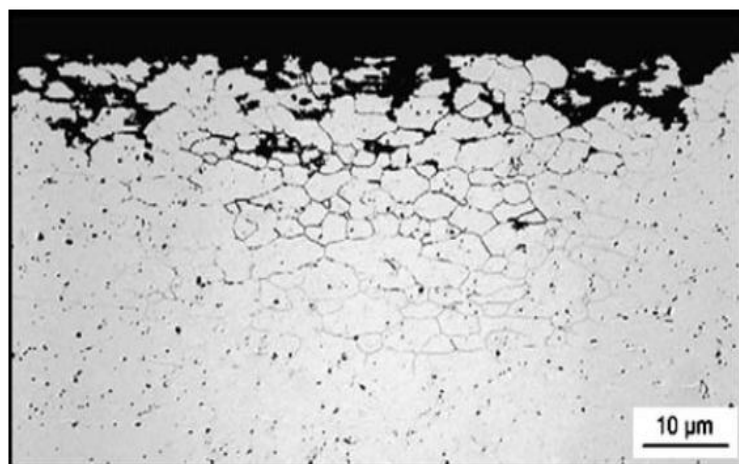


Figure III-3 : Corrosion intergranulaire et par piqure de l'alliage d'aluminium AA6013 [10].

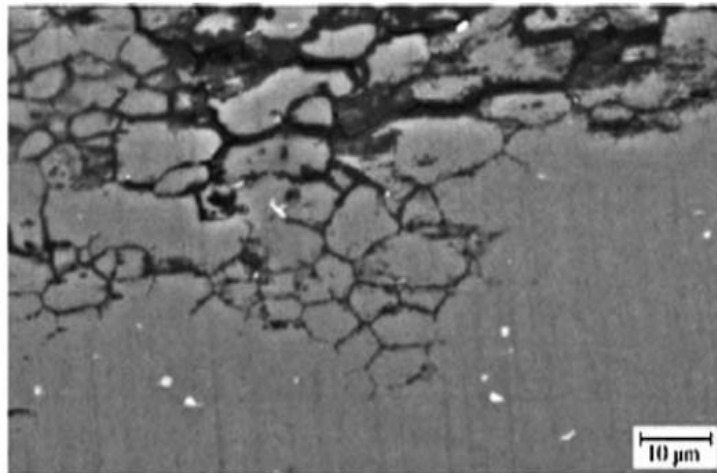


Figure III-4: Morphologie de corrosion intergranulaire de l'alliage 7108[11].

III-3-5-La corrosion transgranulaire :

La corrosion transgranulaire est aussi une forme de corrosion structurale, contrairement à la corrosion intergranulaire, cette dernière se propage dans le métal en traversant les grains.

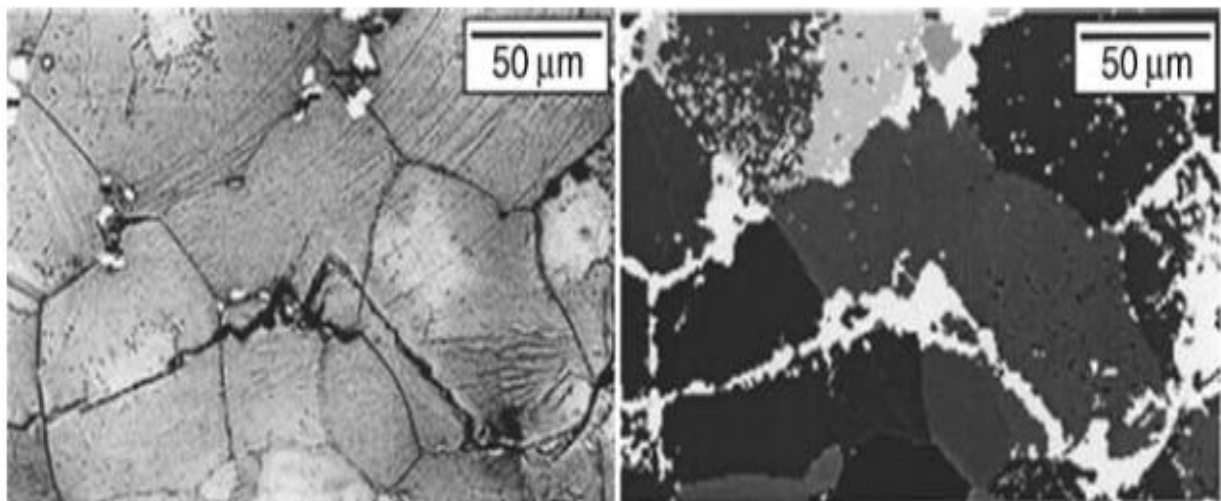


Figure III-5: Morphologie de corrosion transgranulaire[12].

III-3-6- La corrosion exfoliante :

La corrosion exfoliante est une forme particulière de corrosion intergranulaire se propageant principalement selon des plans parallèles à la direction longue des grains. La morphologie de la corrosion exfoliante est représentée dans la **Figure III-6**



Figure III-6 : Morphologie de corrosion exfoliante pour l'alliage d'aluminium AA7178[13].

III-3-7- La corrosion par piqûres :

Cette forme d'attaque se limite à des piqûres très localisées et pouvant progresser très rapidement en profondeur, alors que le reste de la surface reste indemne. C'est l'un des modes de corrosion les plus critiques car l'aspect de surface n'est pas représentatif de la profondeur de la piqûre et donc de l'endommagement réel de la structure. Ainsi, l'intégrité d'une structure peut être sévèrement affectée sans qu'une diminution sensible de poids ne soit remarquée. La sensibilité d'un alliage (ou métal) à la corrosion par piqûres peut être estimée à l'aide de différentes grandeurs notamment les potentiels de germination des piqûres (valeur critique du potentiel métal-solution à partir de laquelle les piqûres peuvent se développer) et le potentiel de repassivation (au-dessous duquel les piqûres ne peuvent pas se propager). La corrosion par piqûres dans certains cas est étroitement liée à la présence de particules intermétalliques grossières.

L'aluminium et ses alliages sont sensibles à la corrosion par piqûres dans les milieux dont le pH est proche de la neutralité (milieux naturels tels que l'eau de mer). Cette forme de corrosion se développe suivant une phase d'amorçage pendant laquelle les ions Cl^- sont adsorbés dans le film d'oxyde entraînant sa rupture aux points faibles. A l'endroit des ruptures du film, il y a oxydation rapide de l'aluminium et formation d'un complexe chloruré intermédiaire AlCl_4 .

Une partie des piqûres initiées va se propager grâce à deux réactions électrochimiques d'oxydation et de réduction. La formation d'ions OH^- ou la consommation d'ions H^+ va modifier le pH vers un pH alcalin. En fond de piqûre, la dissolution de l'aluminium sous forme d'ions Al^{3+} crée un champ électrique qui déplace des ions Cl^- vers le fond de la piqûre. Ces ions neutralisent chimiquement la solution et forment des chlorures d'aluminium. L'hydrolyse des chlorures d'aluminium AlCl_4^- provoque une acidification du fond de piqûre à $\text{pH} < 3$ causant l'auto-propagation de la piqûre. En diffusant vers l'ouverture de la piqûre, les ions Al^{3+} vont rencontrer un milieu de plus en plus alcalin et vont précipiter sous forme d'hydroxyde $\text{Al}(\text{OH})_3$. Les microbulles d'hydrogène produites par la réaction de réduction des ions H^+ poussent l'hydroxyde vers l'ouverture de la piqûre où il se dépose [14, 15, 16].

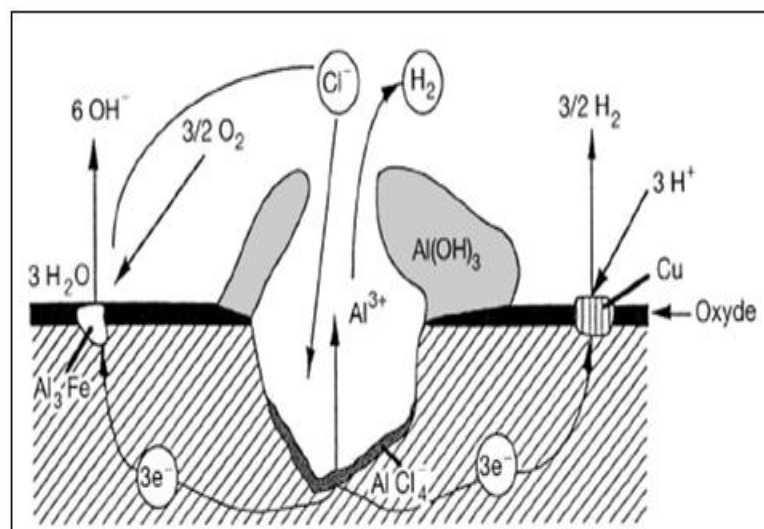


Figure III-7 : Mécanismes de corrosion par piqûres des alliages d'aluminium.

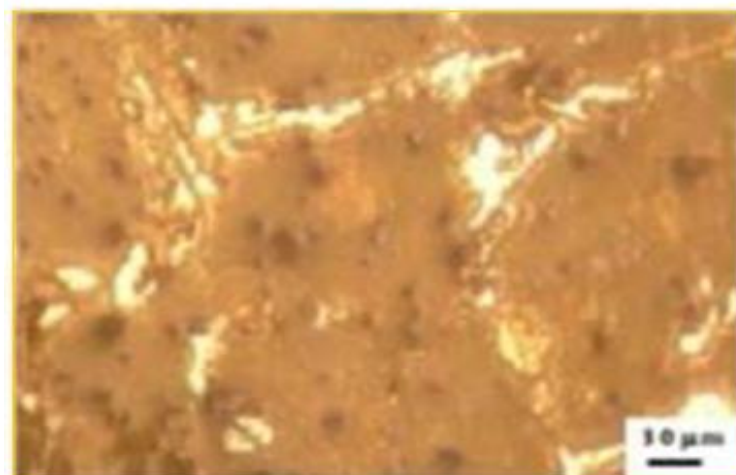


Figure III-8 : Morphologie de corrosion par piqûre [17].

III-3-8- La corrosion sous contrainte :

La corrosion sous contrainte, quant à elle, nécessite l'action combinée de contraintes mécaniques (internes ou externes) et d'un milieu agressif vis-à-vis du matériau considéré. Il est important de noter que la présence des contraintes ou du milieu agressif seul ne suffirait pas forcément à endommager le matériau. Les contraintes internes sont les contraintes résiduelles et les contraintes externes peuvent être d'origine mécanique ou d'origine thermique.

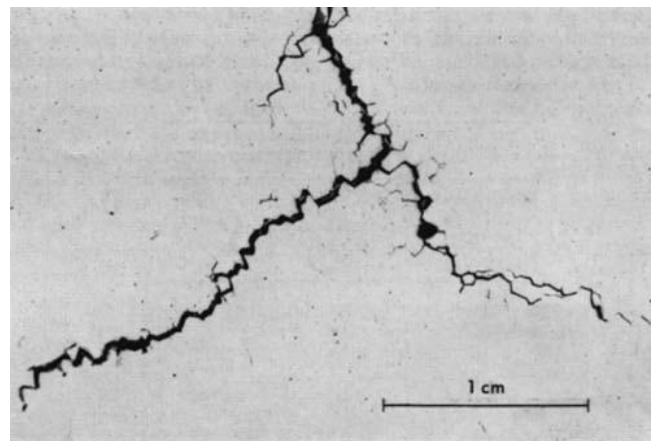


Figure III-9: Morphologie de la corrosion sous contrainte de l'alliage Al-Mg-Zn[18].

III-3-9- La corrosion généralisée :

Lorsque une corrosion se produit sur toute la surface du matériau de manière uniforme, on parle de corrosion généralisée, les alliages d'aluminium sont sensibles à la corrosion généralisée, du fait de la présence d'agents corrosifs (**Figure III-10**).

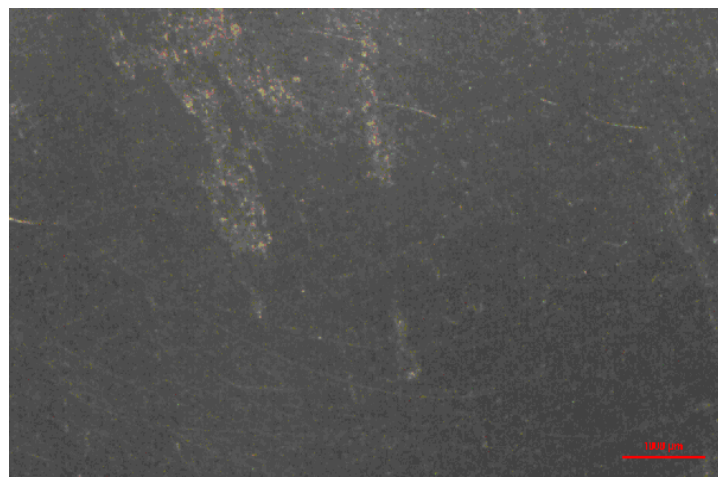


Figure III-10: Morphologie corrosion généralisée de l'alliage d'aluminium AA5083-H321.[19].

III-4- Influence du milieu corrosif sur la corrosion des composites à matrice métalliques:

L'influence du milieu sur la corrosion des matériaux composites à matrice métallique a été étudiée par de nombreux auteurs. Certains ont déterminé l'influence de l'aération et du pH de l'électrolyte sur la corrosion de ces matériaux.

La réduction du dioxygène (O_2) par rapport à celle des protons (H^+) a également été étudiée en mesurant le courant de corrosion de ces matériaux composites, respectivement par des tests potentiostatiques ou par des mesures de courant exacte par la technique ZRA. L'influence de la température du milieu de corrosion a été étudiée aussi, par le tracé de la courbe de polarisation et la mesure des pertes de masse, il a été démontré que la conductivité de l'électrolyte à un rôle mineur sur l'évolution de la corrosion des matériaux composites à matrice métallique.

D'autres auteurs ont suivies la corrosion des matériaux composites à matrice en aluminium dans l'eau de mer et le brouillard salin il apparaît que l'eau de mer est plus agressive que brouillard salin ou en atmosphère marine, ces matériaux ayant montré un délaminage important après respectivement 30 jours et 6 mois de corrosion[20, 21, 22, 23, 24,25].

Hydrodynamique est une caractéristique du milieu corrosif qui indique la migration des réactifs vers l'interface et des produits de réaction vers l'électrolyte elle modifiée les cinétiques des réactions électrochimiques.

III-5- La composition de l'alliage d'aluminium matriciel :

La composition de l'alliage d'aluminium matriciel est aussi abordée dans la littérature. Les alliages les plus étudiés proviennent des industries navale et aéronautique : alliages de série 5000, de série 6000 et de 2000, la plus part des auteurs qui ont travaillé sur les matrices d'alliages d'aluminium, le 357 et le 2124, renforcées par des fibres de carbone ont montrés l'existence d'une différence dans la profondeur maximale de piqûres dans les deux alliages non renforcés et les deux matériaux (**Tableau III-1**).

Matériau	357	C/357	2124	C/2124
Profondeur maximale de piqûres (μm)	45	300	35	50
Potentiel de corrosion (mV)	-995	-880	-1047	-958
Courant galvanique (μA)	-	465	-	320

Tableau III-1 : l'effet de l'élément d'adition sur la profondeur maximale de piqûre, le potentiel de corrosion, le courant galvanique de la matrice en aluminium et le composite à matrice en aluminium [4].

III-6- Les principaux facteurs qui amorcent la corrosion dans les matériaux composites à matrice métalliques :

L'introduction de renforts dans l'aluminium agit sur son comportement à la corrosion : ils engendrent de nouvelles interfaces dans le matériau (interface aluminium/renfort), sensible à la corrosion galvanique, et perturbent la microstructure de la matrice, notamment la répartition des éléments d'alliages, qui sont majoritairement responsables des diverses formes de corrosion observées sur ce métal.

Plusieurs paramètres dépendant des renforts peuvent intervenir dans l'évolution de la cinétique du processus de la corrosion : la fraction volumique des renforts introduit, la morphologie et texture de ces derniers, leur arrangement dans le matériau et l'interface renfort/aluminium et nombre de types de renforts.

III-6-1- Fissures :

La perte des propriétés mécaniques (rigidité) du matériau composite, due à la dégradation des interfaces renfort/matrice, s'accompagne d'une diminution de la résistance à la corrosion du matériau. En effet, par exemple, le carbure d'aluminium s'hydrolyse en milieu aqueux, créant des microcavités et des fissures aux interfaces [26,27] (Figure III-11).

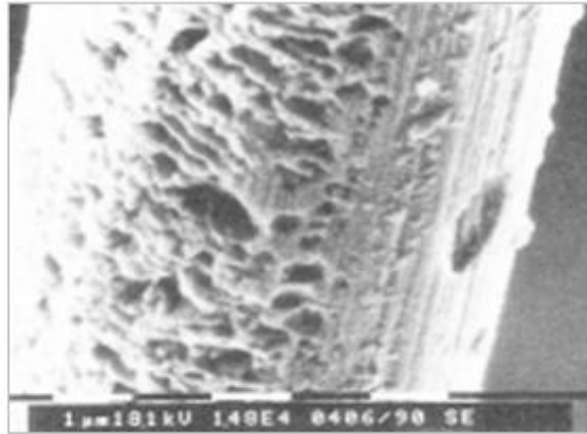


Figure III-11: Piqûres en surface d'une fibre de carbone, après hydrolyse des aiguilles d' Al_4C_3 [2].

La corrosion des composites à matrice métallique peut se développer au niveau des fissures qui apparaissent à l'interface renfort/matrice, celles-ci permettront aux agents corrosifs (gaz, liquide, ...) de pénétrer au sein du matériau, d'où le stockage de la solution corrosive dans les vides des fissures, ces vides sont appelés microcrevasses. Le stockage des solutions corrosives au niveau ces microcrevasses induit une aération différentielle à la surface du composite.

III-6-2-Apparence du renfort à la surface :

L'aluminium est un métal extrêmement réactif qui se passive par formation d'un oxyde ou hydroxydes d'aluminium Al_2O_3 à sa surface. Cette couche protectrice, généralement imperméable et adhérente, l'isole de l'environnement et le protège contre agressions extérieures. La présence de particules intermétalliques et l'introduction de renforts dans les alliages rompent localement la continuité de ce film passif[28], ainsi le matériau devient susceptible à la corrosion.

Donc les renforts qui apparaissent à la surface du composite à matrice métallique, représentent des hétérogénéités de la surface et une rupture de la couche d'oxyde d'aluminium, et favorisent une corrosion galvanique et localisée autour des renforts exposés aux milieux corrosifs, et une dissolution active de l'aluminium se produit alors dans la matrice y est en contact direct avec l'électrolyte autour des renforts[24].

Lorsque il ya des zones où le renfort apparaît le matériau composite peut être endommagé nous donnant comme exemple un composite à matrice métallique renforcé par des fibres anodisées, après anodisation les fibres de renforts ont été endommagées (**Figure III-12**).

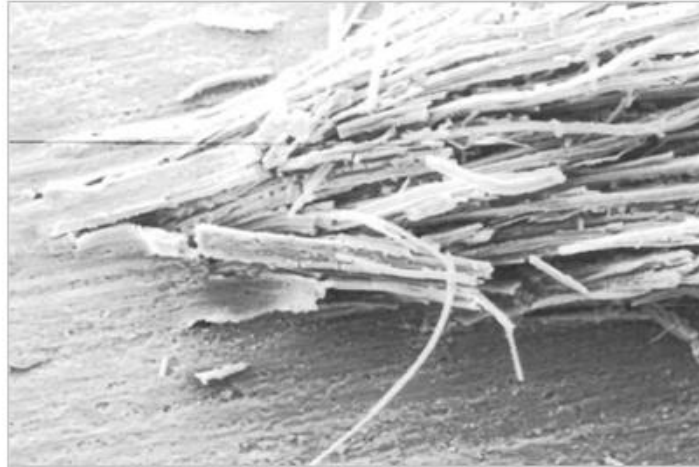


Figure III-12: Micrographie d'endommagement de la surface dû à l'anodisation[29].

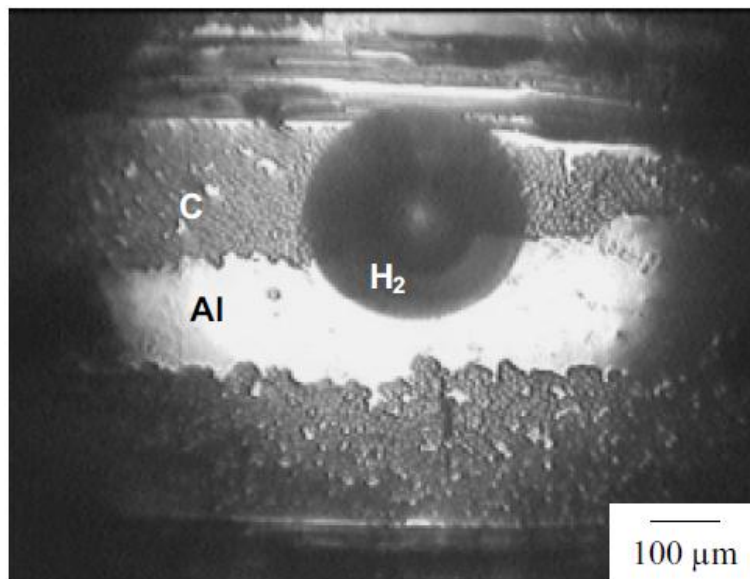


Figure III-13: Dégagement d'hydrogène lors de la corrosion galvanique d'un composite en aluminium renforcé par les fibres de carbone, c'est le cas d'apparence des renforts (Image acquise par vidéomicroscopie in situ) [24].

III-6-3- Rugosité de la surface :

Il a été rapporté par C. Larignon[30] que les échantillons polis mécaniquement à l'aide de papiers au carbure de silicium avec une granulométrie décroissante suivi d'une finition avec du papier grade 4000, permettant d'obtenir un état de surface dont la rugosité est de l'ordre de 5 μm. Mais une surface polie à la pâte diamantée jusqu'à ¼ μm permet de mesurer la nanodureté qui est très sensible à la rugosité de surface. Des filiations d'indents, de profondeur maximale imposée de 0,5 μm, de ce fait ce type de polissage permet d'obtenir une rugosité intéressante.

Chapitre III: Corrosion des composites à Matrice Métallique : Composite à Matrice d'Al

Donc la rugosité des surfaces des matériaux composites à matrice métallique renforcés, par renfort discontinu, continu, métallique ou céramique est inévitable. Celle-ci un lieu de stockage de fluide corrosifs. Induisant par la suite une aération différentielle.

Le renfort doit avoir un état de surface de rugosité minimale, pour assurer un bon contact avec l'aluminium liquide, sans porosité résiduelle à l'interface. Et si il ya une rugosité le matériau, celui-ci sera plus sensible à la corrosion.

III-6-4-Les éléments contaminants de la surface :

Les éléments contaminants présents à la surface des composites à matrice métallique sont le résultat de l'élaboration des composites dans des milieux contaminés, ces derniers quand ils prennent une position sur la surface ils provoquent une aération différentielle induisant une différence galvanique entre deux zones sur la surface, ainsi une corrosion localisée peut s'installer.

Les gaz et l'humidité entraîné à l'intérieur du mélange représentés principalement de l'air, lors de la compression du mélange ou bien lors de la solidification de la matrice métallique font parties du mélange et représentent des contaminants inévitables lors de l'élaboration d'un composite à matrice métalliques en présence de l'air humide. Ces gaz et cette humidité occupent des sites favorables pour l'amorçement des fissures. Et lorsque la surface se dégrade le volume occupé par ces gaz et l'humidité qui sont proche de la surface deviennent apparents ainsi de nouvelles microcrevasses apparaissent.

III-6-5-les particules intermétalliques de la matrice dans le cas d'un alliage :

Dans le cas d'une matrice constituée par un alliage, celle-ci peut contenir des particules intermétalliques anodiques ou cathodiques, celles-ci peuvent être l'origine d'une corrosion galvanique localisée. Ceci dit la tenue à la corrosion des alliages d'aluminium est classifiée en fonction des éléments additionnés au métal. Ces mêmes éléments sont susceptibles d'influer sur le comportement en milieu corrosif (comme par exemple un chloruré) des matériaux composites à matrice métallique en aluminium.

La formation de particules intermétalliques ou des ségrégations de secondes phases dans l'alliage matriciel ou autour des renforts sont responsables, soit d'une dégradation accélérée de l'aluminium, soit, au contraire, d'un ralentissement de la cinétique de corrosion du matériau.

Chapitre III: Corrosion des composites a Matrice Métallique : Composite a Matrice d'Al

Selon la noblesse des éléments constituant les particules intermétalliques et les ségrégations de secondes phases.

Stoichiometry	Phase	Corrosion potential (mV _{SCZ})			Note
		0.01 M	0.1 M	0.6 M	
Al ₃ Fe	β	-493	-539	-566	
Al ₂ Cu	θ	-592	-665	-695	
Al ₃ Zr	β	-752	-776	-801	
Al ₆ Mn	-	-839	-779	-913	
Al ₃ Ti	β	-620	-603	-799	
Al ₃₂ Zn ₄₉	T'	-1009	-1004	-1063	
Mg ₂ Al ₃	β	-1124	-1013	-1162	
MgZn ₂	M, η	-1001	-1029	-1095	
Mg ₂ Si	β	-1355	-1538	-1536	
Al ₇ Cu ₂ Fe	-	-549	-551	-654	
Mg(AlCu)	-	-898	-943	-936	
Al ₂ CuMg	S	-956	-883	-1061	
Al ₂₀ Cu ₂ Mn ₃	-	-550	-565	-617	
Al ₁₂ Mn ₃ Si	-	-890	-810	-858	
Al (99.9999)	-	-679	-823	-849	A
Cu (99.9)	-	-177	-232	-220	A
Si (99.9995)	α	-450	-441	-452	A
Mg (99.9)	-	-1601	-1586	-1688	A
Mn (99.9)	-	-1315	-1323	-1318	A
Cr (99.0)	-	-495	-506	-571	A
Zn (99.99)	-	-985	-1000	-1028	A
Al-2%Cu	α	-813	-672	-744	B
Al-4%Cu	α	-750	-602	-642	B
7X75 Matrix	-	-699	-799	-812	M
AA 7075-T651	-	-816	-965	-1180	X

Tableau III-2 : valeur du potentiel des particules intermétalliques en fonction de la concentration de NaCl D'après N. Birbilis et al [31].

III-7-Protection contre la corrosion :

Pour protéger un métal contre la corrosion. Il est donc nécessaire de trouver le moyen de protection adéquat. Les méthodes de protection sont nombreuses mais on peut les résumées en ce qui suit:

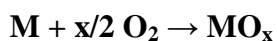
- protection par dépôt d'une couche métallique ou non métallique imperméable, anodique ou cathodique, inerte adhérente.

Chapitre III: Corrosion des composites à Matrice Métallique : Composite à Matrice d'Al

- Par le développement d'une couche d'oxyde imperméable et adhérent à la surface,
- Utilisation d'un alliage contenant un élément (M) permettant la formation d'un oxyde MO_x .

La première méthode consiste à empêcher le contact entre le dioxygène (oxydant très puissant) et le substrat. L'oxydation n'aura pas lieu, le métal est alors protégé. Cette technique peu coûteuse ne permet pas une protection totale car dès que le métal est rayé, l'oxydation a lieu et peut provoquer des piqures dans le métal. Une protection cathodique est aussi un exemple réel de cette protection.

- Pour la seconde méthode on peut donner l'exemple de l'anodisation de l'aluminium.
- La dernière méthode consiste à ajouter M pour le métal à protéger. Le métal à protéger constituant majoritaire de l'alliage, s'oxyde facilement ; le produit de corrosion, s'effrite ou se dissout dans l'eau, ce qui crée une dégradation de la pièce. Une des manières d'éviter la corrosion consiste à mettre une quantité importante de M dans le métal à protéger (plus de 10,5 % en masse) : l'élément additionné au métal à protéger réagit avec le dioxygène de l'air et forme une couche d'oxyde de M :



III-1

Cette couche, compacte, adhérente et donc protectrice, est appelée, couche passive, elle forme une barrière séparant l'alliage du milieu corrosif. La protection des alliages d'aluminium contre la corrosion marine est un thème étudié à ce jour. Les ouvrages dédiés à ce sujet sont nombreux parmi ces ouvrages on trouve celui de Vargel [15]. Les techniques utilisées pour protéger l'aluminium ont été essayées sur les matériaux composites à matrice en aluminium, parmi ces techniques :

- L'ajout d'éléments d'alliages à la matrice en aluminium tels que, tungstène, molybdène, dans un but d'améliorer la tenue à la corrosion des matériaux composites ;
- La protection cathodique ;
- Les tests de passivation chimique ;
- L'anodisation ;
- Des revêtements de différentes natures ont également été déposés, soit en surface des matériaux métallique soit directement sur les fibres (métallique ou céramique).

Chapitre IV

Technique et Procédures Expérimentale

Introduction :

Ce chapitre présente les techniques et les procédures expérimentales utilisées dans ce travail. Il décrit la préparation des échantillons ainsi que les techniques de caractérisations utilisées en précisant les conditions expérimentales de ce travail.

Pour répondre à deux grandes interrogations qui sont posées à l'issue de ce chapitre. La première est liée à la caractérisation du système de corrosion dans le but de rassembler des indices sur le mécanisme. Elle implique les techniques d'observation, qui renseignent sur la morphologie des différentes parties du système de corrosion avant et après immersion, des techniques potentiostatiques et potentiodynamiques qui nous renseignent sur cinétiques de corrosion une technique mécanique, qui donnent une première idée sur les propriétés mécaniques de la surface et une technique structurale qui nous renseigne sur la structure et la composition en phase du matériau.

Les techniques utilisées sont la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage, la microdureté Vickers, méthodes électrochimiques stationnaires (suivi du potentiel de corrosion en fonction du temps et le tracé potentiodynamiques, couplage galvanique), et la diffraction des rayons X.

Le comportement à la corrosion du composite à matrice en aluminium a été étudié dans une solution de 0.3% de NaCl.

VI-1-Préparation des échantillons :

Les échantillons étudiés sont élaborés à partir d'un mélange de poudres d'aluminium de pureté égale à 99 % et de poudres d'alumine (Al_2O_3) de pureté égale à 99.5% ayant subi une compression dans un moule métallique. Les échantillons obtenus représentent un matériau composite à matrice en aluminium renforcé par des particules en alumine (**Figure VI-1**).

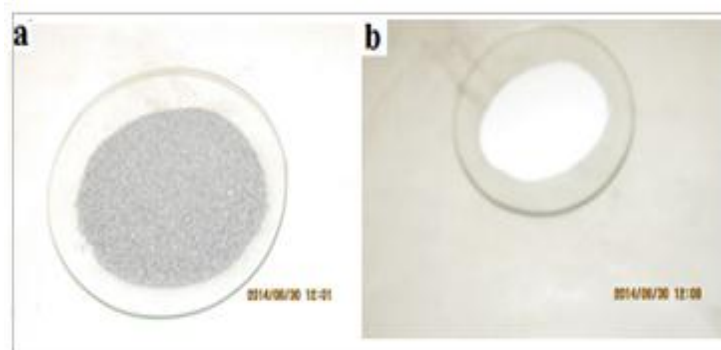


Figure VI.1 : a) poudre d'aluminium, b) poudre d'alumine.

La composition chimique de la poudre d'aluminium est donnée par le (Tableau.1)

Poudre	Aluminium
Pureté (% massique)	99 %
Impuretés (% massique)	Fe = 0,5 Si = 0,2
Masse molaire (g/mol)	26,98

Tableau VI.1 Composition chimique de l'aluminium en poudre.

Les pesés ont été effectués grâce à une balance électronique de type Sartorius de précision 10^{-5} mg (**Figure VI.2**).



Figure VI.2 : Balance de pesée.

Le mélange des poudres a été effectué par agitation manuel du récipient contenant les poudres pendant 20 minutes, Par la suite La mise en forme des échantillons est réalisée par compression uniaxiale à froid. Les échantillons Al-X m% Al_2O_3 avec ($X= 0, 2, 3, 7, 10\%$) ont été préparés dans un moule métallique en acier, constituée d'un corps cylindrique dans lequel coulissent deux pistons (**Figure VI.3**).



Figure VI.3 : Moule métallique conçu pour l'élaboration du composite.

Le mélange dans deux moules de dimension différente a été comprimé à l'aide de la machine de traction sur la (Figure.4 a-b). Le premier moule permet l'obtention des échantillons (pastilles) de 3cm de diamètre et 2cm d'épaisseur, tandis que le second moule permet l'obtention des échantillons (pastilles) de 1.3cm de diamètre et 7mm d'épaisseur.

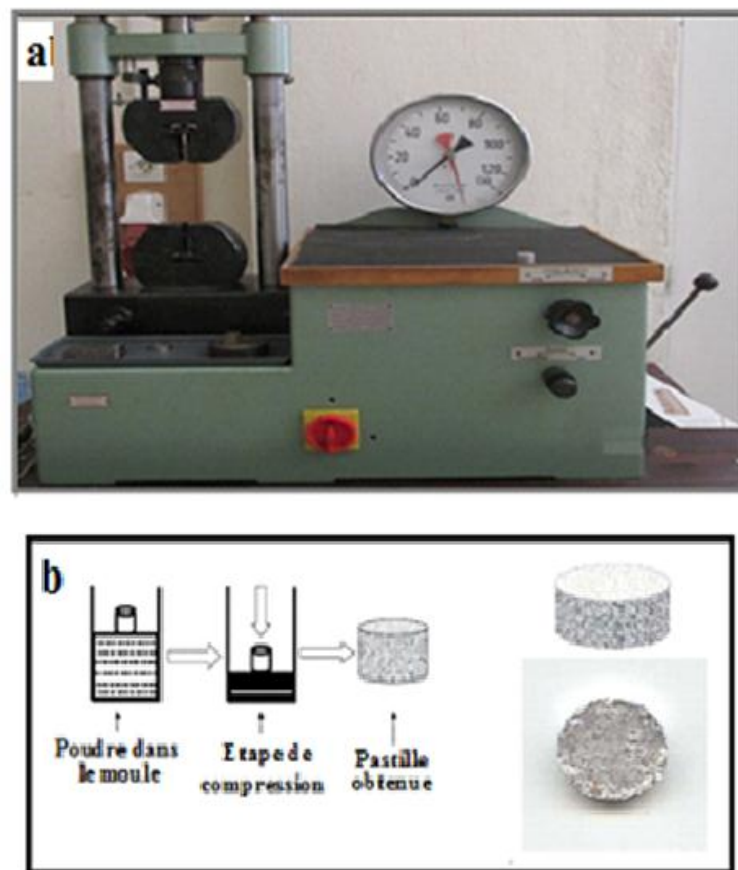


Figure VI.4 : Machine de traction utilisée pour la compression du mélange de poudres.

Les composites obtenus ont une composition en matrice/ renforts représentée par le (Tableau VI-2).

Échantillons Al -Al ₂ O ₃	Quantité en poids d'Al (g)	% d'Al	Quantité en poids d'Al ₂ O ₃ (g)	% d'Al ₂ O ₃
1	30	100	0	0
2	29,5	98	0,5	2
3	29	96	1	3
4	29	96	1	3
5	28	93	2	7
6	27	90	3	10

Tableau VI.2 : Composition en matrice d'aluminium et le renfort en alumine (Al₂O₃) des échantillons.

VI-2-Examen au microscope optique :

La microscopie optique a été utilisée dans ce travail comme première technique d'observation des différents échantillons avant et après essais de corrosion et des différentes poudres utilisées pour l'élaboration des échantillons, en particulier pour caractériser les différentes corrosions observées telles que les piqûres. Dans ce cas, les échantillons sont polis jusqu'à l'obtention d'une surface dite « polie miroir » avant les essais de corrosion. Ils sont d'abord polis mécaniquement à l'aide de papiers abrasifs de grades décroissants (taille de grains de décroissante). Ensuite, un polissage à l'alumine en suspension sur draps durs permet d'obtenir les surfaces polies miroir.

Pour ce genre d'examen, on a utilisé un microscope optique de type HUND WETZLART 100 équipé d'une caméra vidéo de type EYES CORA et piloté par ordinateur permettant

l'acquisition et la visualisation des micrographies. Il est possible de visualiser tous types de surfaces avec un grossissement pouvant aller jusqu'à $\times 400$ fois (**Figure VI.5**).

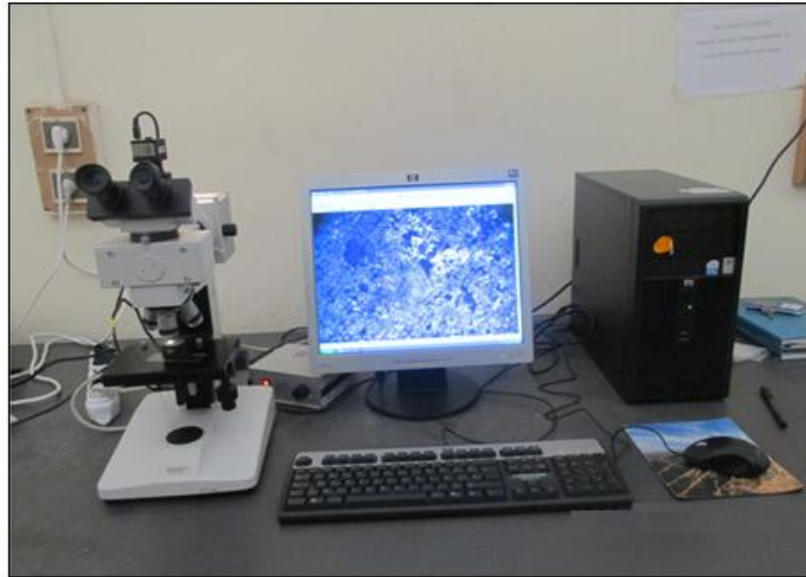


Figure VI.5: dispositif d'observation au microscope optique.

L'observation microscopique nous permet de voir la taille et la forme des poudres d'aluminium et des poudres d'alumine. L'observation au microscope optique des surfaces du matériau étudié, avant et après immersion, nous offre la possibilité de voir l'évolution des constituants de la microstructure (la répartition des différentes phases, la taille et la forme de la phase mère et de la phase secondaire) avant et après la corrosion. La présence de porosités et son taux.

VI-3-Microscopie électronique à balayage (MEB) :

La microscopie électronique à balayage est une technique qui utilise un faisceau électronique, au lieu du rayonnement lumineux utilisé dans le cas du microscope optique. Cette technique permet l'obtention des images à un grossissement beaucoup plus important que le microscope optique et possède une meilleure résolution. La visualisation de la microstructure s'explique par la puissance incidente du faisceau électronique sur la surface de l'échantillon lorsque l'angle d'incidence des électrons diminue et que le nombre d'électrons réfléchis augmente sur les reliefs en arêtes et en pointes. Les images sont formées point par point du fait du balayage de la surface par le faisceau d'électrons.

Les observations au microscope électronique à balayage ont été effectuées à l'aide d'un microscope Philips de type ESEM XL30 (**Figure VI.6**). Celui-ci possède deux types de détecteur

pour l'imagerie. Le premier détecte les électrons secondaires permet d'observer la topographie de surface, et l'autre à électrons rétrodiffusés permet d'obtenir une image en contact chimique. Les micrographies des surfaces des alliages permettent d'apporter des informations supplémentaires concernant sa microstructure, la localisation et la nature des attaques de corrosion. Par ailleurs, l'ESEM XL30 utilisé est doté d'un système d'analyse chimique élémentaire par spectrométrie en dispersion d'énergie (EDS). Cette technique, basée sur l'analyse des photons X émis par un échantillon bombardé par le faisceau d'électrons incident, permet de caractériser de manière qualitative la composition chimique des différentes phases présentes dans le matériau étudié.

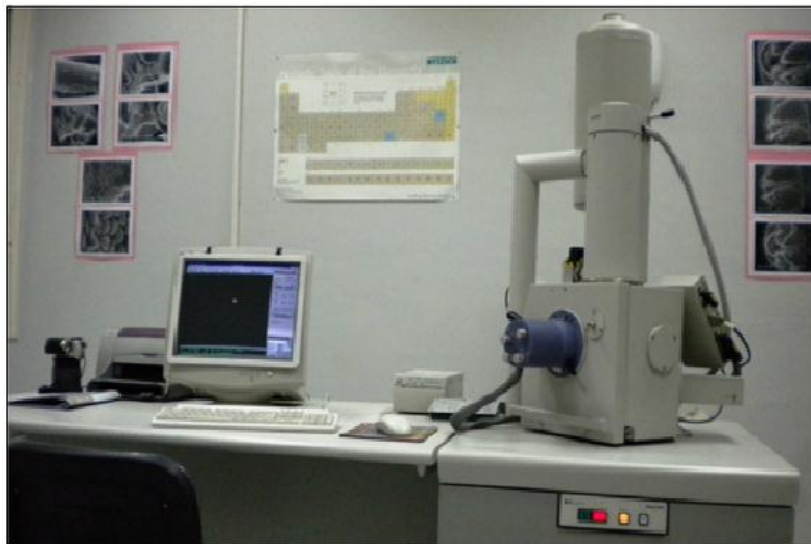


Figure VI.6 : Microscope électronique à balayage du type Philips ESEM XL30.

Le MEB nous permet de mieux observer la taille et la forme des poudres d'aluminium et des poudres d'alumine, d'observer la surface du matériau étudié, avant et après immersion, nous permet aussi d'observer l'évolution des constituants de la microstructure, visualisation des porosités présentes. Et d'étudier la nature et la topographie des surfaces du matériau avant et après corrosion. La grande profondeur du champ et la grande résolution permet d'observer les détails de surface relatifs aux cavités de corrosion. Les images (MEB) nous permet aussi d'observer les interfaces renfort matrice.

VI-4- Microdureté Vickers (Dureté sous charge réduite) :

L'essai de dureté sous charge réduite ou l'essai de microdureté Vickers utilise un pénétrateur en diamant de forme pyramidale. Ce test consiste à utiliser des indenteurs de taille submillimétrique. Les empreintes ne couvrent alors qu'un à quelques grains, et les résultats

présentent une dispersion significative, ce qui nécessite de multiplier les mesures. Dans ce cas, les mesures de dureté peuvent être décrites par une loi de probabilité Gaussienne. Dans les tests de dureté à charges réduites on peut distinguer deux domaines. Ces domaines correspondent à des techniques expérimentales entièrement différentes. : Le premiers domaine concerne la pénétration des plus petites microempreintes qui est de l'ordre de 0,5 μm , c'est-à-dire de l'ordre de grandeur des rugosités d'une pièce ayant subi une rectification, le deuxième domaine concerne des charges réduites provoquent des empreintes allant de 7 à 40 μm . Les mesures de microdureté normalisées, doivent être menés en précisant les conditions des essais tels que : charge appliquée, vitesse de mise en charge, préparation de l'échantillon (mode de polissage), structure micrographique ; elles nécessitent des précautions multiples, comme l'élimination des vibrations au cours des mesures, et des qualités particulières pour les appareils (forme du diamant, caractéristiques optiques, précision mécanique). En respectant ces conditions, le test de dureté à charges réduites (microdureté) permet l'obtention des résultats intéressants dans les cas suivants :

- Cas des petits échantillons (aiguilles, fils, rubans minces) ;
- Cas des couches superficielles (couches cémentées, nitrurées, dépôts électrolytiques, couche d'anodisation) ;
- Cas des matières dures et fragiles (carbures, verres, émaux) susceptibles de se fissurer, sauf sous très faible charge ;
- Cas de mesure de la dureté des divers constituants des alliages ; on peut apprécier la variation de dureté dans les grains d'une solution solide non homogène, en fonction de la diffusion des éléments, ou de celle des différentes phases précipitées.

Les essais de Microdureté Vickers consistent à étudier les longueurs des diagonales de l'empreinte laissée à la surface de l'échantillon après application d'une charge constante d'un pénétrateur en forme de pyramide droite à base carrée en diamant .Le temps de mise en charge est de 15 secondes, tout comme le temps de maintien de la charge. L'empreinte est d'autant plus grande que le matériau est mou. La dureté Vickers est donnée par la formule (VI-1) :

$$\text{HV} = 0,102[2F \cdot \sin(136^\circ/2)] / d^2 = 0,189 \cdot (F/d^2) \quad \text{VI-1}$$

Nous avons utilisé un microduromètre de marque ZWICKROELZHV1M model tester représenté par la (**Figure VI.7**) nous avons effectué 5 mesures par échantillon, ce microduromètre est menu d'un sélectionneur de charge, nous avons utilisé durant tous les tests une charge de 25 g.



Figure VI.7 : Microduromètre utilisé.

VI-5-Mesures électrochimiques :

VI-5-1-Potentiel de corrosion :

La potentiométrie est une méthode qui consiste à suivre l'évolution du potentiel à l'abandon ou potentiel de corrosion (E_{corr}) en fonction du temps. C'est la tension du matériau mesurée par rapport à une électrode de référence lorsque aucun courant ne s'écoule de ou vers cet échantillon. L'unité de mesure est le V/m au potentiel d'une électrode de référence. Pour évaluer l'intérêt du potentiel de corrosion d'une électrode il est nécessaire de le différentier du potentiel standard d'électrode. Le Potentiel standard d'électrode d'un couple redox Mn^+/M est un paramètre thermodynamique, lié à l'enthalpie de la réaction et correspondant au transfert des n électrons. Ce potentiel représente un équilibre entre le métal et la solution et n'est pas représentatif de la corrosion réelle du matériau, mais il indique le sens de la réaction dans conditions standard. Par contre, dans un milieu aqueux, une électrode peut être le siège de

plusieurs réactions électrochimiques. Dans ce cas, le potentiel métal/solution prend une valeur comprise entre les potentiels d'équilibre des diverses réactions : c'est le potentiel de corrosion E_{CORR} ou potentiel mixte. Il varie selon le milieu dans lequel est immergé le matériau et est directement relié à sa vitesse de corrosion.

Pour mesurer le potentiel d'une électrode, il est nécessaire d'introduire dans la solution électrolytique un second conducteur électronique qui va constituer une deuxième électrode ; c'est la différence des potentiels internes des deux conducteurs électroniques qui représente le potentiel de l'électrode. A condition de choisir comme sonde toujours la même électrode appelée électrode de référence, il est possible, à une température donnée, de comparer le potentiel de différentes électrodes dites de travail ou de suivre le potentiel d'un système.

Il existe plusieurs électrodes de référence. En pratique, trois d'entre elles sont utilisées, la plus stable étant celle au calomel. Celles-ci ont un potentiel défini par rapport à l'électrode à hydrogène normal (EHN) à 20°C (**Tableau VI.3**), dans notre travail et ce test nous avons utilisée une électrode de référence en Ag/AgCl et deux électrodes de travail en graphite.

Électrode de référence	Potentiel à hydrogène
Cuivre-sulfate de cuivre saturé Cu/ Cu SO ₄ (ESC)	+ 0,318 VEHN
Calomel saturé Hg ₂ Cl ₂ (ECS)	+ 0,241 VEHN
Argent-chlorure d'argent saturé Ag/ Ag Cl (ESS)	+ 0,199 VEHN

Tableau VI.3: Potentiel d'électrode de référence par rapport au potentiel à hydrogène.

Dès qu'un matériau est immergé dans une solution, sa surface est instantanément portée à un certain potentiel électrochimique du fait de l'apparition d'une double couche électrochimique en surface. La différence mesurée entre le potentiel du matériau et celui de l'électrolyte est appelée **potentiel de l'électrode**. Cette technique (potentiométrie) permet de caractériser les évolutions du matériau avec le temps. Des phénomènes de passivation ou d'activité peuvent ainsi être observés. Cette technique permet aussi de déterminer l'état stationnaire (moment où le potentiel du matériau n'évolue plus avec le temps) ; cet état est nécessaire à l'application de certaines méthodes électrochimiques comme la spectroscopie d'impédance.

VI-5-1-1-L'irréversibilité et la réversibilité de la corrosion au potentiel de corrosion libre :

La raison fondamentale de l'irréversibilité de la corrosion est que les deux réactions électrochimiques anodique et cathodique n'ont aucune parenté chimique. Au potentiel de corrosion libre, il n'y a donc bien par définition aucune circulation de courant net, ni aucune évolution de l'état électrique de l'interface (exprimé par la valeur du potentiel métal-solution). En corrosion libre, il y a donc équilibre électrique, mais en aucun cas équilibre chimique, d'où une dissolution ou bien une oxydation du métal et une réduction du moteur de la corrosion. De ce fait, deux réactions permanentes se déroulent en effet simultanément à l'interface, une oxydation et une réduction, et toutes deux peuvent continuer indéfiniment à leur vitesse commune non nulle jusqu'à la consommation totale du réducteur.

En électrochimie en revanche, il peut aussi arriver que les deux réactions électrochimiques anodique et cathodique aient une parenté chimique, notamment en étant des réactions inverses l'une de l'autre par exemple, dans ce cas, le point de fonctionnement à courant nul représente non seulement un équilibre électrique, mais également un équilibre chimique, car lorsque il y a une dissolution d'un atome du réducteur il y a dépôt d'un atome de l'oxydant, et puisque le réducteur et l'oxydant représente le couple d'oxydoréduction du même élément l'équilibre chimique s'installe. Les deux réactions inverses débitant à la même vitesse, il n'y a en effet plus aucune évolution chimique du système. Le potentiel de ce système d'oxydoréduction en équilibre s'appelle alors le potentiel redox.

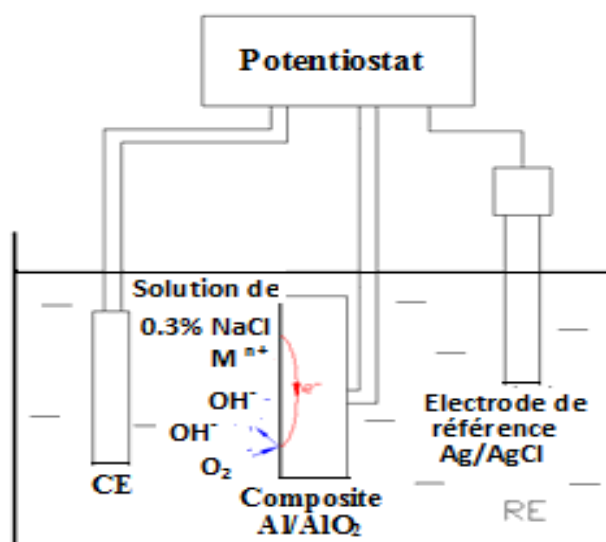


Figure VI-8 : Cellule à trois électrodes.

VI-5-2-Couplage galvanique :

Des essais de couplage galvanique ont aussi été réalisés dans des conditions expérimentales analogues essais électrochimiques précédents. Dans ce cas là, on utilise un « **pseudo** » montage à 2 électrodes constituées par le matériau compacté avec 0% d'alumine et les autres composites. Le but est de voir l'effet de l'alumine afin de mieux comprendre les phénomènes de corrosion liés à la microstructure du composite. Dans notre étude nous avons utilisé l'échantillon constituant l'électrode sans renfort comme électrode fixe.

VI-5-3-Voltampérométrie :

Il s'agit ici d'appliquer une rampe de potentiel au matériau et de mesurer le courant pour chaque potentiel. Cette technique est plus couramment appelée courbe de polarisation. Il est communément admis de tracer le logarithme du courant en fonction du potentiel. Le test effectuer consiste à polariser l'échantillon depuis le potentiel cathodique vers les potentiels anodique à l'instant **t=1h** de l'immersion.

Cette technique permet de déterminer de nombreux paramètres cinétiques et thermodynamiques comme le courant de corrosion, la résistance à la polarisation et les éventuels potentiels de rupture du matériau. Dans notre étude nous avons utilisé une électrode de référence en Ag/AgCl et une contre électrode en platine, nous avons une vitesse de balayage du potentiel égale à **10mV/s**.

VI-5-3- Résistance de polarisation :

Le principe de mesure de résistance de polarisation, R_p , consiste à caractériser à l'aide de courbe intensité/ potentiel pour de faible surtensions anodique et cathodique une résistance appelé résistance de polarisation qui est, en théorie, proportionnelle au courant de corrosion. Les principaux avantages de cette mesure sont sa rapidité, sa facilité de mise en œuvre et les faibles surtensions requises pour la réalisation de la mesure (faible perturbation du système). Cette mesure est l'une des plus répandue en particulier sur site et permet également d'obtenir des informations sur la cinétique de corrosion. Plusieurs techniques expérimentales ont été développées pour la détermination de la valeur de **R_p** :

- ❖ Potentiostatique, galvanostatique qui consiste à appliquer un saut de potentiel ou courant constant dans le temps,

- ❖ Potentiodynamique, galvanodynamique qui consiste à faire varier le potentiel ou courant dans un certain intervalle,

L'avantage d'un contrôle en potentiel est que l'on peut s'assurer de rester dans le domaine de linéarité au voisinage de E_{corr} correspondant au domaine de validité de la R_p . Lorsqu'un courant est appliqué le potentiel peut, suivant l'état de du matériau (actif ou passif) être décalé hors du domaine de linéarité. La méthode potentiodynamique est la méthode qui a été utilisée lors de l'étude. Par définition, la valeur de résistance de polarisation correspond à l'inverse de la pente ($i=f(E)$) de la courbe de polarisation au voisinage du potentiel de corrosion E_{corr} :

$$R_p = \left(\frac{dE}{di} \right)_{E=E_{\text{corr}}}$$

VI-2

VI-6-Diffraction des Rayons X :

Introduction

Pour voir un objet de taille d il faut un rayonnement dont la longueur d'onde associée λ est telle que : $\lambda < d$, par exemple, avec la lumière visible, la résolution limite est de l'ordre de 0.5 μm par ce que la longueur d'onde de la lumière est dans cet ordre de grandeurs. Donc pour observer la structure de la matière à l'échelle atomique il faut donc avoir un rayonnement de longueur d'onde de l'ordre de $\lambda \approx 0.1$ nm, les rayonnements électromagnétiques dont la longueur d'onde est de l'ordre 0.1 nm sont les rayons X, et tout matériau soumis à un bombardement électronique d'énergie suffisante émet (entre autres) des rayons X (**Figure VI-9**).

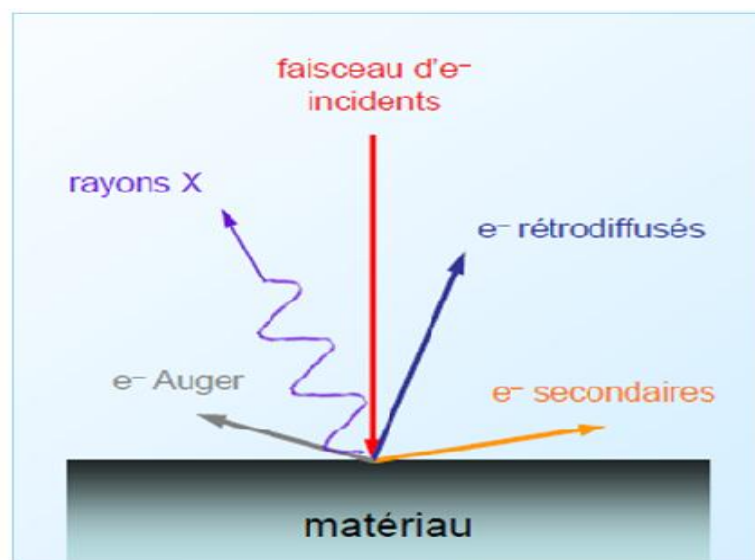


Figure VI.9 : Origine des rayons X.

VI-6-1-Principe d'analyse par DRX :

La distance interréticulaire des plans (hkl) sur lesquels est effectuée la mesure est reliée à la position 2θ de la raie de diffraction par l'intermédiaire de la loi de Bragg (**Figure VI.10**).

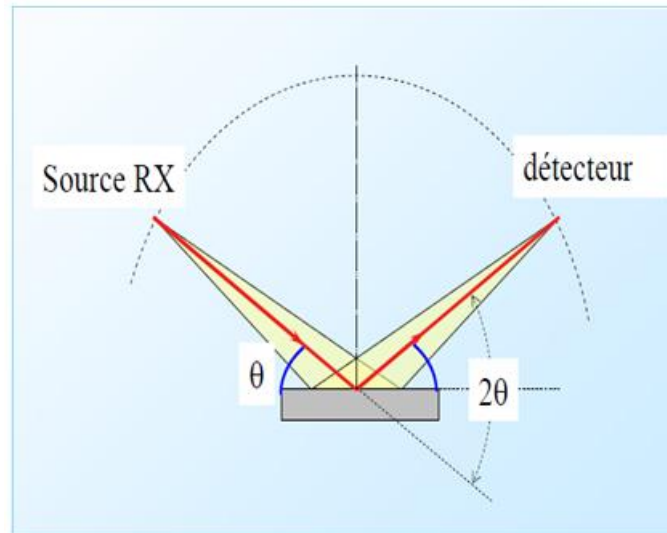
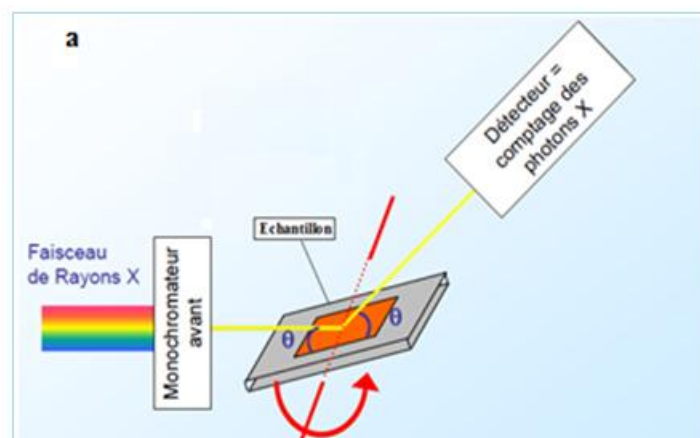


Figure VI-10 : Schéma de principe du diffractomètre de rayons.

Toute déformation élastique homogène du cristal analysé va se traduire par une variation de cette distance d_{hkl} , les plans (hkl) ayant tendance à se rapprocher dans les directions en compression et à s'éloigner dans les directions en traction. Chaque famille de plans (hkl) possède une distance interréticulaire spécifique et dans l'analyse par diffraction des rayons X en faisant varier l'orientation du cristal par rapport au faisceau de rayons X, on peut mesurer la distance d_{hkl} de plusieurs plans (**Figure VI.11**). C'est donc le cristal lui-même, et en particulier la famille de plans cristallins analysés qui va nous servir de jauge de déformation (dans le domaine élastique).



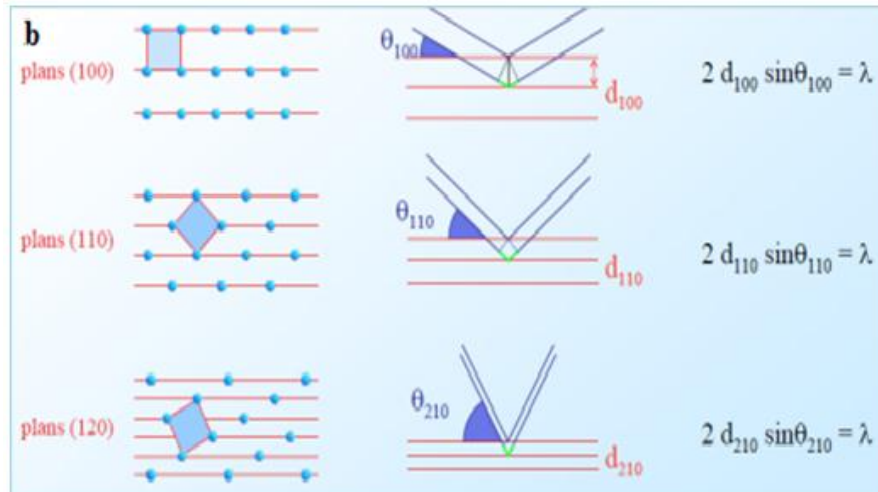


Figure VI-11 : a)- Rotation de l'échantillon pas par pas et mesure de l'intensité diffractée pour chaque pas angulaire, b) Diffraction des rayons X de différents plans.

La déformation mesurée peut donc s'exprimer en fonction de d et par la suite en fonction de 2θ (Figure VI-12), par rapport à un état de référence du matériau que nous appelons état sans contraintes ou non contraint, cet état est obtenu dans le cas où le matériau existe sous forme de poudres. Dans cet état, la distance interréticulaire des plans (hkl) est d_0 qui est en fonction des paramètres du matériau sans contraintes.

$$\varepsilon = (d - d_0) / d_0 \text{ et } n\lambda = 2d_0 \sin\theta_0 \quad \text{VI-3}$$

- d_0 : Distance entre les plans atomiques,
- ε : déformation mesurée ,
- θ : Angle d'incidence du RX de longueur d'onde λ ,
- n : Entier caractérisant l'ordre de la diffraction,
- λ : longueur d'onde du rayon X.

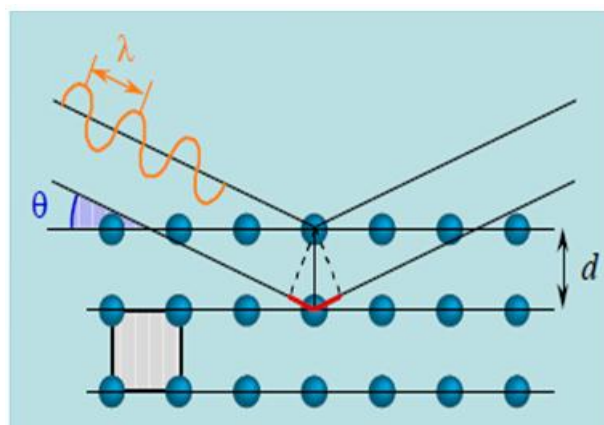


Figure VI-12 : Réflexion des rayons X dans le matériau.

A partir du diffractogramme on peut déterminer de la position, l'aire, la hauteur, et la largeur à mi-hauteur des pics de diffraction, et identifier les phases en présence. De même, la taille moyenne des cristallites peut être estimée à partir de la largeur à mi-hauteur des pics les plus intenses en appliquant la formule de Scherrer :

$$D_{hkl} = (0,9 \lambda / \beta \cos\theta) \quad \text{VI-4}$$

D_{hkl} (nm) : taille apparente des cristallites (direction perpendiculaire au plan (hkl),

λ (nm) : longueur d'onde de la radiation,

θ (rad) : angle de diffraction (correspondant au plan (hkl) considéré),

β (rad) : largeur intrinsèque déterminée selon :

$$\beta^2 = \beta_M^2 - \beta_S^2 \quad \text{VI-5}$$

Avec :

β_M (rad) : La largeur à mi-hauteur du pic de la phase analysée,

β_S (rad) : L'élargissement instrumental, c'est à dire la largeur à mi-hauteur du pic de l'étalon interne.

VI-6-2-Détermination des phases :

La position des pics et leur intensité relative permet de remonter à la nature du minéral grâce à des bases de données, car les pics de diffraction d'une phase quelconque ont des angles de diffraction précis, l'analyse par diffraction des rayons x peut déterminer le nombre de phases existants dans un matériau (Figure VI.13).

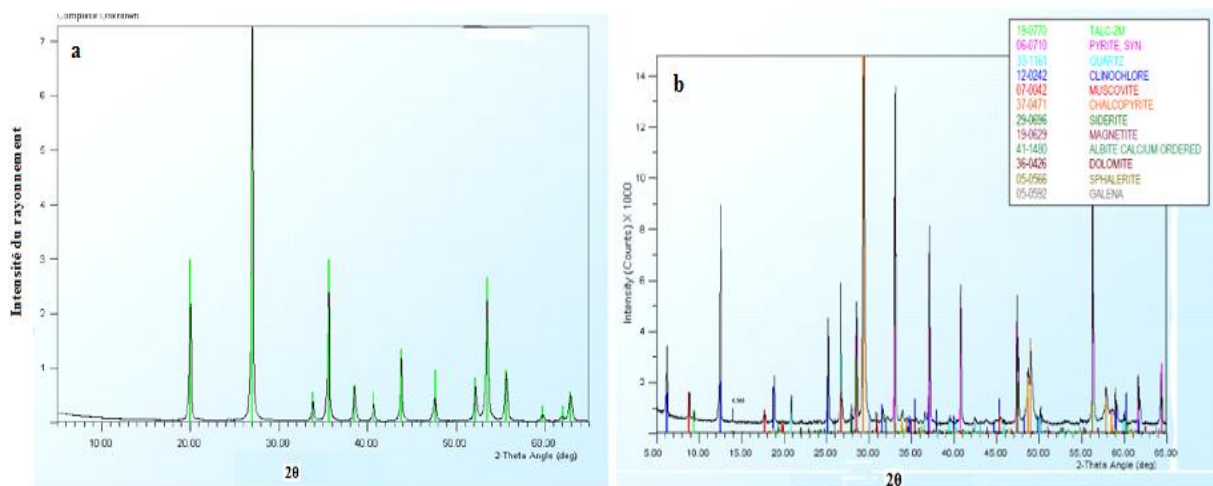


Figure VI.13 : a) Diffractogramme d'un matériau avec une seule phase, b) diffractogramme d'un matériau avec plusieurs phases.

Chapitre V

Résultats et Interprétation

Introduction

Dans ce travail nous avons utilisé deux lots différents de poudres d'aluminium et deux lots différents d'alumine chacun des lots provient d'une boîte de poudres différente, mais la composition chimique des deux lots d'aluminium est la même et la composition chimique des deux lots d'alumine est aussi la même.

V-1-Forme des grains de poudres d'aluminium et d'alumine :

V-1-1-poudres d'aluminium :

La (**Figure V.1**) représente des images obtenues au microscope électronique à balayage de l'aluminium du premier lot. Cette figure montre les différentes formes des grains de poudres d'aluminium. Cette figure montre aussi que la forme de la poudre d'aluminium n'est pas vraiment sphérique, certains grains de cette poudre sont allongés et d'autres ont une forme qui converge vers la forme sphérique (**Figure V.1.a-b**). Certains grains de poudre d'aluminium semblent être un assemblage de plusieurs petits grains de différentes formes (**Figure V.1 .b.c**).

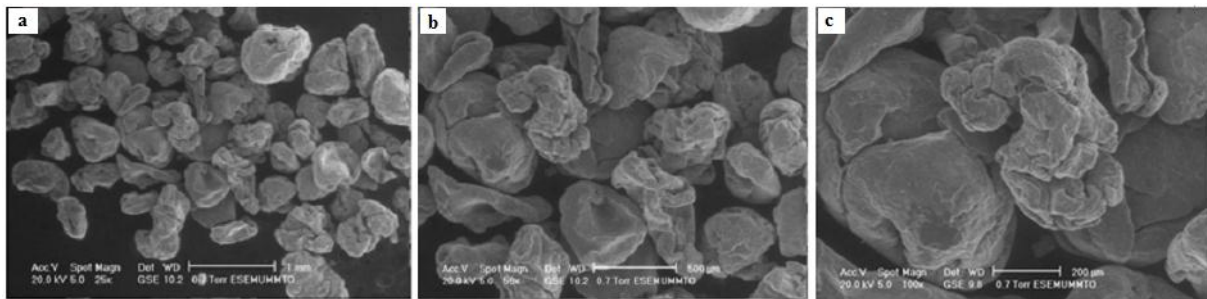


Figure V.1 : Aspect des particules de la poudre d'aluminium du premier lot.

La (**Figure V.2**) qui représente des images obtenues au MEB de la poudre du deuxième lot confirme les observations faites sur la poudre du premier lot. Ceci dit la granulométrie des poudres d'aluminium est loin d'être sphérique.

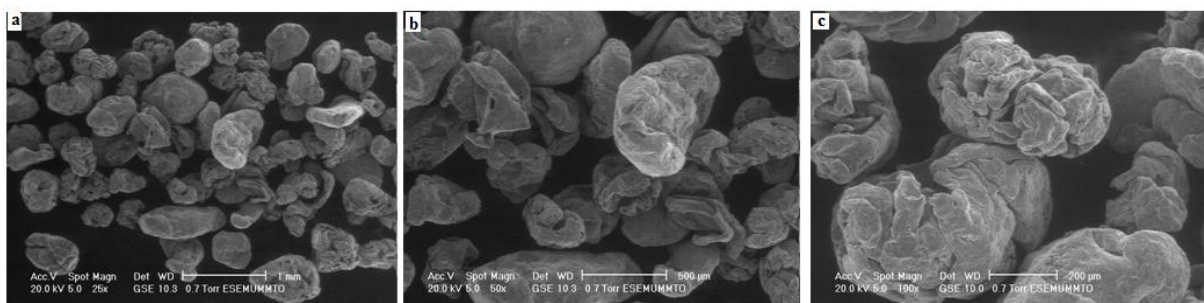


Figure V.2 : Aspect des particules de la poudre d'aluminium du deuxième lot.

V-1-2-poudres d'alumine :

La (**Figure V.3**) montre la forme des grains de la poudre d'alumine du premier lot, cette figure montre que la forme de la majorité des grains de poudre d'alumine tend vers la forme sphérique en plus ces grains semblent être un assemblage de plusieurs plus petits grains de même forme.

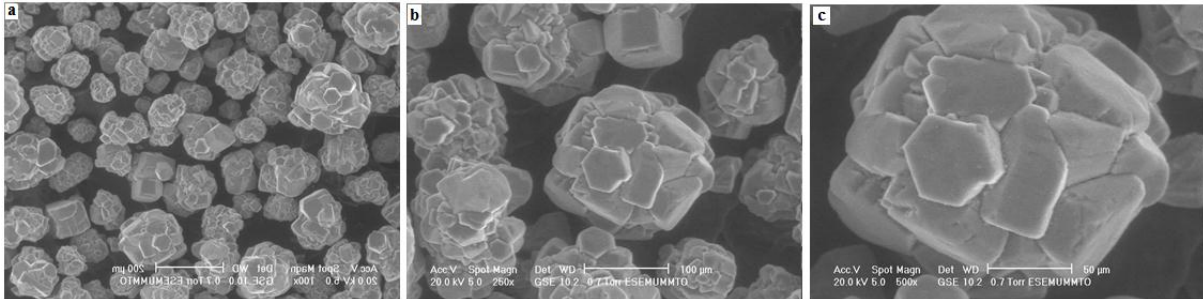


Figure V.3 : Forme des grains de poudre d'alumine du premier lot.

La (**Figure V.4**) montre que la forme des gains de poudre d'alumine du deuxième lot est identique à la forme des grains de poudre d'alumine du premier lot.

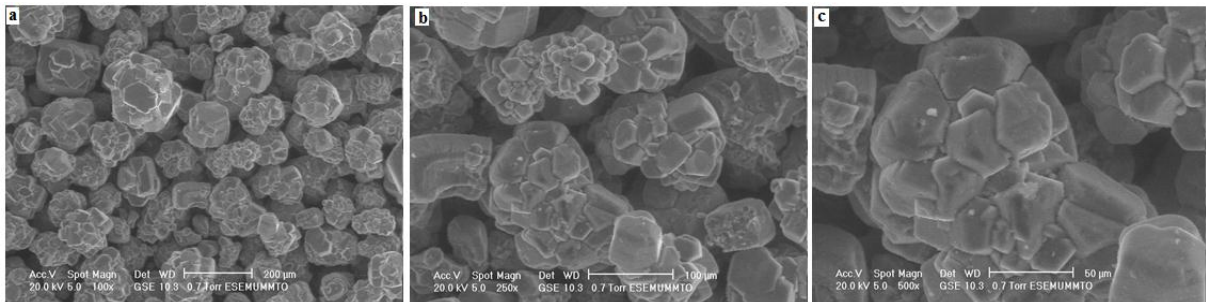


Figure V-4 : Forme des grains de poudre d'alumine du deuxième lot.

A partir des résultats représentés par les (**Figures V.1 à V.4**) nous concluons que quelque soit le procédé d'élaboration des poudres d'aluminium, celui-ci est différent du procédé de l'élaboration des poudres d'alumine, ou bien le procédé est le même mais la masse volumique et la température d'élaboration sont différents et ont un effet sur la forme des grains de poudres.

V-2-Etude statistique de la taille des grains de poudres d'aluminium et d'alumine :

La taille des grains a été mesurée sur des micrographies prise au microscope optique couplée à un système d'analyse d'images (PicedCor), celui-ci une automatisation complète de la mesure.

La mesure a été effectuée sur un échantillonnage de 5 grains pour chaque lot de poudre d'aluminium et d'alumine. Sur chaque grain nous avons effectués 20 mesures de la taille des grains dans différentes orientations. La (Figure V.5) montre quelques mesures de la taille d'un grain pour une orientation donnée.

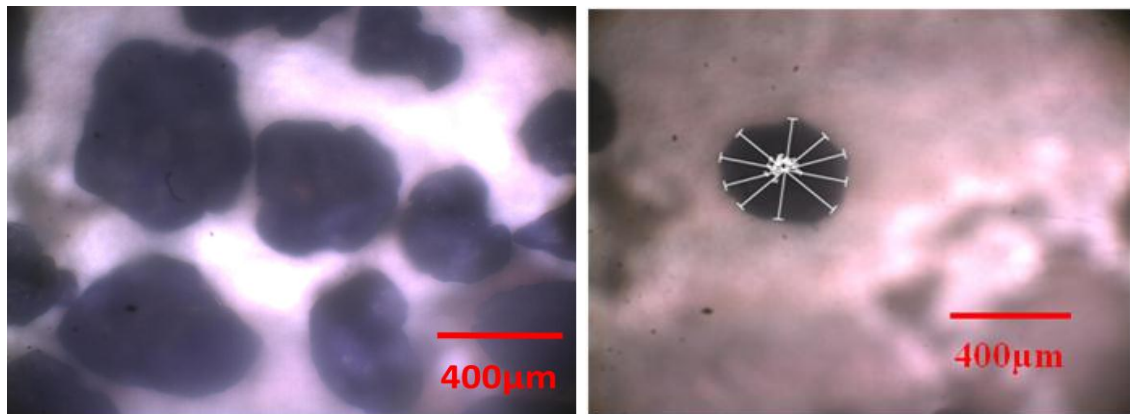
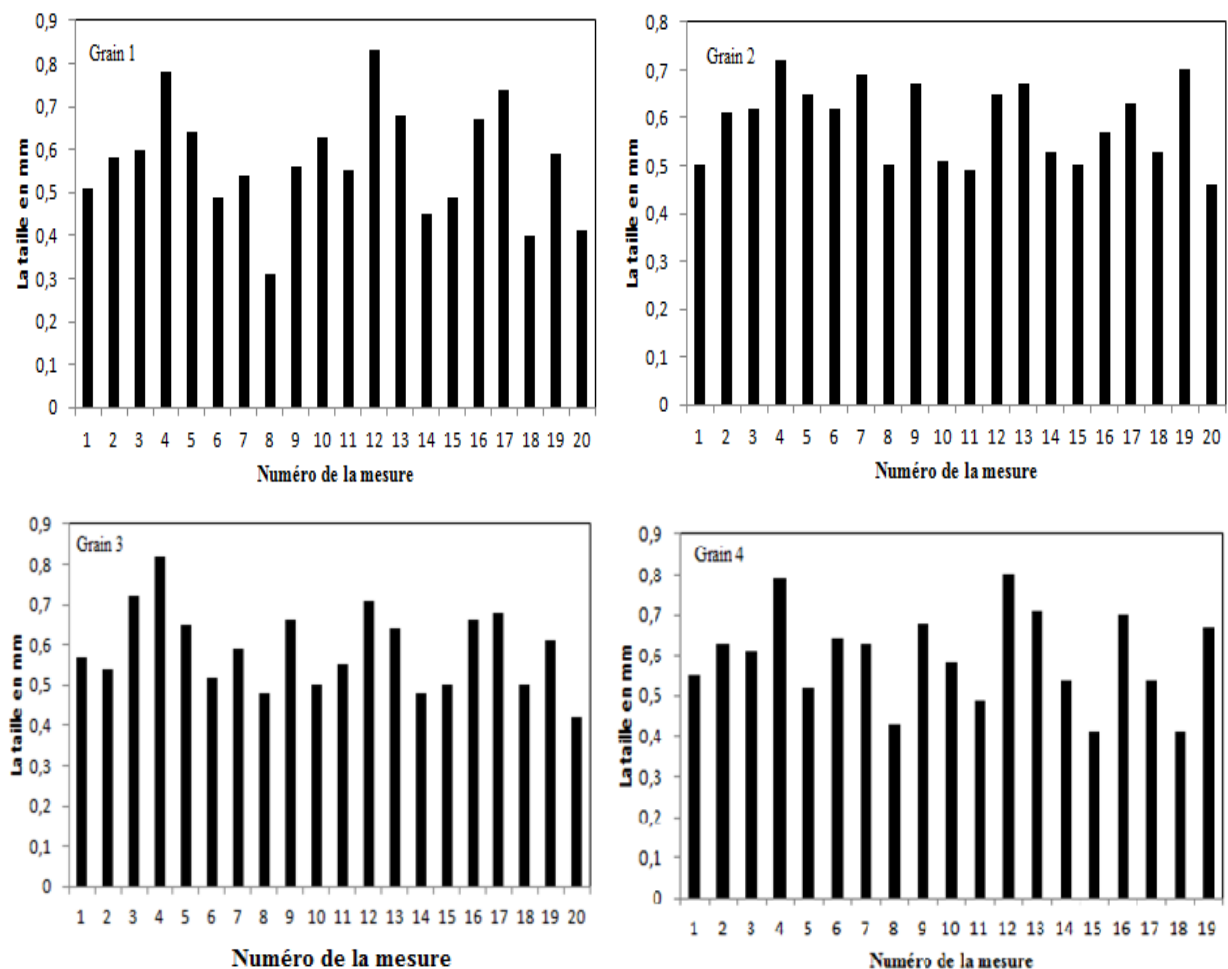


Figure V.5 : Méthode de détermination de la taille des poudres d'aluminium.

V-2-1- taille des grains de la poudre d'aluminium du premier lot :

La Figure V.6 représente la taille des grains de poudre de l'aluminium du lot 1.



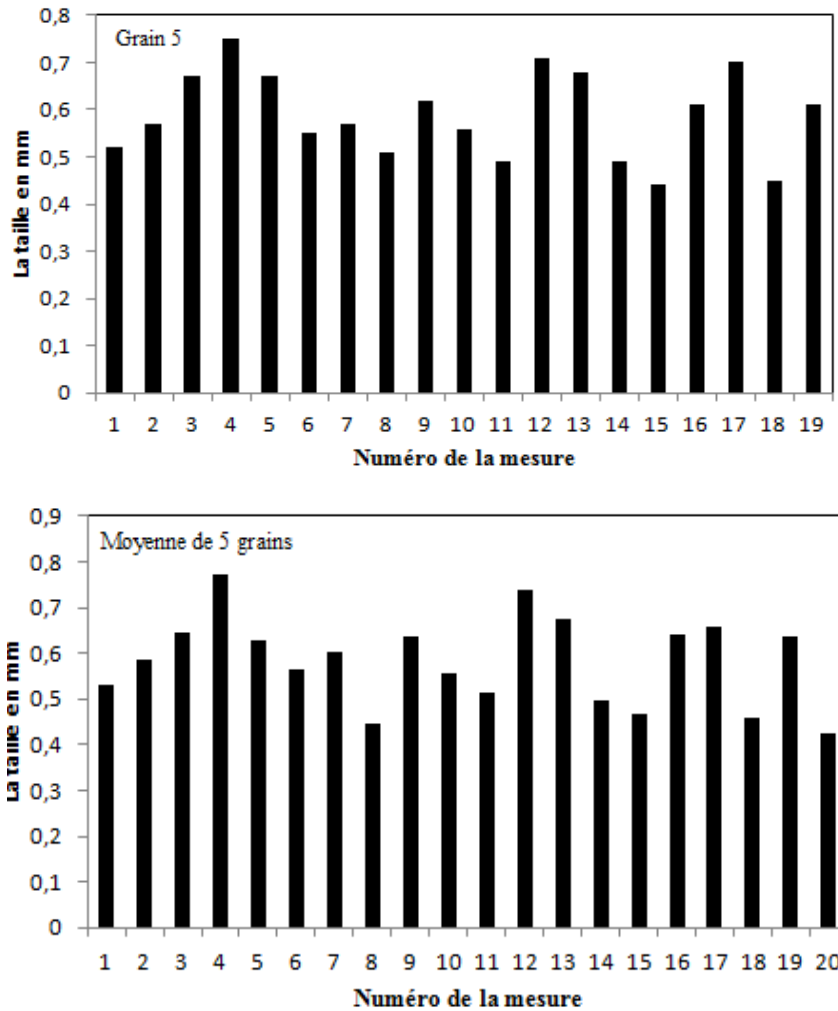


Figure V.6 : Taille des grains de poudre de l’aluminium du lot 1.

Si on considère que les grains de la poudre d’aluminium est sous la forme sphérique la taille moyenne des grains de poudre d’aluminium du premier lot est de 0,584 mm. Les résultats donnés par la (Figure V.6) sont résumés sur le (Tableau V.1), la taille maximale et minimale des grains de la poudre d'aluminium sont données respectivement par les valeurs 0.83 mm, 0.31 mm. Ceci dit le pourcentage de la différence de la taille relative entre les grosses particules et les petites particules est d’environ 62%. En corrosion les joints des grains jouent un rôle très important dans l’apparition la corrosion galvanisée intergranulaire, et l’augmentation de la surface des joints des grains fait augmenter la valeur des propriétés de résistances mécaniques ceci est dû au fait que les joints des grains représentent des défauts surfaciques qui empêchent le mouvement des dislocations dans le matériau. Donc la distribution de la taille des grains contrôle en quelque sorte les propriétés mécaniques et chimiques.

Numéro du grain	Taille du 1 ^{er} grain	Taille du 2 ^{ème} grain	Taille du 3 ^{me} grain	Taille du 4 ^{ème} grain	Taille du 5 ^{ème} grain	Moyenne d'une mesure pour 5 grains (mm)
Numéro de mesure						
1	0,51	0,50	0,57	0,55	0,52	0,530
2	0,58	0,61	0,54	0,63	0,57	0,586
3	0,60	0,62	0,72	0,61	0,67	0,644
4	0,78	0,72	0,82	0,79	0,75	0,772
5	0,64	0,65	0,65	0,52	0,67	0,626
6	0,49	0,62	0,52	0,64	0,55	0,564
7	0,54	0,69	0,59	0,63	0,57	0,604
8	0,31	0,50	0,48	0,43	0,51	0,446
9	0,56	0,67	0,66	0,68	0,62	0,638
10	0,63	0,51	0,50	0,58	0,56	0, 556
11	0,55	0,49	0,55	0,49	0,49	0, 514
12	0,83	0,65	0,71	0,80	0,71	0, 740
13	0,68	0,67	0,64	0,71	0,68	0, 676
14	0,45	0,53	0,48	0,54	0,49	0, 498
15	0,49	0,50	0,50	0,41	0, 44	0, 468
16	0,67	0,57	0,66	0,70	0,61	0, 642
17	0,74	0,63	0,68	0,54	0,70	0, 658
18	0,40	0,53	0,50	0,41	0,45	0, 458
19	0,59	0,70	0,61	0,67	0,61	0,636
20	0,41	0,46	0,42	0,41	0,43	0,426
Taille moyenne totale (lot 1)						D₁ = 0,584

Tableau V.1 : Taille des grains de poudre de l'aluminium du lot 1.

V-2-2- Taille des grains de la poudre d'aluminium du deuxième lot :

La (**Figure V.7**) donne la taille moyenne d'un échantillon de cinq particules de poudre d'aluminium du deuxième lot. La taille moyenne des grains d'aluminium du second lot est de 0,511 mm, la taille maximale des grains de la poudre d'aluminium est de 0.72 mm et la taille minimale des grains de la poudre d'aluminium est de 0.40 mm (**Tableau V.2**). Pour le lot 2 de poudre d'aluminium, le pourcentage de la différence de la taille relative entre les grosses particules et les petites particules est d'environ 44%. Cette différence montre clairement la fluctuation de la distribution de la taille des grains de poudre d'aluminium d'un lot et un autre. La taille moyenne des particules de poudre d'aluminium après 20 mesures montre que les particules d'aluminium du deuxième lot semblent différentes de celles du premier lot, cette différence est illustrée par la (**Figure V.8**). De ce fait nous pouvons dire que le composite à matrice en aluminium réalisé avec la matrice du premier lot se comportera différemment à la

corrosion et aux sollicitations mécaniques que le composite à matrice en aluminium réalisé par la poudre du deuxième lot.

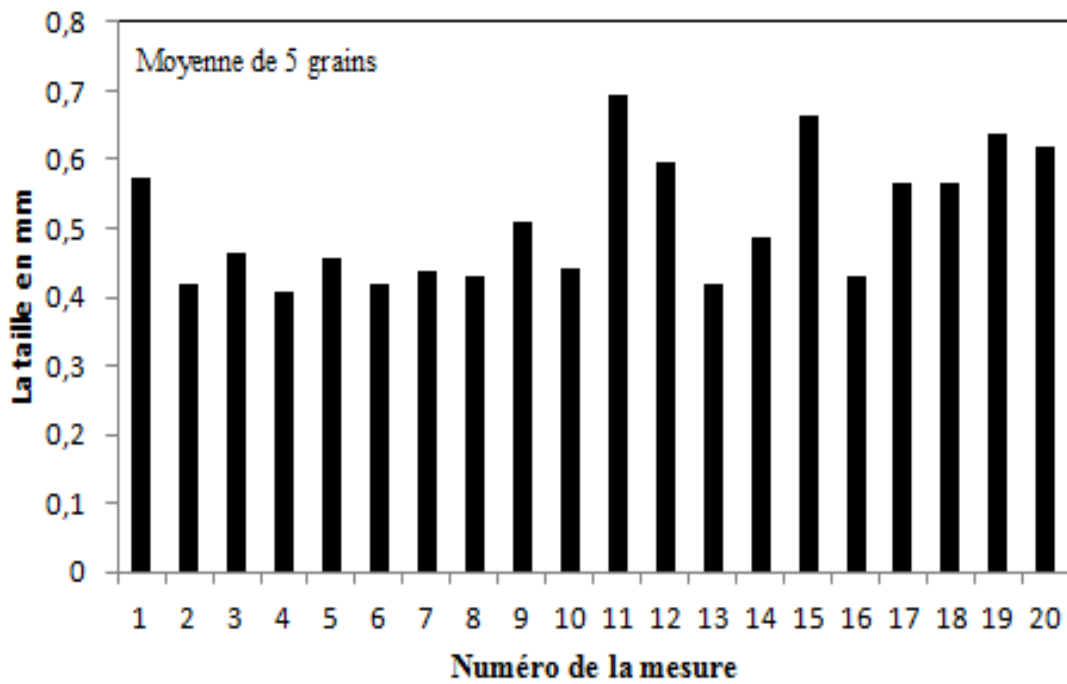


Figure V.7 : Taille des grains de poudre de l'aluminium du lot 2.

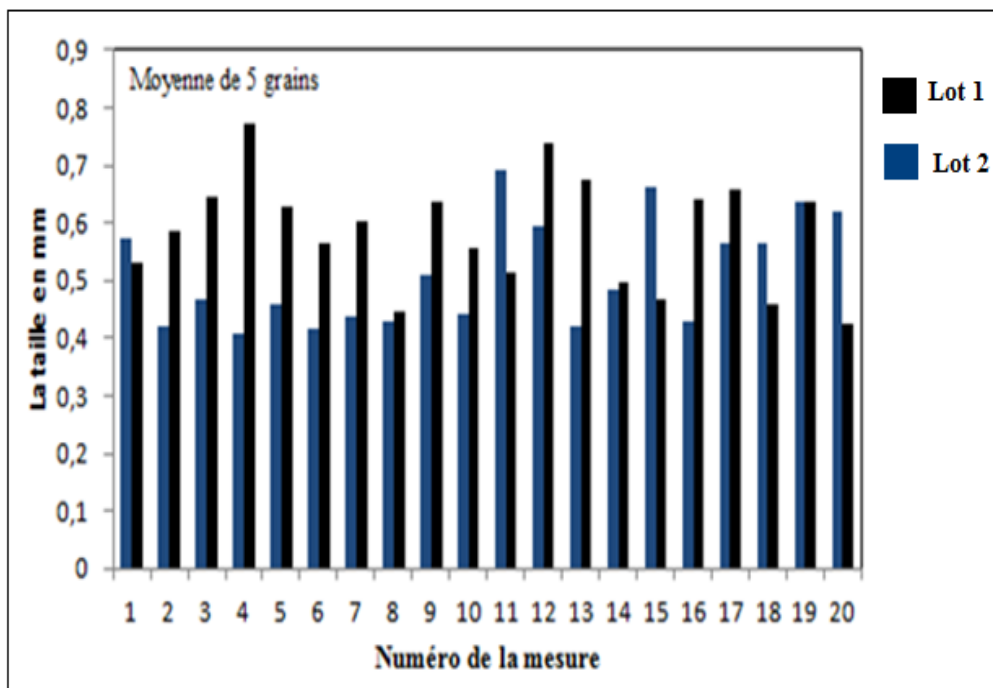


Figure V.8 : La comparaison de la taille moyenne de 5 grains de la poudre de l'aluminium du lot 1 et lot 2.

Numéro du grain	Taille du 1 ^{er} grain	Taille du 2 ^{ème} grain	Taille du 3 ^{me} grain	Taille du 4 ^{ème} grain	Taille du 5 ^{ème} grain	Moyenne d'une mesure pour 5 grains (mm)
Numéro de mesure						
1	0,66	0,51	0,54	0,59	0,56	0,572
2	0,45	0,41	0,42	0,41	0,40	0,420
3	0,44	0,49	0,42	0,5	0,48	0,466
4	0,38	0,45	0,42	0,38	0,41	0,408
5	0,40	0,57	0,46	0,46	0,40	0,458
6	0,42	0,41	0,45	0,42	0,39	0,418
7	0,42	0,41	0,47	0,42	0,46	0,436
8	0,41	0,45	0,41	0,46	0,42	0,430
9	0,49	0,51	0,49	0,53	0,52	0,508
10	0,43	0,45	0,45	0,41	0,46	0,440
11	0,64	0,67	0,68	0,72	0,75	0,692
12	0,50	0,66	0,58	0,59	0,65	0,596
13	0,45	0,41	0,40	0,41	0,43	0,420
14	0,41	0,51	0,47	0,50	0,54	0,486
15	0,72	0,62	0,67	0,63	0,67	0,662
16	0,42	0,47	0,42	0,43	0,41	0,430
17	0,53	0,60	0,58	0,50	0,61	0,564
18	0,53	0,61	0,58	0,58	0,53	0,566
19	0,63	0,55	0,56	0,70	0,74	0,636
20	0,68	0,50	0,57	0,66	0,69	0,620
Taille moyenne (lot 2)						D₂ = 0,511

Tableau V.2 : Taille des grains de poudre de l'aluminium du lot 2.

V-2-3-Taille des grains de la poudre d'alumine (Al₂O₃) du premier lot :

La taille des particules d'alumine utilisées comme renfort du composite à matrice en aluminium varie entre 0.10 mm et 0.26 mm. Le pourcentage de la différence de la taille relative entre les grosses particules et les petites particules est d'environ 61% (**Figure V.9**) et (**Tableau V-3**).

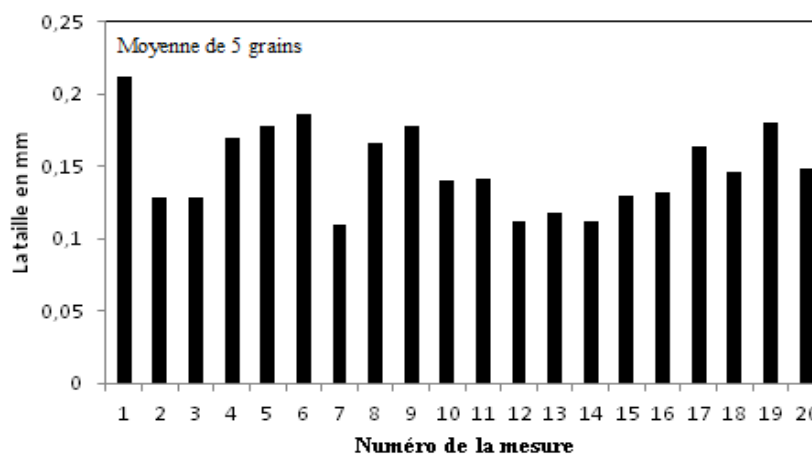


Figure V.9 : Taille des grains de poudre de l'alumine du lot 1.

Numéro du grain	Taille du 1 ^{er} grain	Taille du 2 ^{ème} grain	Taille du 3 ^{ème} grain	Taille du 4 ^{ème} grain	Taille du 5 ^{ème} grain	Moyenne d'une mesure pour 5 grains (mm)
Numéro de mesure						
1	0,26	0,20	0,22	0,20	0,18	0,212
2	0,13	0,14	0,11	0,13	0,13	0,128
3	0,11	0,14	0,13	0,12	0,14	0,128
4	0,19	0,17	0,15	0,16	0,18	0,170
5	0,19	0,18	0,19	0,17	0,16	0,178
6	0,16	0,21	0,17	0,20	0,19	0,186
7	0,12	0,10	0,11	0,12	0,10	0,110
8	0,17	0,18	0,14	0,17	0,17	0,166
9	0,19	0,18	0,15	0,18	0,19	0,178
10	0,14	0,12	0,16	0,14	0,14	0,140
11	0,11	0,15	0,15	0,16	0,14	0,142
12	0,13	0,10	0,10	0,12	0,11	0,112
13	0,11	0,12	0,11	0,12	0,13	0,118
14	0,13	0,11	0,11	0,10	0,11	0,112
15	0,13	0,14	0,11	0,15	0,12	0,130
16	0,13	0,14	0,13	0,13	0,13	0,132
17	0,18	0,15	0,18	0,15	0,16	0,164
18	0,17	0,13	0,15	0,14	0,14	0,146
19	0,19	0,17	0,17	0,19	0,18	0,180
20	0,18	0,12	0,16	0,13	0,15	0,148
Taille moyenne totale						d₁ = 0,149

Tableau V.3 : Taille des grains de poudre de l'alumine du lot 1.

V-2-4- Taille des grains de la poudre d'alumine (Al₂O₃) du second lot :

La taille des particules d'alumine utilisées comme renfort du composite à matrice en aluminium varie entre 0.09 mm et 0.22 mm. Le pourcentage de la différence de la taille relative entre les grosses particules et les petites particules est d'environ 59% (Figure V.10) et (Tableau V.4).

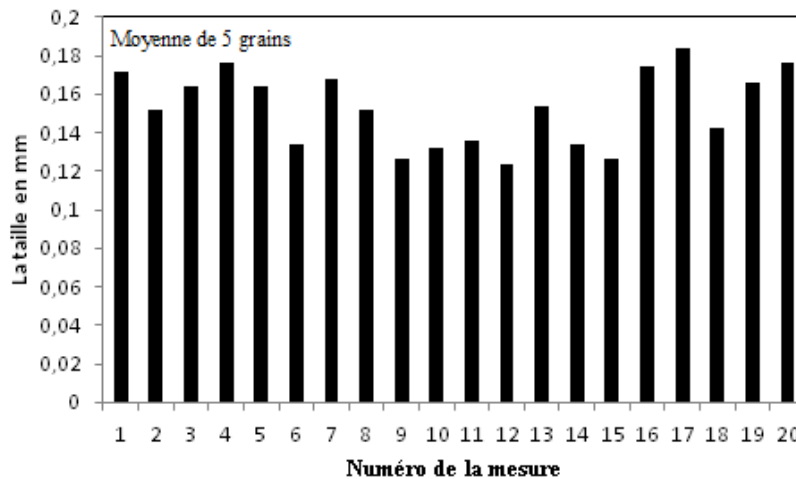


Figure V.10 : Taille des grains de poudre de l'alumine du lot 2.

Numéro du grain	Taille du 1 ^{er} grain	Taille du 2 ^{ème} grain	Taille du 3 ^{me} grain	Taille du 4 ^{ème} grain	Taille du 5 ^{ème} grain	Moyenne d'une mesure pour 5 grains (mm)
Numéro de mesure						
1	0,16	0,18	0,19	0,17	0,16	0,172
2	0,14	0,17	0,15	0,16	0,14	0,152
3	0,20	0,12	0,21	0,17	0,12	0,164
4	0,20	0,13	0,19	0,20	0,16	0,176
5	0,21	0,17	0,15	0,18	0,11	0,164
6	0,15	0,09	0,13	0,15	0,15	0,134
7	0,17	0,14	0,18	0,18	0,17	0,168
8	0,15	0,16	0,16	0,14	0,15	0,152
9	0,13	0,12	0,12	0,13	0,13	0,126
10	0,15	0,11	0,13	0,13	0,14	0,132
11	0,13	0,12	0,13	0,15	0,15	0,136
12	0,12	0,11	0,13	0,12	0,14	0,124
13	0,19	0,12	0,18	0,16	0,12	0,154
14	0,15	0,12	0,14	0,13	0,13	0,134
15	0,12	0,13	0,13	0,12	0,13	0,126
16	0,19	0,20	0,13	0,19	0,16	0,174
17	0,22	0,17	0,17	0,20	0,16	0,184
18	0,15	0,14	0,14	0,13	0,15	0,142
19	0,19	0,17	0,16	0,14	0,17	0,166
20	0,20	0,16	0,18	0,17	0,17	0,176
Taille moyenne totale						d₂ = 0,1528

Tableau V.4 : Taille des grains de poudre de l'alumine du lot 2.

Donc la taille des grains de la poudre d'alumine du premier lot n'est pas différente de la taille de l'alumine du deuxième lot (Figure V.11).

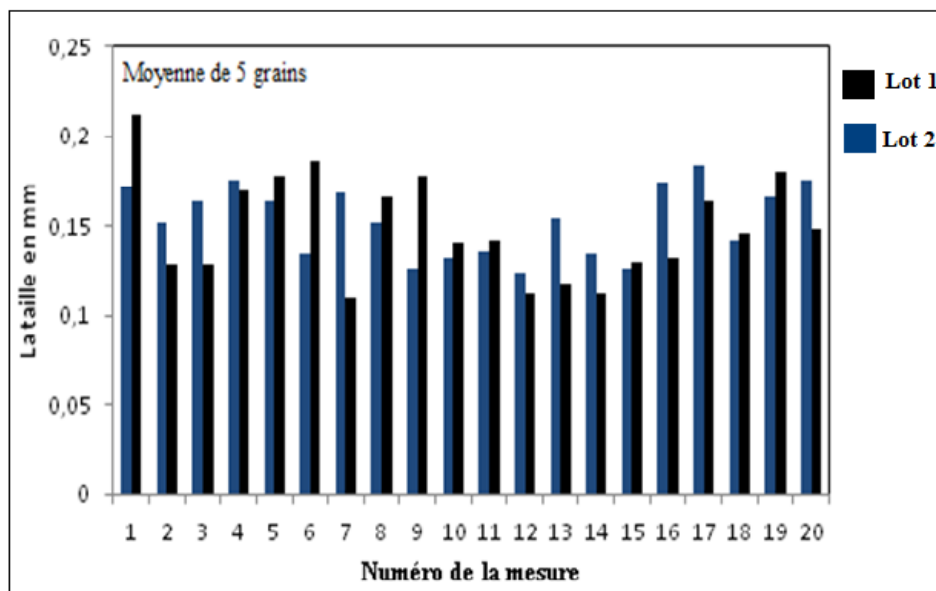


Figure V.11 : Taille des grains (moyenne de 5 grains) de la poudre de l'alumine comparaison : lot 1, lot 2.

La taille des particules d'aluminium est trois fois plus grande que la taille des particules d'alumine (**Figure V.12**).

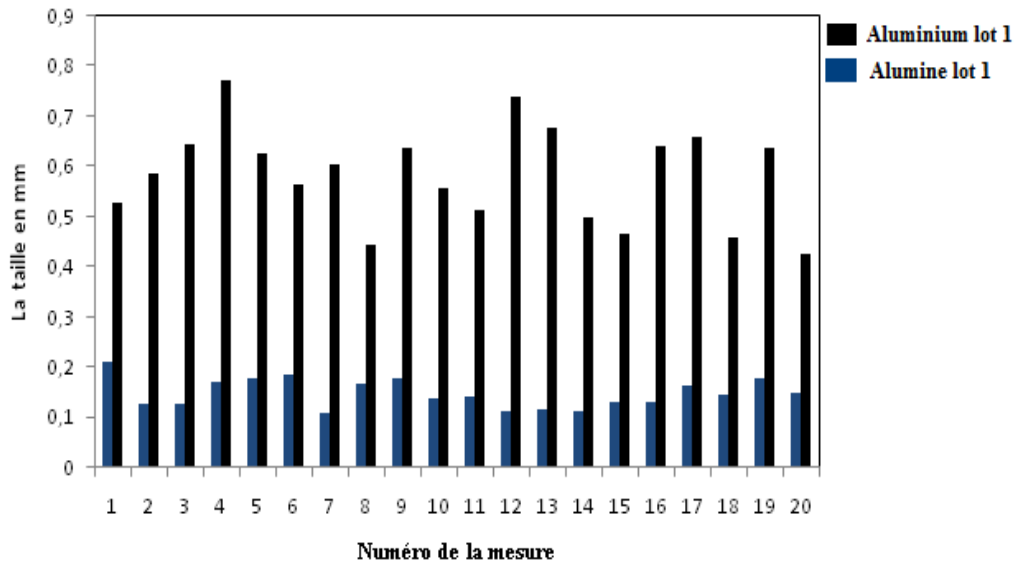


Figure V.12 : Comparaison de la taille des grains (moyenne de 5 grains) de la poudre de l'aluminium lot 1 et la taille des grains (moyenne de 5 grains) de la poudre de l'alumine lot 1.

V-3-Characterisation du composite par microscopie :

La **Figure V.13** montre la présence de porosités considérables entre les différents grains de poudres d'aluminium ainsi que la différence de diamètre des différents grains constituant la structure, cette différence est due à la différence de diamètre des grains de la poudre d'aluminium. Les porosités observées et les larges interfaces entre les grains de poudres d'aluminium comprimé représentent des microcrevasses et des sites favorables pour l'apparition d'une corrosion localisée, parce que la solution corrosive peut être stockée dans ces porosités et les interfaces entre les grains. Car le stockage de la solution corrosive dans les zones sus cités induit une aération différentielle (**Figures V.13et V.14**).

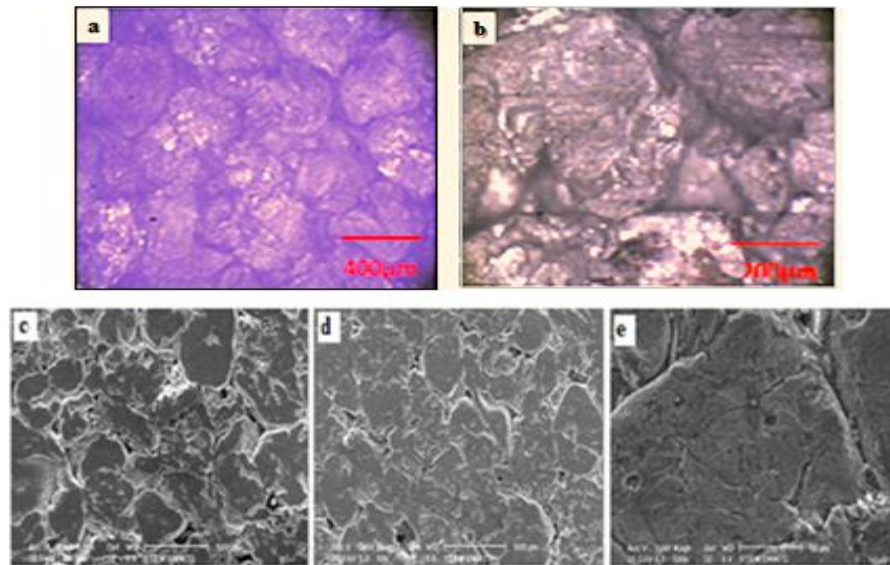


Figure V.13 : Microstructure de la matrice élaboré par compression de 8.347 k N/cm^2 (Echantillon E1) : a et b microstructures obtenues par microscopie optique, c,d et e microstructures obtenues par MEB.

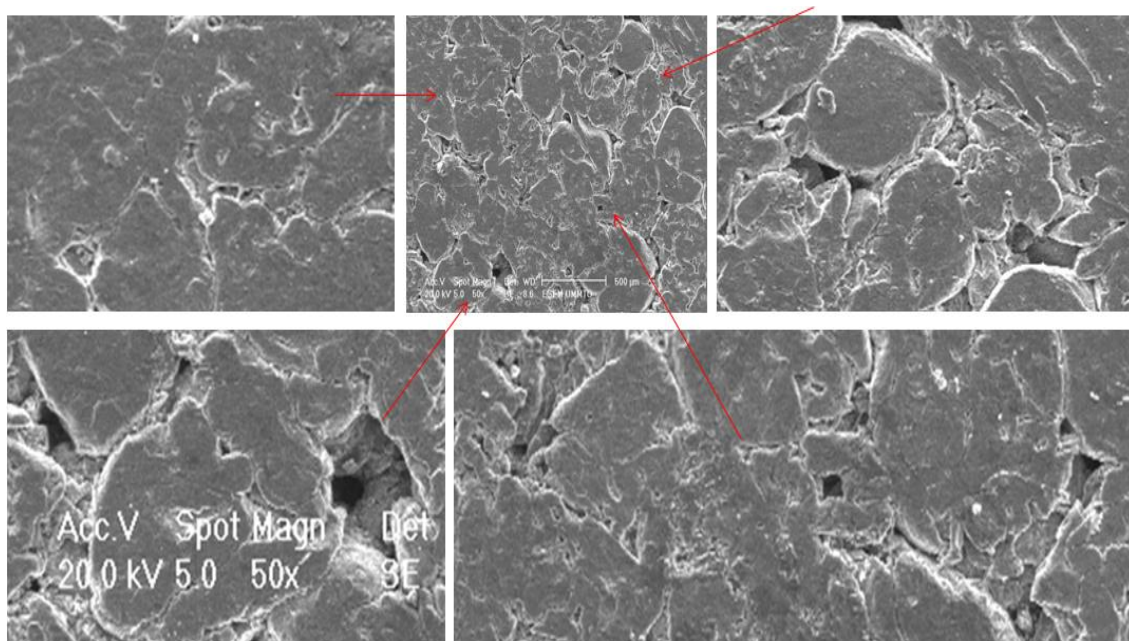


Figure V.14 : Effet loupe de l'image MEB de la matrice élaboré par compression de 8.347 k N/cm^2 (Echantillon E1).

Les (**Figure V.15 et V.16**) représentent un échantillon issue de la compression d'une poudre d'aluminium pour laquelle on ajoute 1.66% d'alumine dans le but de élaborer un composite de matrice en aluminium renforcé par l'alumine, Les **Figures V.15et V.16** montrent la présence des particules d'alumine à la surface de la matrice en aluminium et montrent aussi la présence de porosités et de larges interfaces entre les grains de poudres d'aluminium à la surface du matériau.

Les particules d'alumine ont un potentiel cathodique par rapport à l'aluminium donc la zone entourant ces particules sont susceptibles de subir une corrosion galvanique. Les interfaces et les porosités représentées des microcrevasses qui peuvent induire une aération différentielle qui à son tours conduit à une corrosion galvanique.

La **Figure V.16** montre que la distribution des particules d'alumine n'est pas homogène parce que certaines zones sont riches en particules d'alumine et d'autre sont pauvre. Ceci-dit le mélange de la poudre d'aluminium et la poudre d'alumine n'est pas homogène. Nous pouvons expliquer l'inhomogénéité de l'alumine dans la matrice d'aluminium par la différence de la masse volumique, celle de l'aluminium est de 2.7g/cm^3 tandis que celle de l'alumine est de $3,9\text{g/cm}^3$.

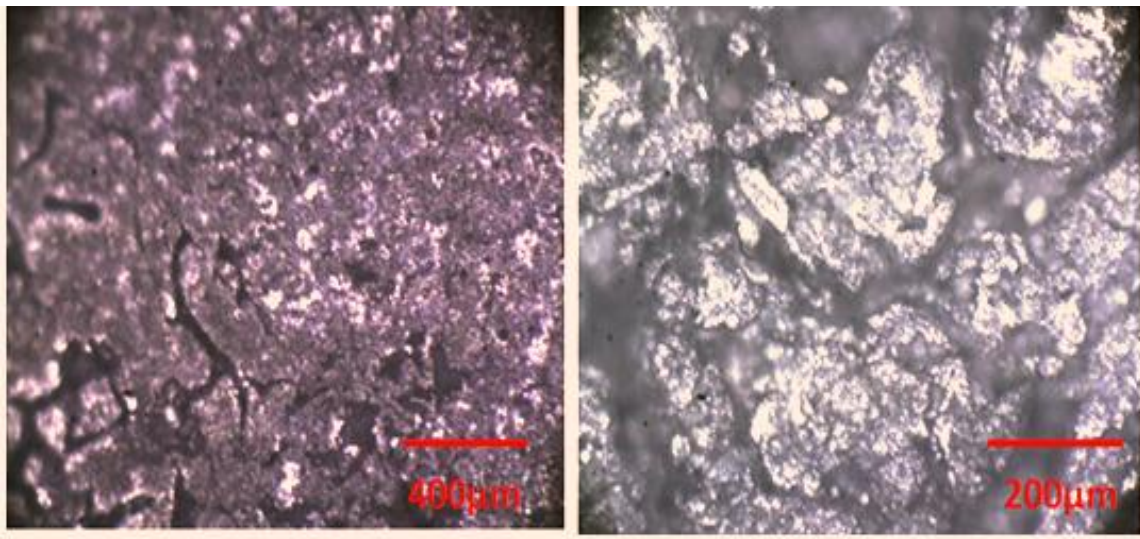


Figure V.15: Microstructure obtenues au microscope optique du composite à matrice en aluminium renforcé par 1.66% l'alumine élaboré par compression de 8.347 k N/cm^2 (Echantillon 2).

La **Figure V.16** montre aussi que les particules d'alumine se sont fragmentées lors de la compression du mélange, ceci augmente le nombre de particules cathodiques dans le matériau élaboré.

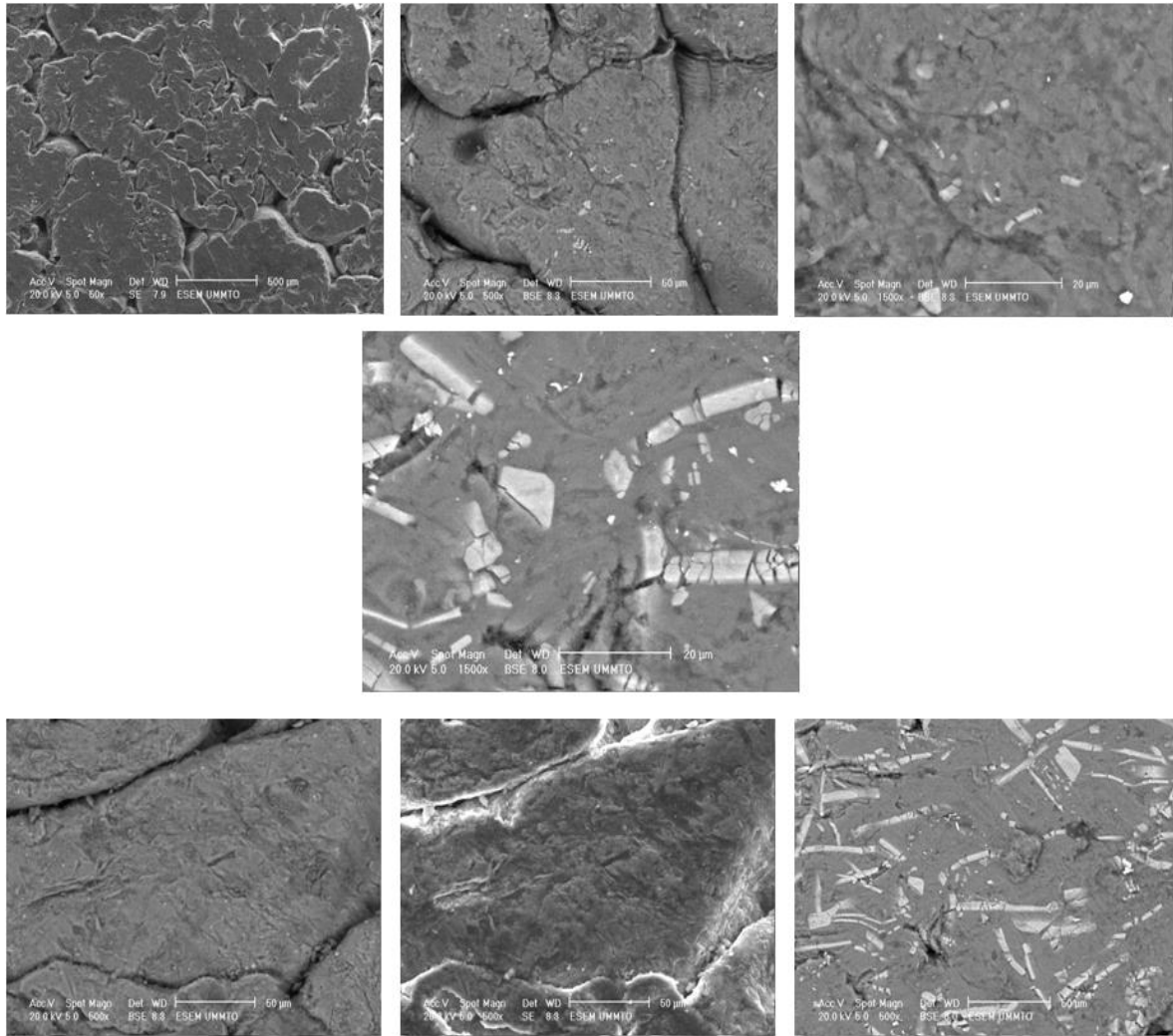


Figure V.16 : Image MEB du composite à matrice en aluminium renforcé par 1.66% l'alumine élaboré par compression de 8.347 k N/cm^2 (Echantillon 2).

Les (**Figures de V.17 à V.22**) montrent que l'augmentation de la fraction de poudre d'alumine additionnée à la poudre d'aluminium, de 1.66 % à 10%, n'augmente pas l'homogénéité du matériau et ne supprime pas la porosité.

De ce fait le matériau composite à matrice en aluminium est toujours hétérogène, cette hétérogénéité représentant des zones riches en particules d'alumines et des zones pauvres en particules d'alumine constitue un milieu favorable pour une corrosion galvanique localisée.

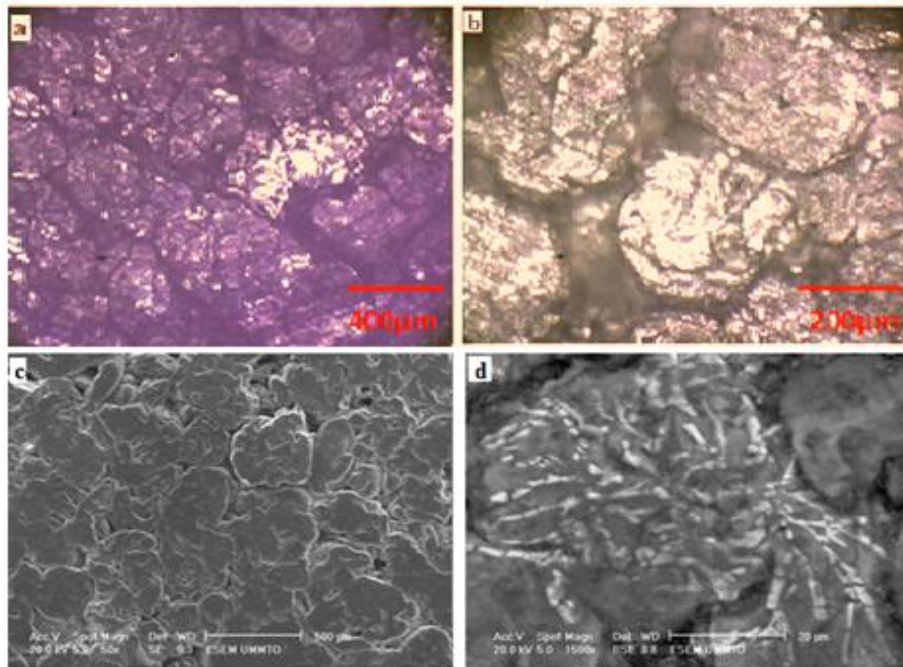


Figure V.17 : Composite à matrice en aluminium renforcé par 3,33% l'alumine, élaboré par compression de 8.347 k N/cm^2 (Echantillon 3) a),b) Microstructure au microscope optique c), d) Image MEB.

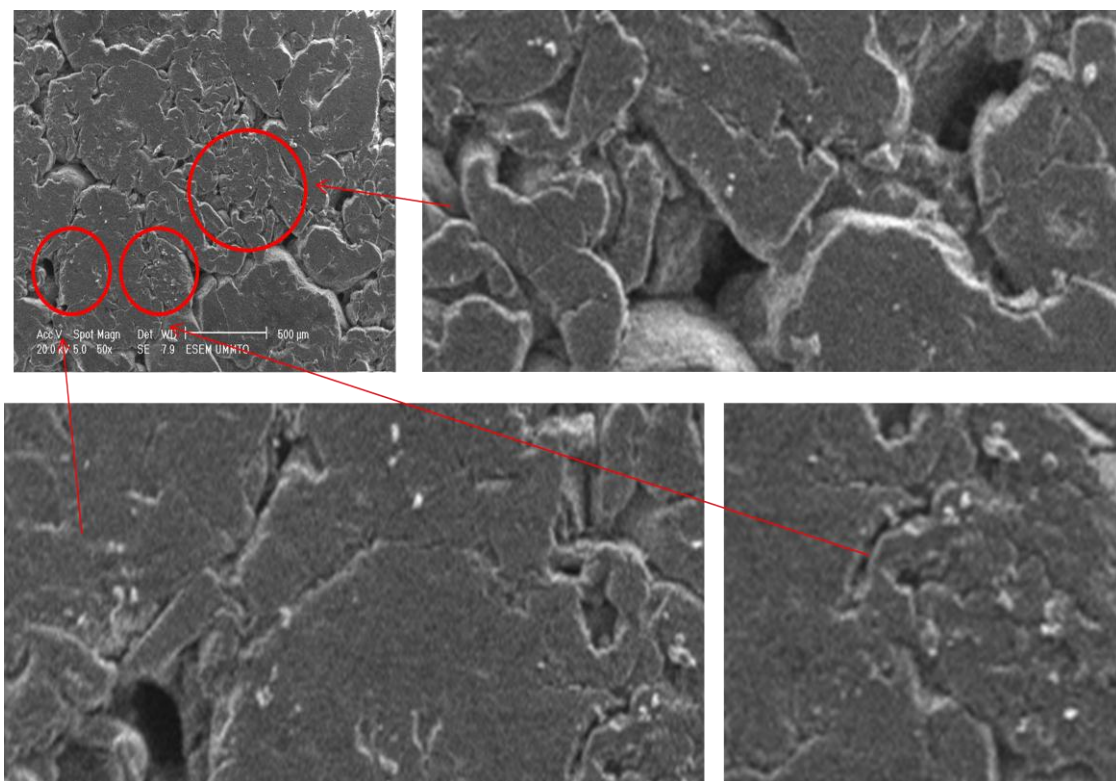


Figure V.18 : Composite à matrice en aluminium renforcé par 3,33% l'alumine élaboré par compression de 8.347 k N/cm^2 (Echantillon 3) : effet loupe de l'image MEB.

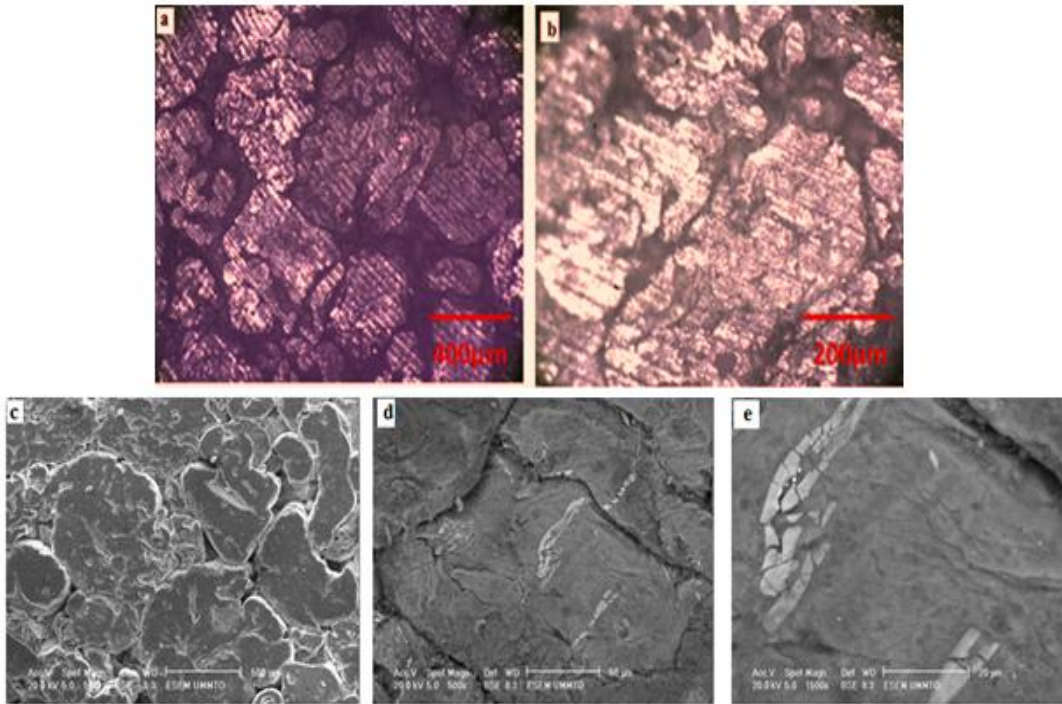


Figure V.19 : Composite à matrice en aluminium renforcé par 6.66 % l'alumine élaboré par compression de 8.347 k N/cm^2 (Echantillon 4) a),b) Microstructure au microscope optique c), d) et e) Image MEB.

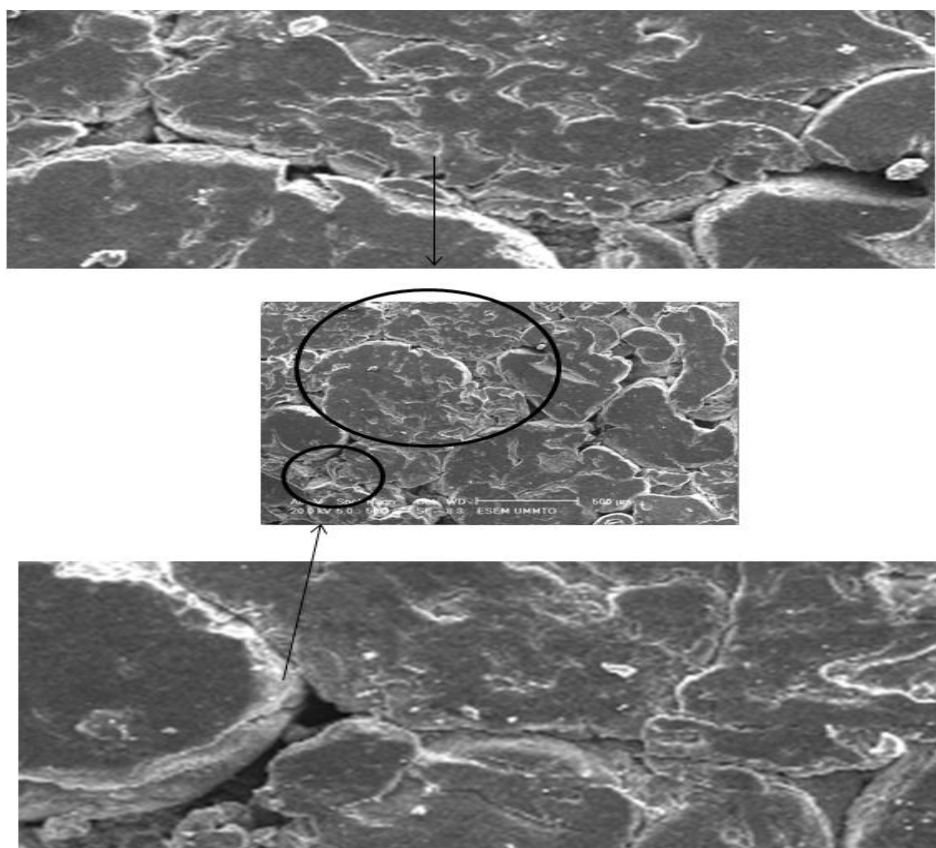


Figure V.20: Composite à matrice en aluminium renforcé par 6.66 % l'alumine élaboré par compression de 8.347 k N/cm^2 (Echantillon 3) : effet loupe de l'image MEB.

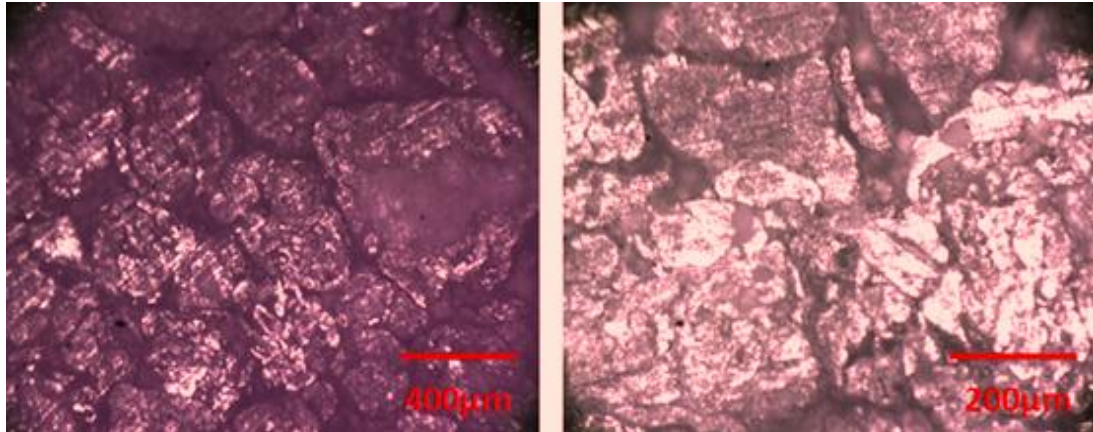


Figure V.21 : Microstructure obtenues au microscope optique du composite à matrice en aluminium renforcé par 10% l'alumine élaboré par compression de 8.347 k N/cm² (Echantillon 5).

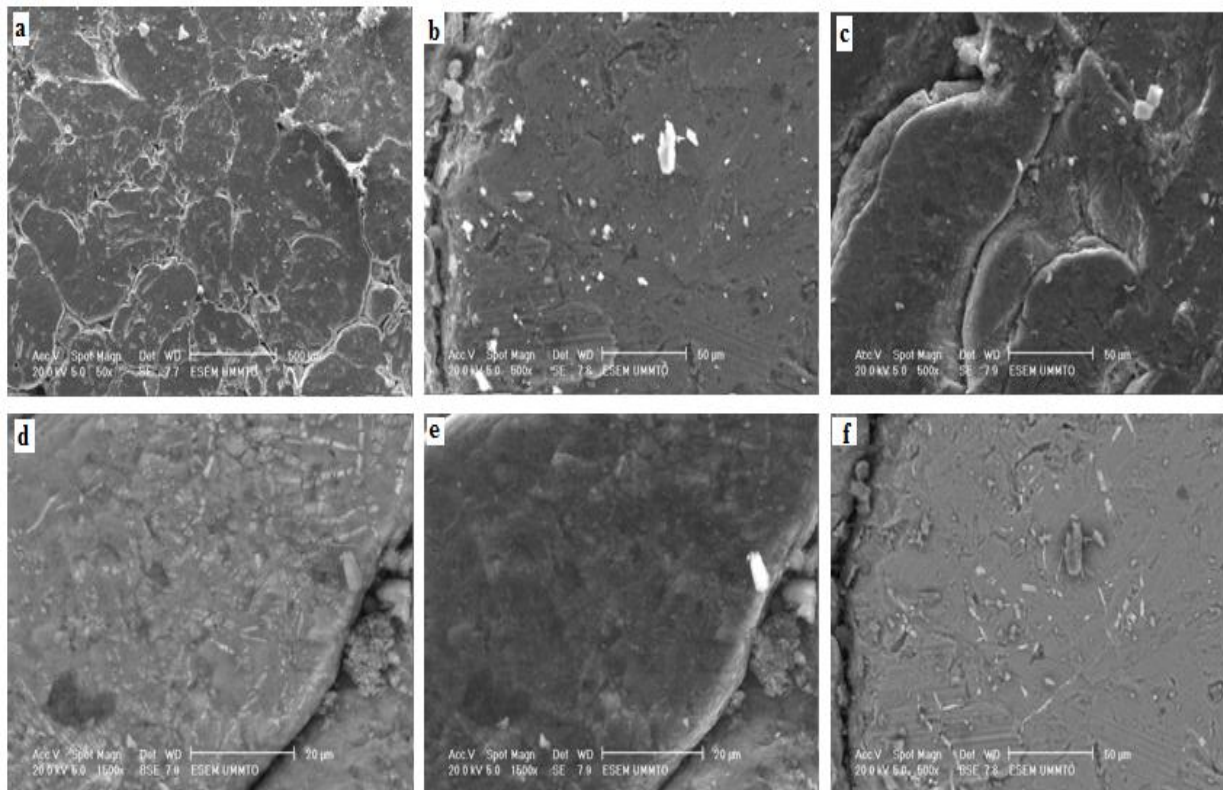


Figure V.22 : Composite à matrice en aluminium renforcé par 10 % l'alumine élaboré par compression de 8.347 k N/cm² (Echantillon 5) a),b) Microstructure au microscope optique a-f Image MEB.

La **Figure V.22** montre que l'interface entre les grains est une zone de stockage des petites particules d'aluminium et d'alumine.

V-4-Caractérisation du composite par dureté sous charge réduite :

La microdureté des différents échantillons est proches malgré que le taux de renforcement à atteint 10% (l'échantillon 5), ceci prouve que les particules d' Al_2O_3 ne sont pas distribuées d'une façon homogène, donc l'ajout des particules d' Al_2O_3 sous forme de poudre pour la poudre d'aluminium suivi d'une compression ne renforce pas le matériau, car la microdureté moyenne de la matrice en poudre d'aluminium est très proche de celles de la matrice pour laquelle on a ajouté des particules de Al_2O_3 sous forme de poudre. Donc le procédé d'élaboration du composite ne donne pas un composite homogène.

L'augmentation de la densité de compression fait augmentée la microdureté de tous les échantillons. Cette augmentation n'est pas due au renforcement par les particules de l'alumine mais plutôt à l'écrasement du matériau par la force de compression. La microdureté des différents échantillons après augmentation de la densité de compression reste toujours proche (Tableau. V-5 et V-6).

V-4-a-Echantillons ayant reçus une compression de 8.347 k N/cm^3 :

Echantillon	1	2	3	4	5
Dureté (HV) à charges réduite (Microdureté)	38	34	38	36	41
	44	29	37	39	38
	42	43	40	36	40
	43	40	40	39	37
	48	34	32	39	45
	47	37	41	40	47
La micro-dureté moyenne	43,66	42,83	38,00	38,16	41,33

Tableau V.5 : Micro-dureté Vickers de la matrice en poudre d'aluminium et du composite à matrice en poudre d'aluminium renforcée par la poudre d'alumine, élaboré par compression sous une charge de 8.347 k N/cm^2 .

V-4-b-Echantillons ayant reçus une compression de 43.051 k N/cm³ :

Echantillon	1	2	3	4	5
Dureté (HV) à charges réduite (Microdureté)	65	63	75	61	56
	67	64	61	57	68
	65	60	59	55	63
	61	53	62	55	56
	62	56	64	57	60
	66	59	64	57	60
La micro-dureté moyenne	64.33	59.16	64.16	57	60.5

Tableau V.6 : Micro-dureté Vickers de la matrice en poudre d'aluminium et du composite à matrice en poudre d'aluminium renforcée par la poudre d'alumine, élaboré par compression sous une charge de 43.051 k N/cm².

V-5-Caractérisation de la morphologie de la corrosion de la matrice en poudre de composite élaborés par compression :

La **Figure V.23** montre l'apparition d'une corrosion localisée au niveau des interfaces entre les grains et au niveau des microcrevasses dans les grains en dehors des grains. Montre aussi la présence d'une corrosion semblable à une corrosion généralisée sur toutes les surfaces des grains de poudres d'aluminium. Ces deux types de corrosion sont probablement dus au phénomène galvanique.

La morphologie et cinétique de corrosion galvanique dépend de la densité surfacique de la porosité représentés par les pores et les interfaces entre les grains. En supposant que la porosité est répartie de manière homogène dans le matériau dans ce cas la morphologie de corrosion est généralisée dans la totalité de la surface du matériau et la cinétique de corrosion est homogène. Mais dans la réalité ce n'est pas ce qui se passe, car les porosités sont réparties d'une manière hétérogène. De ce fait la corrosion qui apparait semble généralisée sur la surface des grains et localisée autour des pores et au niveau des interfaces.

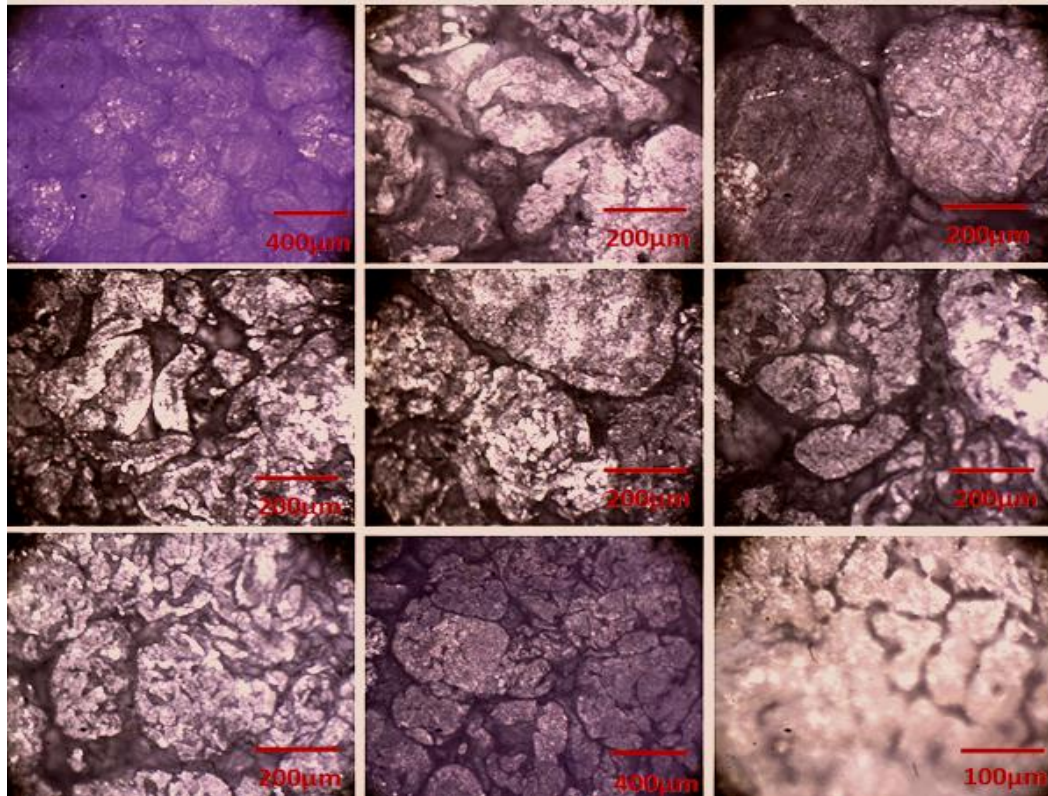


Figure V.23 : Corrosion de la matrice d'aluminium comprimé sous une densité de compression égale à 8.547 k N/cm^3 une semaine dans une solution de 0.3% de NaCl.

Les **Figures de V.24 à V.27**, montrent que l'ajout de l'alumine comme renfort fait augmenter le phénomène de corrosion galvanique et l'augmentation de sa concentration rend la corrosion généralisée et localisée encore plus accentuée.

La corrosion galvanique est un phénomène surfacique, puisqu'elle impose le contact des composants du composite (l'aluminium et l'alumine) avec l'électrolyte impliqués dans le processus électrochimique. La morphologie et cinétique de corrosion galvanique dépend aussi de la densité surfacique des particules d'alumine. En supposant là que les particules d'alumine et la porosité sont réparties de manière homogène dans le matériau, la densité de courant de corrosion galvanique induit une corrosion généralisée dans la totalité de la surface du matériau. Mais ce n'est pas le cas car on assiste à une corrosion qui semble généralisée sur la surface des grains et localisée autour des particules d'alumine et au niveau des porosités et autour des particules d'alumines.

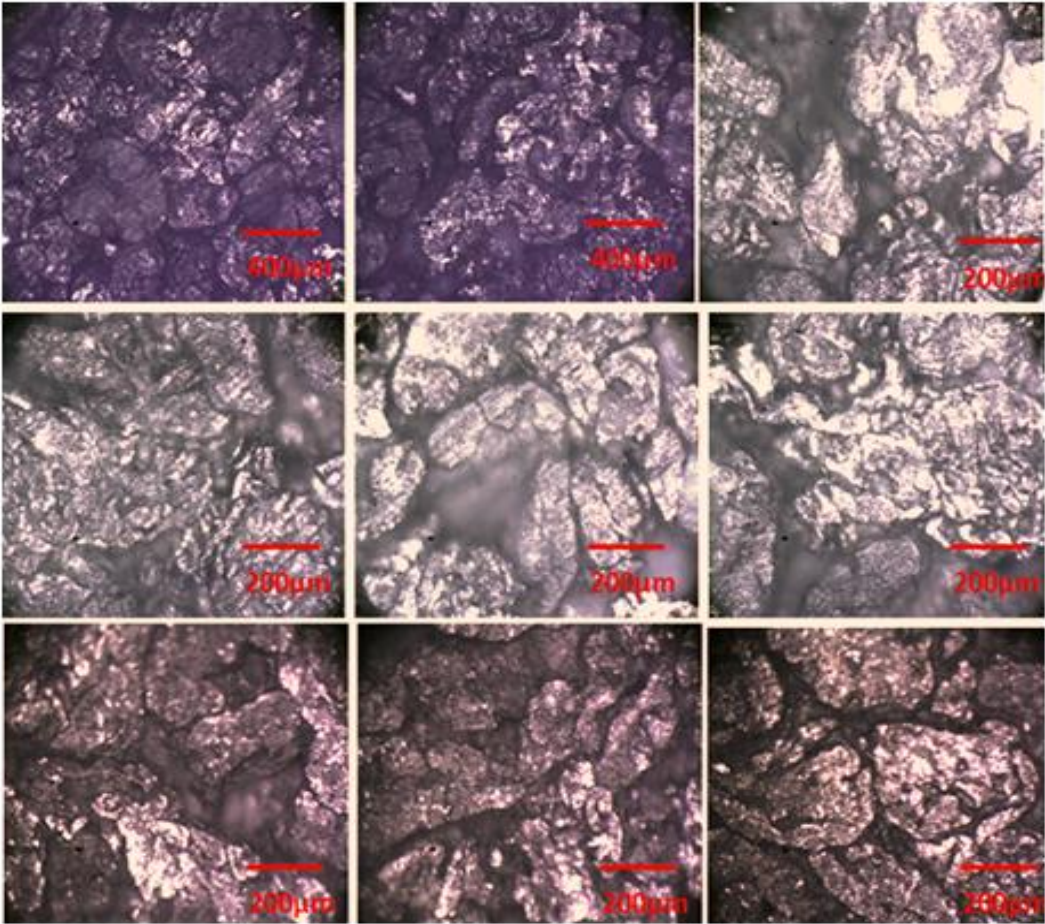
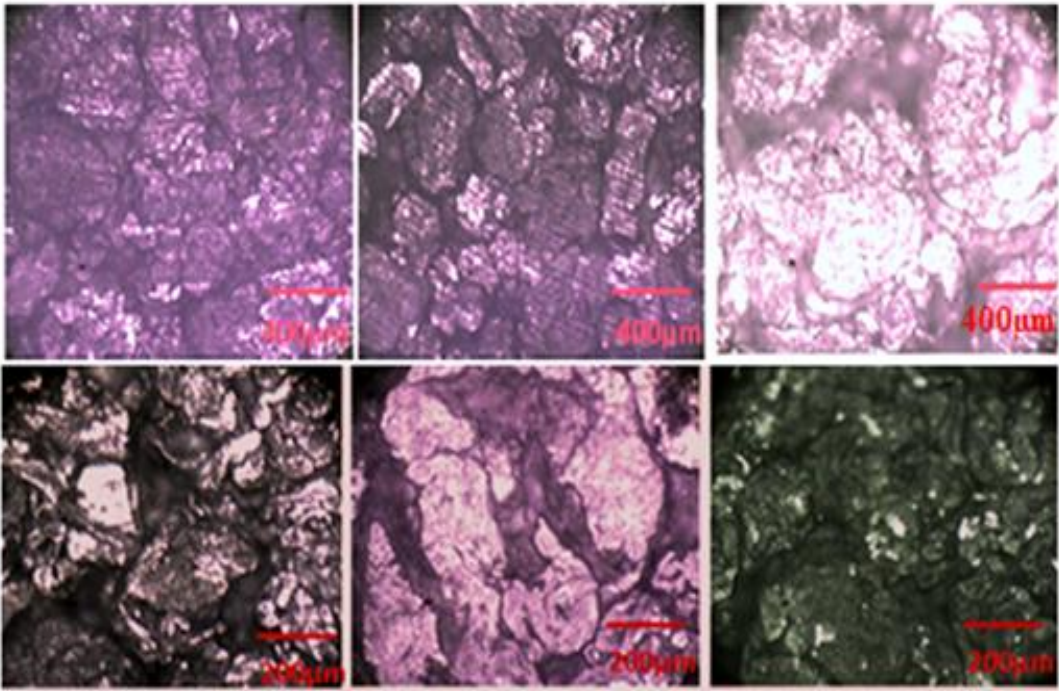


Figure V.24 : Corrosion du composite la matrice d'aluminium renforcé par 1.66% en alumine comprimé sous une densité de compression égale à 8.547 k N/cm^3 une semaine dans une solution de 0.3% de NaCl.



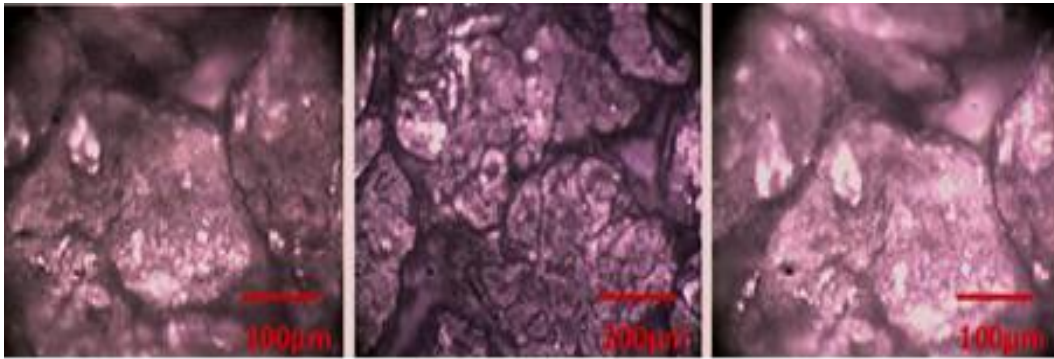


Figure V.25 : Corrosion du composite la matrice d'aluminium renforcé par 3.33% en alumine comprimé sous une densité de compression égale à 8.547 k N/cm^3 une semaine dans une solution de 0.3% de NaCl.

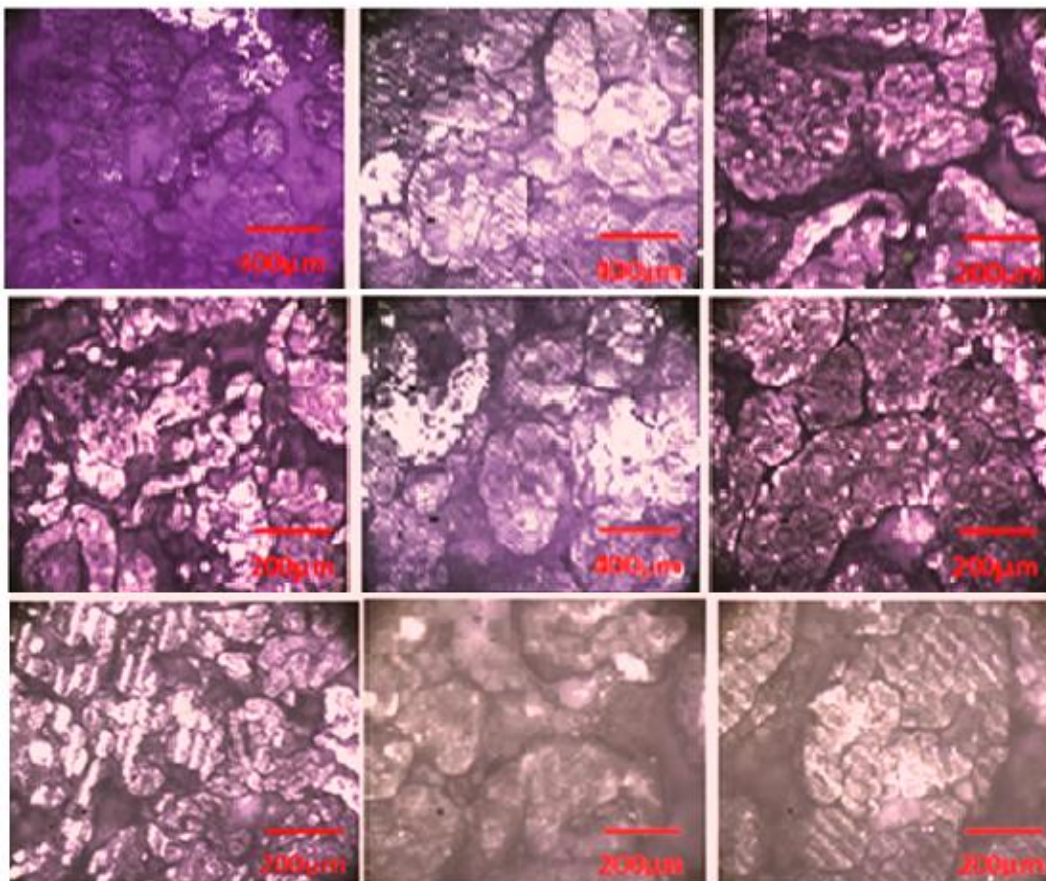


Figure V.26 : Corrosion du composite la matrice d'aluminium renforcé par 6.66 % en alumine comprimé sous une densité de compression égale à 8.547 k N/cm^3 une semaine dans une solution de 0.3% de NaCl.

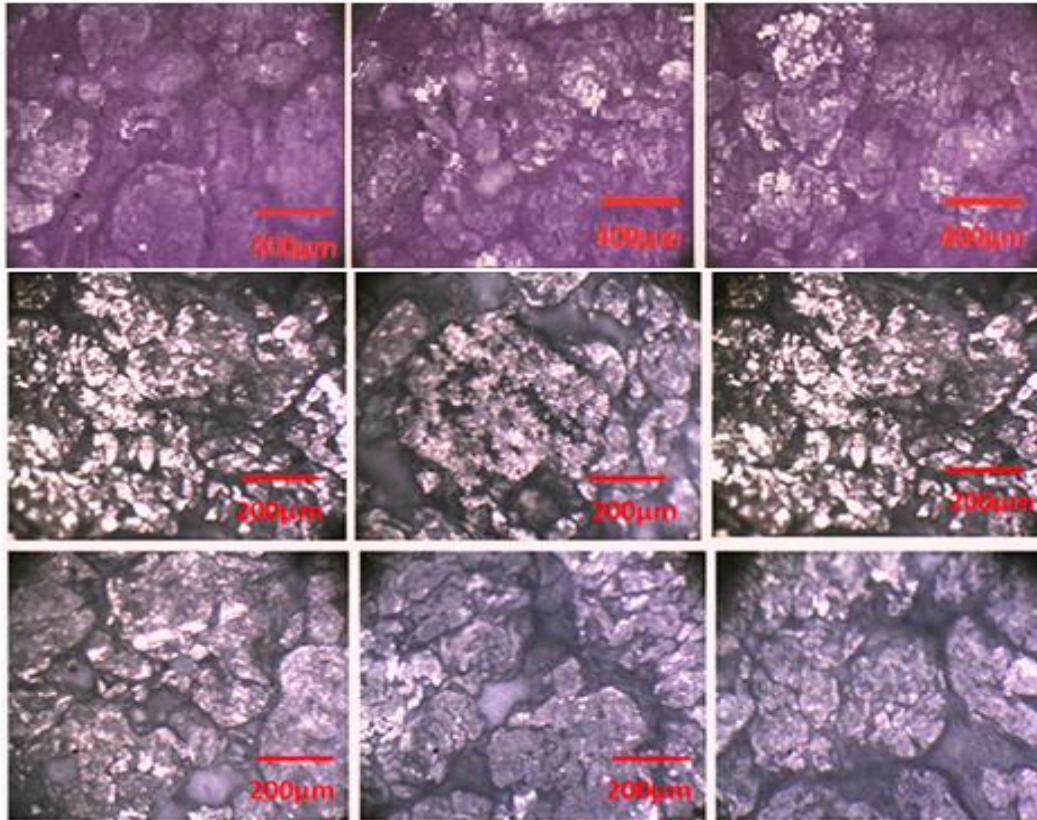


Figure V.27 : Corrosion du composite la matrice d'aluminium renforcé par 10% en alumine comprimé sous une densité de compression égale à 8.547 k N/cm^3 une semaine dans une solution de 0.3% de NaCl.

V-6- Caractérisation de la cinétique de la corrosion de la matrice en poudre d'aluminium et des composite à matrice en poudre d'aluminium renforcé par la poudre d'alumine élaborés par compression :

L'étude de la cinétique de corrosion par le biais de la corrosion libre à la température de 25°C , montre que le potentiel de corrosion libre des différents échantillons est différent dès l'immersion (**Figures V.28 à V.31**) même pour les deux échantillons représentant le composite (E3). La **Figure V.29** montre que le potentiel de la corrosion libre de l'échantillon 1 est égale à celle de l'un des deux échantillons noté E3 à l'immersion malgré que l'échantillon 1 représente la poudre de l'aluminium comprimée et l'échantillon E3 représente un composite de poudre d'aluminium renforcé avec 3.33% de poudre d'alumine comprimé.

Le potentiel de la corrosion libre d'un échantillon E3 est différent de celui d'un autre échantillon (E3) possédant la même composition en poudre d'aluminium et en poudre d'alumine.

La **Figure V.29** montre aussi que le potentiel des 4 échantillons est différent durant les six premières minutes.

- Les (Figures V.29 à V.31) montrent que le potentiel de la corrosion libre des quatre échantillons est différent durant les premières 24 heures, citons comme exemple le potentiel de la corrosion libre après une heure de corrosion des quatre échantillons E1 (-0.75V), E2 (-0.67 V), E3 (-.86 V, -.93V), qui sont complètement différents.
- Le potentiel de la corrosion libre des échantillons E1, E2, E3 convergent avec l'augmentation du temps de corrosion mais celui de l'échantillon E2 est complètement différent (Figure V.28). Après 24 heures pratiquement le potentiel de la corrosion libre de tous les échantillons reste stationnaire ceci implique que le phénomène de passivation est atteint.
- La différence du potentiel de corrosion libre des quatre échantillons est attribuée à l'hétérogénéité de la distribution de l'alumine à la surface des échantillons, c'est pour cette raison que le potentiel de corrosion libre de l'échantillon E3(1) est différent du potentiel de l'échantillon E3(2).

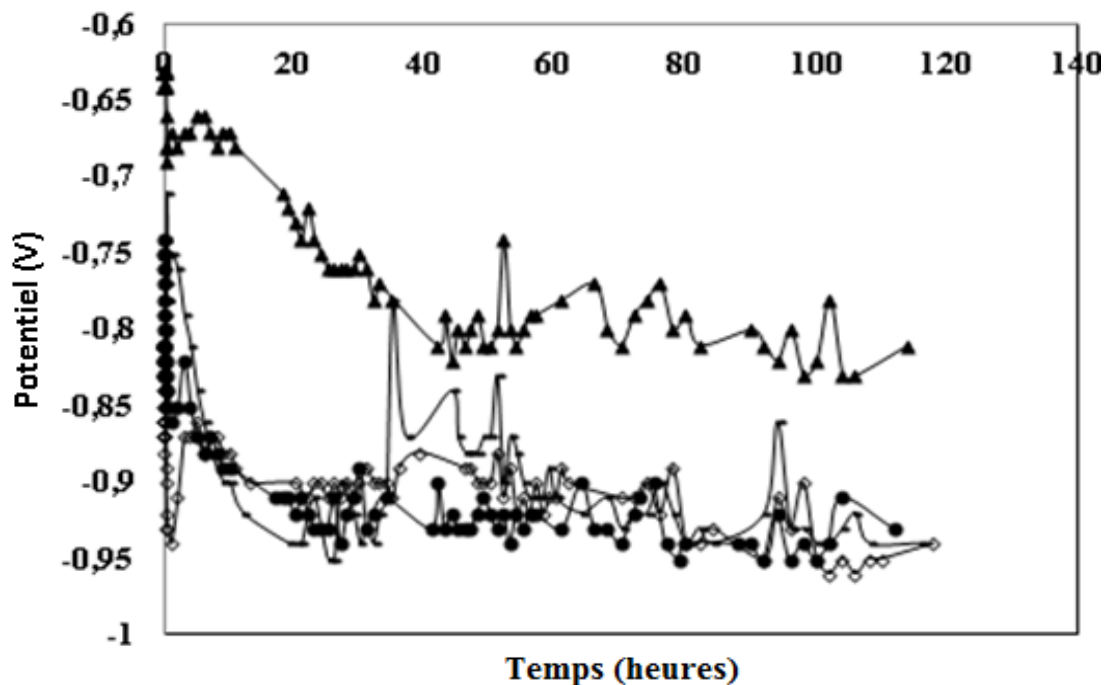


Figure V.28 : Potentiel des échantillons (E1 - , E2 ▲, E3 ◇, ●) durant 140 heures dans une solution de 0.3%NaCl à 25°C.

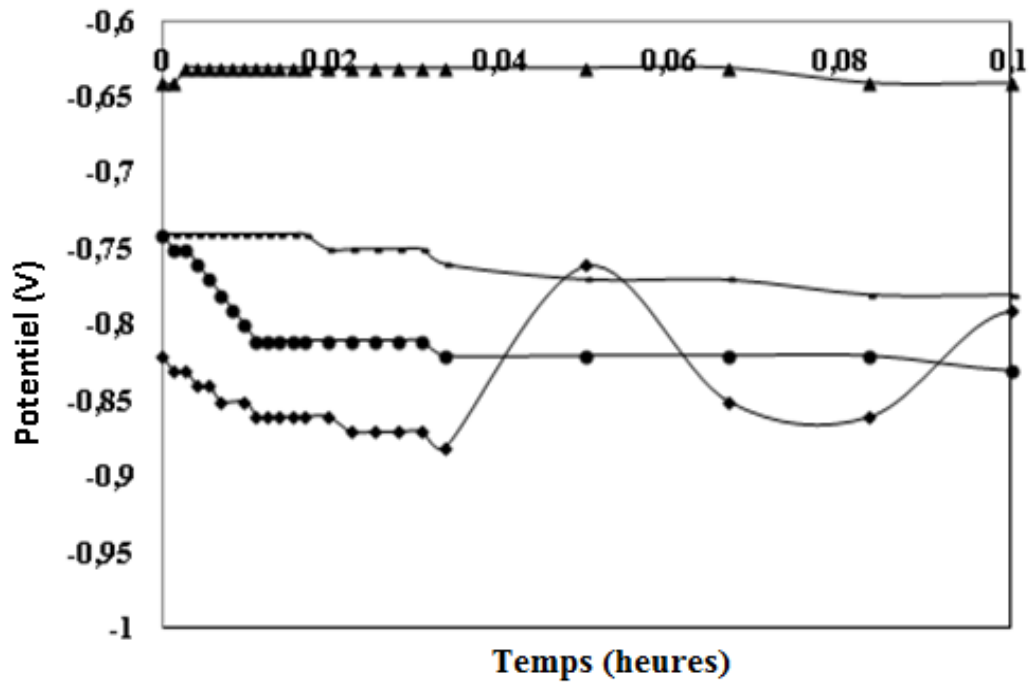


Figure V.29 Potentiel de des échantillons (E1-, E2 ▲, E3, ◆, ●) durant les 6 premières minutes dans une solution de 0.3%NaCl à 25°C.

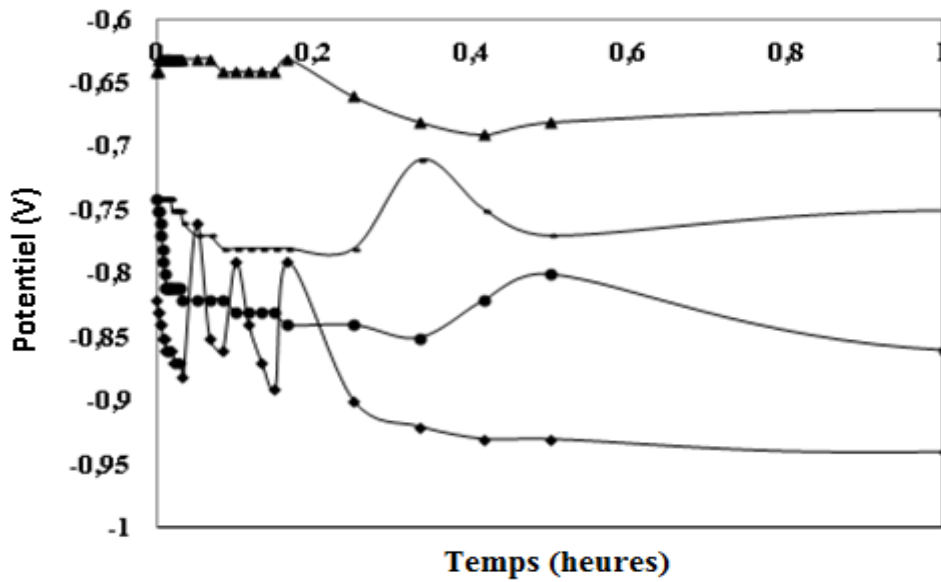


Figure V.30 : Potentiel de des échantillons (E1-, E2 ▲, E3 ◆, ●) durant la première heure dans une solution de 0.3%NaCl à 25°C.

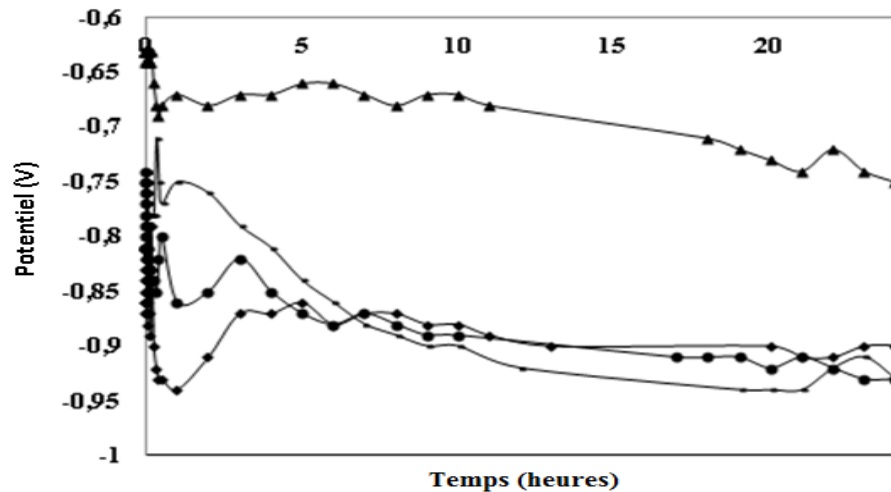


Figure V.31 : Potentiel de des échantillons (E1 -, E2 ▲, E3 ◆, ●) durant les premières 24 heures dans une solution de 0.3% NaCl à 25°C.

L'étude de la cinétique de corrosion par le biais des courbes de polarisations (**Figures V.32-42**) et le (**Tableau V.7**) montre que la cinétique de corrosion des quatre échantillon est différente, le potentiel de corrosion des échantillons E2, E3(1), E3(2) est proche mais inférieur à celui de l'échantillon E1. Ceci-dit l'addition des particules d'aluminine rend le matériau moins noble que la poudre d'aluminium comprimée. La résistance de la polarisation (représentant une résistance à la corrosion) de l'échantillon 1 est la plus grande donc ceci confirme que l'introduction de la poudre l'alumine dans une matrice de poudre d'aluminium augmente la sensibilité à la corrosion du matériau composite à matrice en poudre d'aluminium.

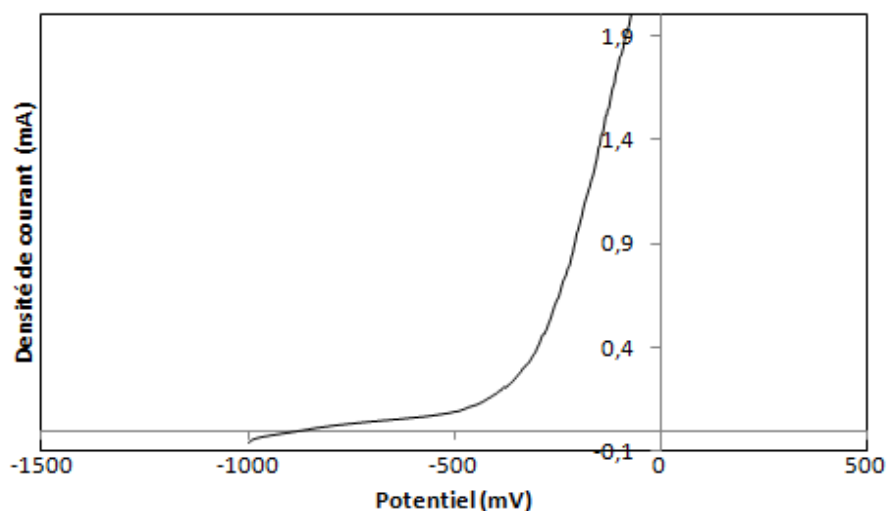


Figure V.32 : Courbe de polarisation de l'échantillon E1 après une heure d'immersion dans la solution de 0.3% de NaCl sous une vitesse de balayage du potentiel égale à 10mV/s à 25°C.

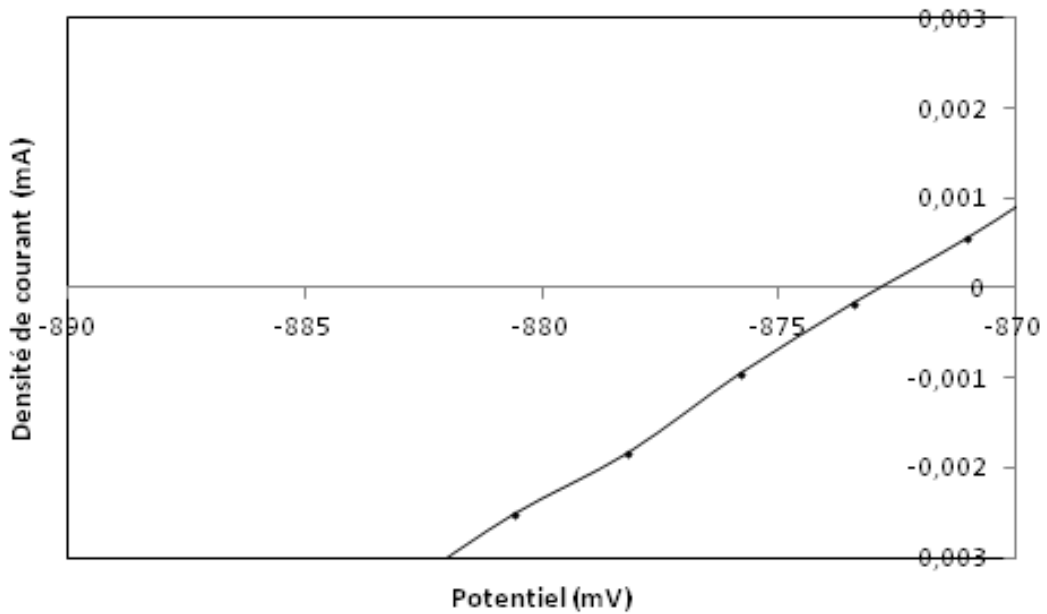


Figure V.33 : effet loupe de la ourbe de polarisation de l'échantillon E1 après une heures d'immersion dans la solution de 0.3% de NaCl sous une vitesse de balayage du potentiel égale à 10mV/s dans la zone du potentiel de corrosion à 25°C.

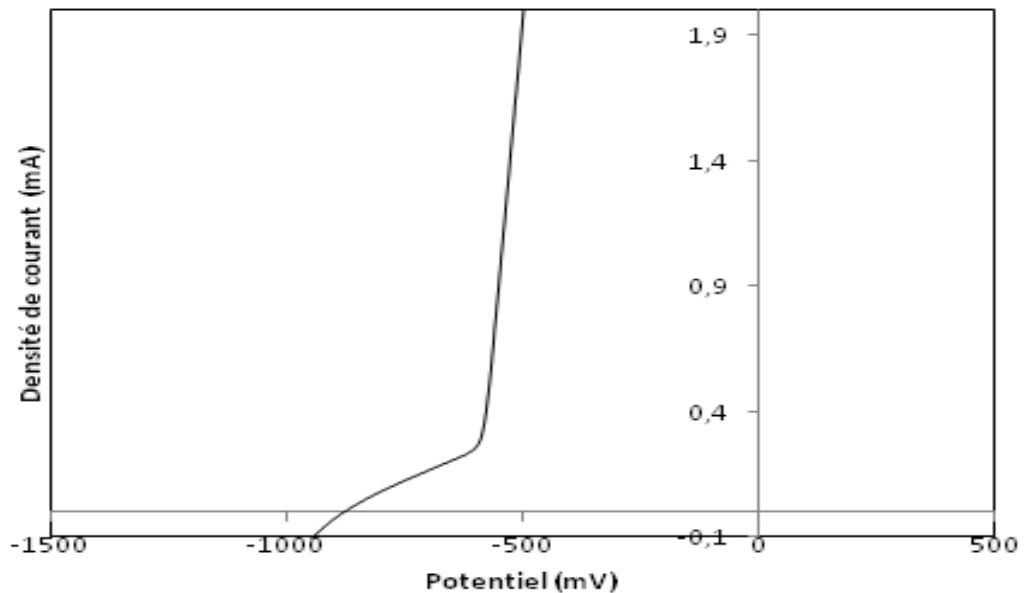


Figure V.34 : Courbe de polarisation de l'échantillon E2 après une heure d'immersion dans la solution de 0.3% de NaCl sous une vitesse de balayage du potentiel égale à 10mV/s à 25°C.

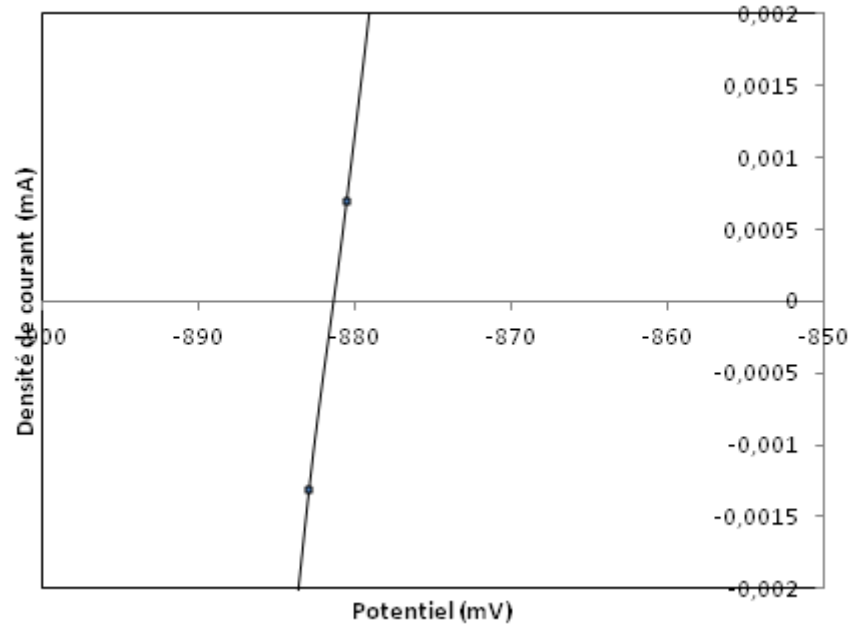


Figure V.35 : effet loupe de la courbe de polarisation de l'échantillon E2 après une heures d'immersion dans la solution de 0.3% de NaCl sous une vitesse de balayage du potentiel égale à 10mV/s dans la zone du potentiel de corrosion à 25°C.

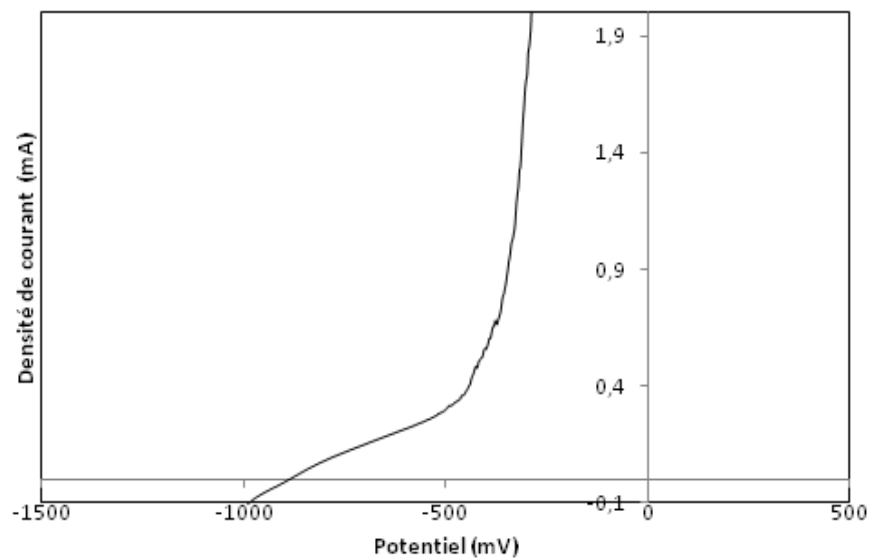


Figure V.36 : Courbe de polarisation de l'échantillon E3(1) après une heure d'immersion dans la solution de 0.3% de NaCl sous une vitesse de balayage du potentiel égale à 10mV/s à 25°C.

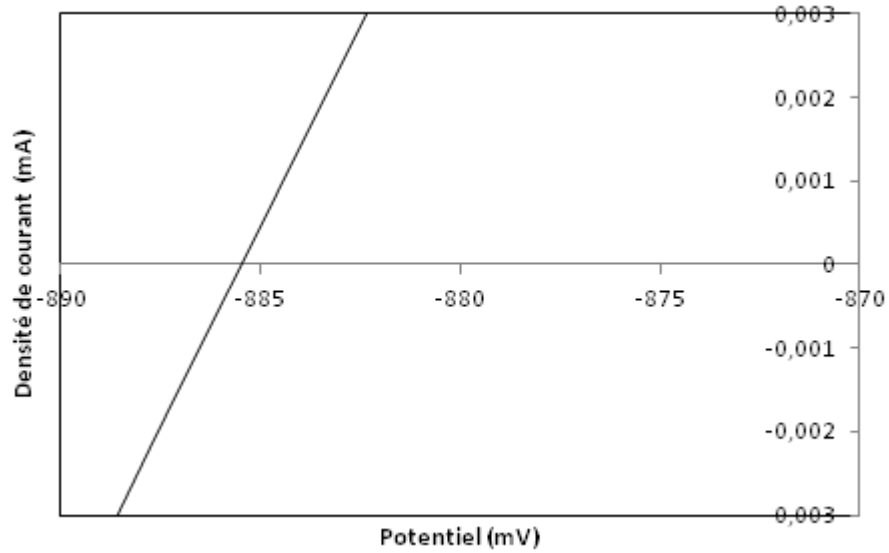


Figure V.37 : effet loupe de la courbe de polarisation de l'échantillon E3 (1) après une heures d'immersion dans la solution de 0.3% de NaCl sous une vitesse de balayage du potentiel égale à 10mV/s dans la zone du potentiel de corrosion à 25°C.

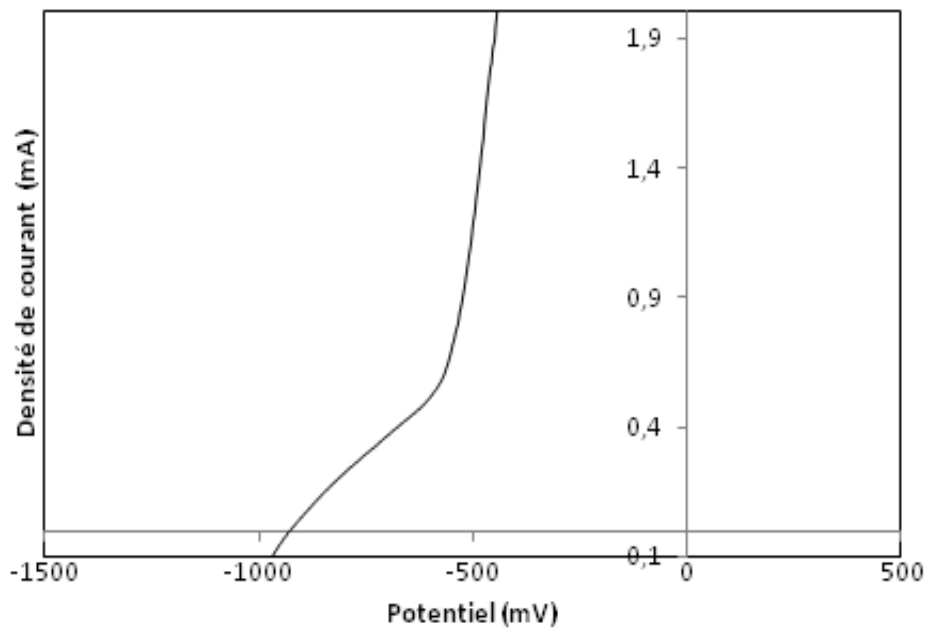


Figure V.38 : Courbe de polarisation de l'échantillon E3(2) après une heure d'immersion dans la solution de 0.3% de NaCl sous une vitesse de balayage du potentiel égale à 10mV/s à 25°C.

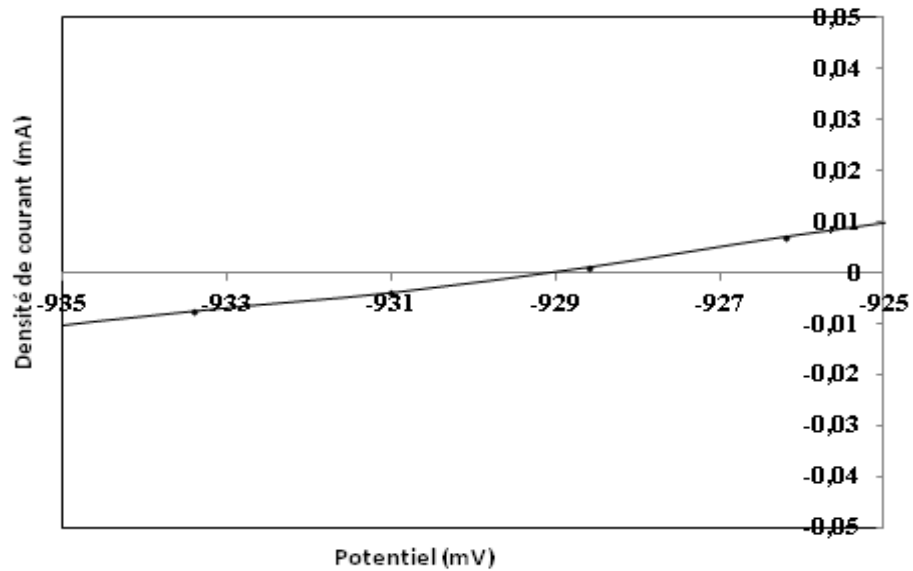


Figure V.39 : effet loupe de la courbe de polarisation de l'échantillon E3 (2) après une heure d'immersion dans la solution de 0.3% de NaCl sous une vitesse de balayage du potentiel égale à 10mV/s dans la zone du potentiel de corrosion à 25°C.

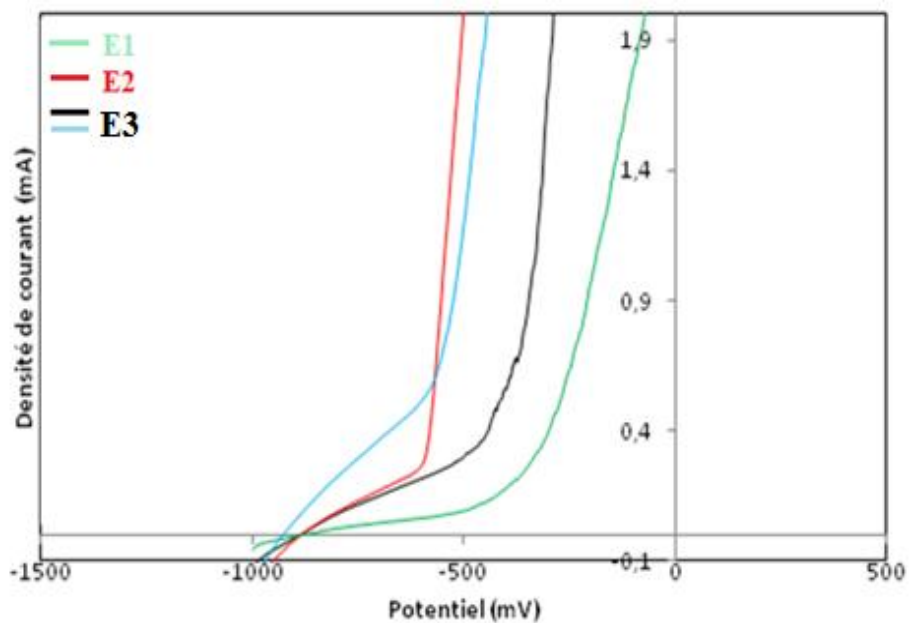


Figure V-40 : Courbe de polarisation de l'échantillon E1, E2, E3(1), E3(2) après une heure d'immersion dans la solution de 0.3% de NaCl sous une vitesse de balayage du potentiel égale à 10mV/s à 25°C.

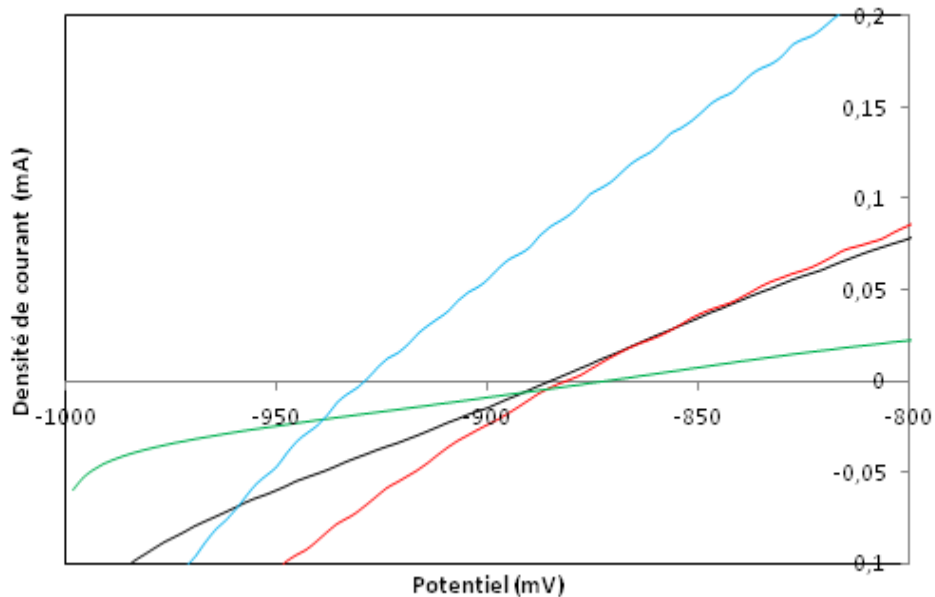


Figure V.41 : Effet loupe de la courbe de polarisation de l'échantillon E1, E2, E3(1), E3(2) après une heure d'immersion dans la solution de 0.3% de NaCl sous une vitesse de balayage du potentiel égale à 10mV/s entre -1000 mV et -800 mV à 25°C.

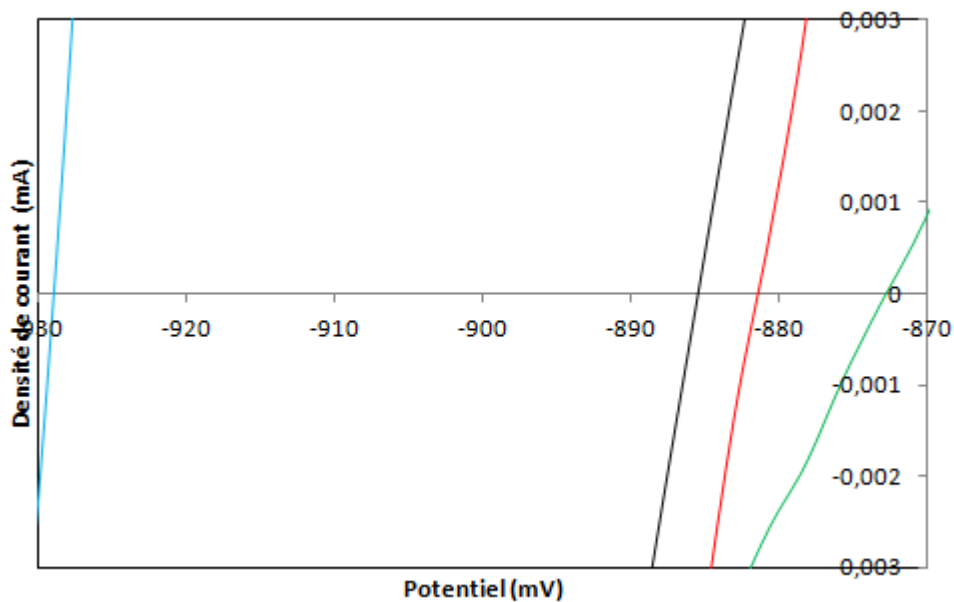


Figure V.42 : effets loupe de la courbe de polarisation de l'échantillon E1, E2, E3(1), E3 (2) après une heure d'immersion dans la solution de 0.3% de NaCl sous une vitesse de balayage du potentiel égale à 10mV/s dans la zone du potentiel de corrosion (entre -880 mV et -870 mV) à 25°C.

Echantillon	1	2	3 (1)	3 (2)
Potentiel de corrosion (mV)	-872	-882	-929	-885
Resistance de polarisation	3337.96	218.18	436.36	1043.47

Tableau V-7-Resistances de polarisation et potentiel de corrosion des échantillons E1, E2, E3(1), E3(2) après une heure d'immersion dans la solution de 0.3% de NaCl à 25°C.

V-7-Characterisation d'effet d'augmentation de la température sur le potentiel de la corrosion libre de la matrice en poudre d'aluminium et des composite à matrice en poudre d'aluminium renforcé par la poudre d'alumine élaborés par compression :

L'augmentation la température de corrosion de 5 °C (la corrosion à 30°C) semble varie le domaine le potentiel de corrosion libre, à 25°C ce domaine ait compris entre -0.95V et -0.63V tandis que pour une corrosion à une température de 30°C ce domaine est compris entre -0.8 V et -0.3V. Mais en réalité ce n'est pas la température qui à provoquée ce changement parce que il n'ya pas une grande différence entre 25°C et 30°C. Cette variation est due à la variation de la surface, étant donné que la répartition des particules de l'alumine est hétérogène, la surface varie en fonction de l'épaisseur de l'échantillon et varie d'un échantillon à un autre du même mélange.

Le potentiel de corrosion libre des différents échantillons après une heure d'immersion est -0.74 pour E1, -0.47 pour E2, -0.77 pour E3(1), -0.6 pour E3(2), ce résultat confirme cette hypothèse par ce que le potentiel de corrosion libre de l'échantillon 1 est le même, dans le cas d'une corrosion à 25 °C et à 30°C, ceci à été remarqué même à l'immersion.

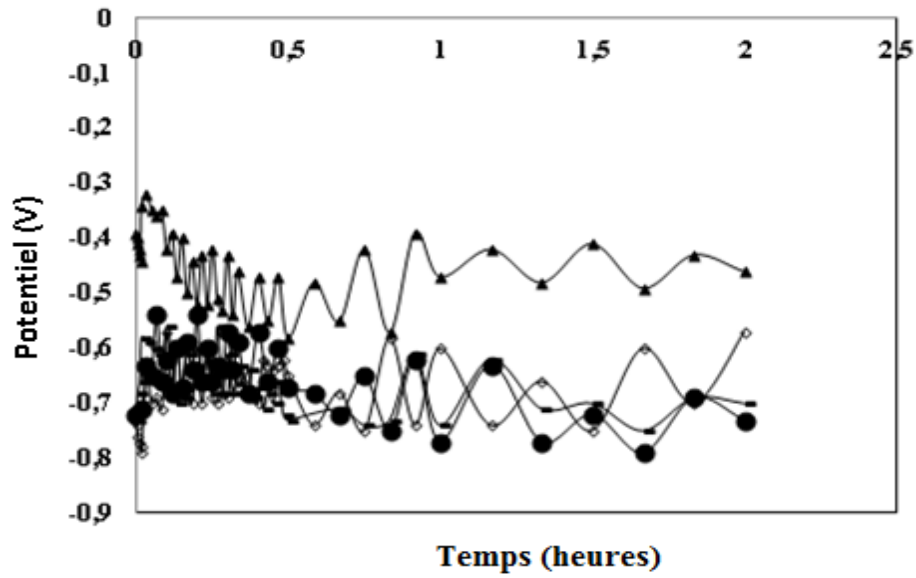


Figure V.43 : Potentiel des échantillons (E1 -, E2 ▲, E3 ◊, ●) durant 2h heures dans une solution de 0.3%NaCl à 30°C.

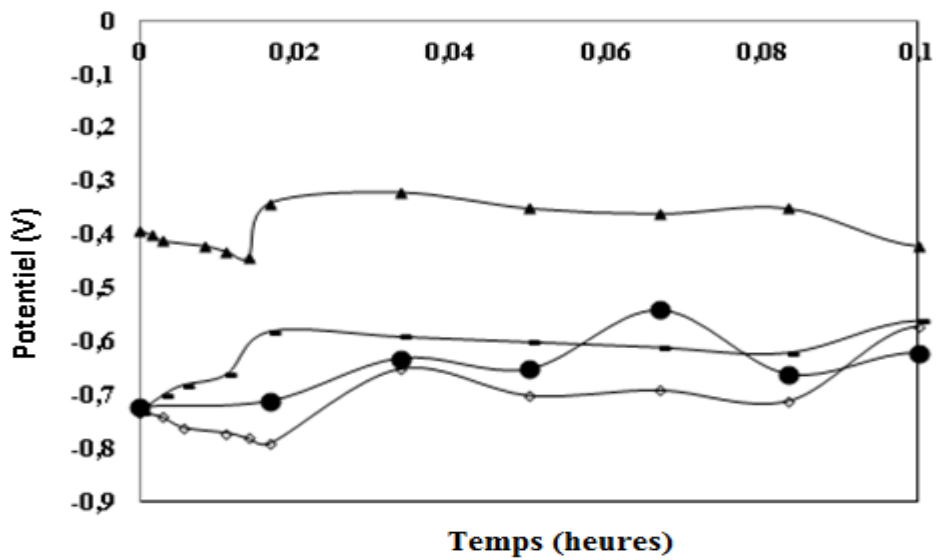


Figure V.44 : Potentiel des échantillons (E1 -, E2 ▲, E3 ◊, ●) durant les premières 6 minutes dans une solution de 0.3% NaCl à 30°C.

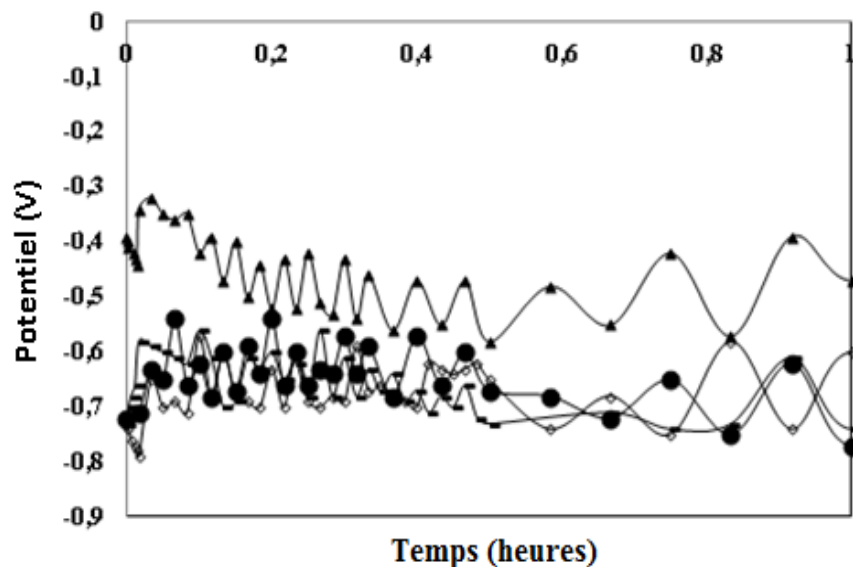


Figure V.45 : Potentiel des échantillons (E1 \square , E2 \blacktriangle , E3 \diamond , \bullet) durant la première heure dans une solution de 0.3%NaCl à 30°C.

V-7-1-Caractérisation par le test du couplage galvanique :

Le couplage galvanique des échantillons 2 et 3(1), 3(2) avec l'échantillon 1 montrent l'existence d'une différence de potentiel différente dans les trois tests ceci confirme l'existence d'une hétérogénéité de distribution de la poudre d'alumine dans le composite de matrice en poudre d'aluminium. En plus de cette hétérogénéité ce test montre aussi que l'addition de la poudre d'alumine pour la poudre d'aluminium constituant le composite comprimé par traction modifié le comportement à la corrosion.

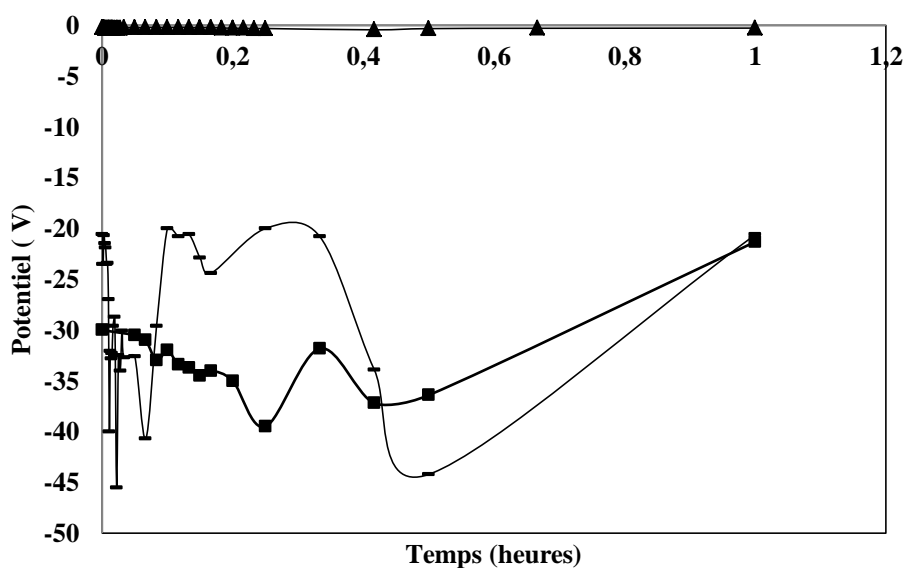


Figure V.46 : Potentiel des échantillons (E2 \blacktriangle E3 (1) \square , E3(2) \blacksquare) durant la première heure dans une solution de 0.3% NaCl à 25°C en couplage galvanique avec l'échantillon 1.

V-8-Caractérisation de la composition en phase par la diffraction des rayons X classique:

Les Diffractogrammes obtenues pour les échantillons 2 et 5 par la diffraction classique montrent que la distribution de l'alumine est hétérogène, le pourcentage de l'alumine obtenu est de 4.57% pour l'échantillon 2, et de 4.41% pour l'échantillon 5. Ceci dit que ces valeurs représentent le pourcentage de l'alumine sur une couche de profondeur maximale de 35µm du moment que nous avons utilisé une diffraction des rayons X classique et l'addition de l'alumine pour l'échantillon 2 est de 1.66% tandis que l'addition de l'alumine pour l'échantillon 5 est de 10%. Ceci prouve que le procédé d'élaboration du composite par compression mécanique d'un mélange de poudres mélangées dans par agitation manuelle dans un récipient pendant 11 minutes ne donnent jamais un mélange homogène donc le composite du mélange poudres d'aluminium/alumine n'est pas homogène.

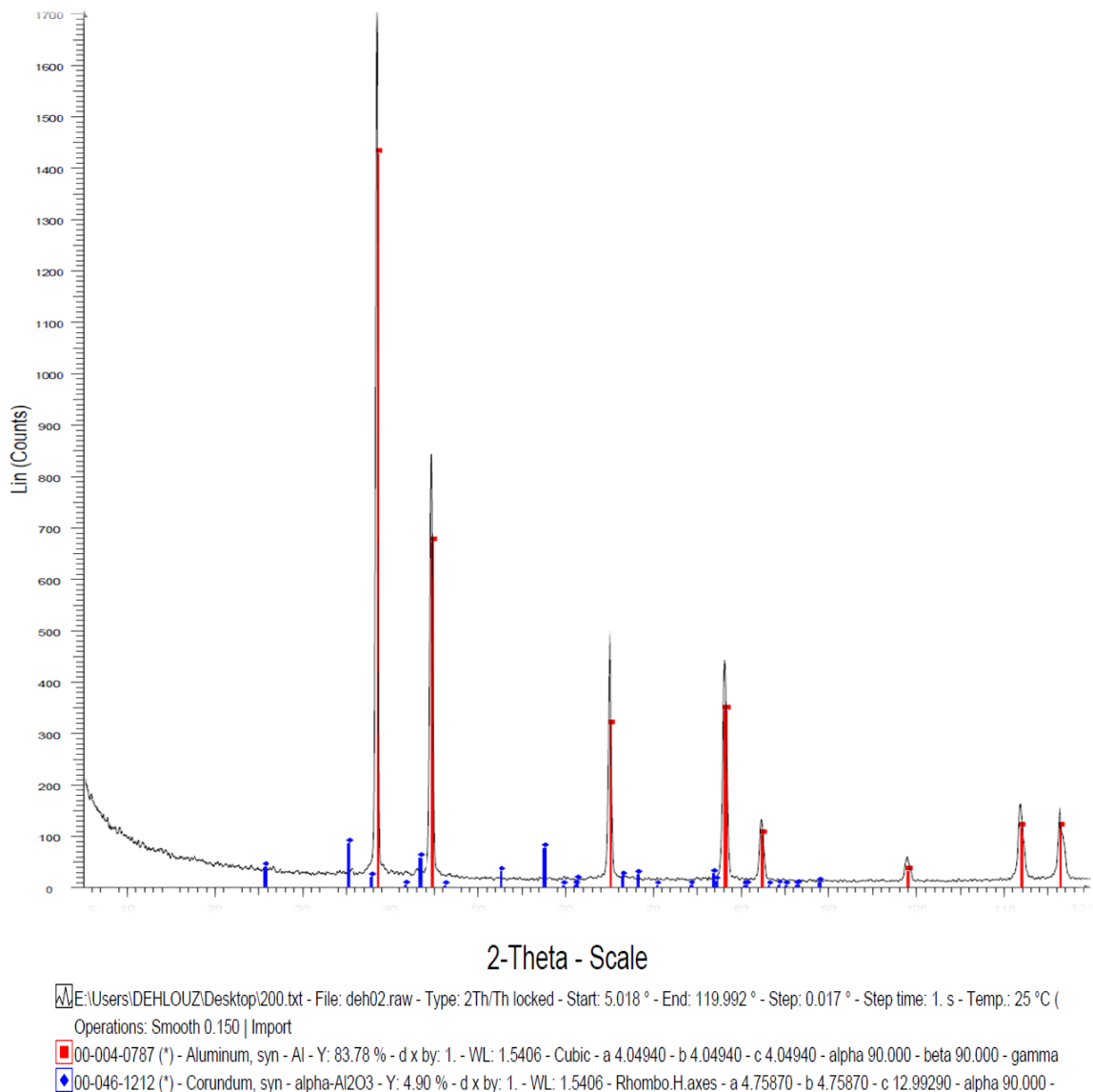


Figure V.47 : Diffractogramme de l'échantillon 2.

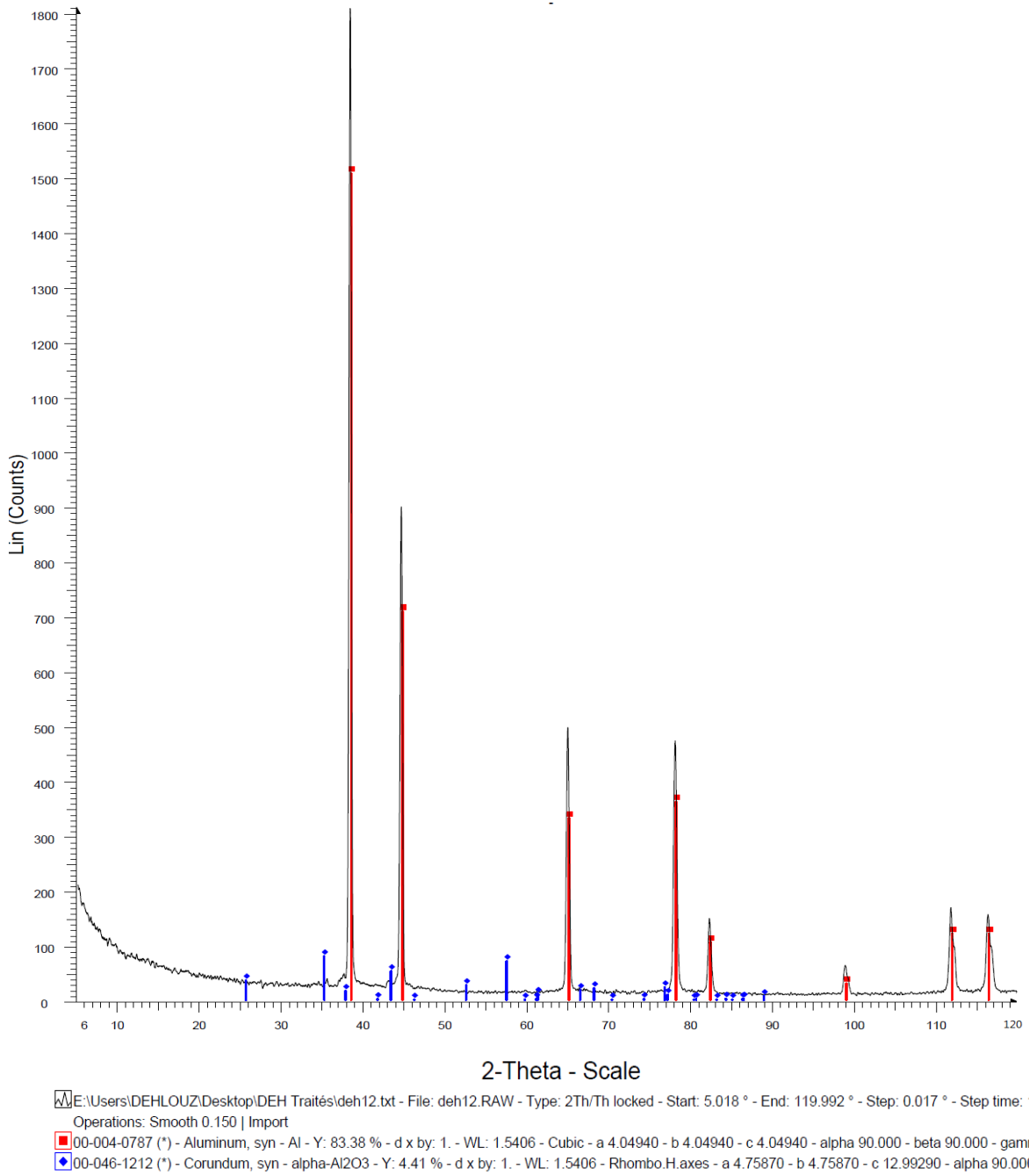


Figure V.48 : Diffractogramme de l'échantillon 5.

Conclusion générale

***Étude et caractérisation d'un matériau composite
poudre aluminium/alumine (Al_2O_3)***

Conclusion générale

L'objectif de cette étude été l'étude du comportement d'un composite à matrice en métallique en poudre aluminium renforcé par la poudre d'alumine élaboré par compression mécanique suite a un mélange par agitation manuel dans un récipient contenant les poudres.

L'ensemble des résultats obtenus ont met en évidence les points suivants :

- 1) Le mélange de la poudre d'aluminium à la poudre d'alumine n'est pas un mélange homogène.
- 2) L'étude statistique de la poudre d'aluminium et de l'alumine montre que les tailles des grains de poudres d'aluminium et de poudre d'alumine sont variables.
- 3) L'étude de la surface avant corrosion a révélé que la poudre d'aluminium pure et le composite élaborés par compression sous une densité de compression de 8.347 k N/cm³ ou bien de 43.051 k N/cm³, comportent une porosité considérable.
- 4) Le test de dureté sous des charges réduites montre que la dureté du composite élaboré par compression dépend de la densité de compression.
- 5) Aucune variation notable de la dureté n'a été observée en fonction de la concentration de l'alumine à la surface, ceci est dû l'hétérogénéité de distribution de l'alumine.
- 6) L'étude du comportement à la corrosion a montré que l'addition de l'alumine en poudre pour la matrice d'aluminium en poudre fait augmenter la sensibilité à la corrosion du composite.
- 7) La morphologie de corrosion du composite renforcé par l'alumine est accentuée après une semaine de corrosion dans une solution de 0.3% NaCl. La cinétique de corrosion et la résistance de polarisation dépendent du taux de l'alumine à la surface.
- 8) Plus le taux de l'alumine en surface est grand, plus la résistance de polarisation est petite.
- 9) Le couplage galvanique montre que quelque soit la surface du composite, celle-ci a un potentiel inférieur à celui de la poudre d'aluminium compressée.

Référence Bibliographiques

***Étude et caractérisation d'un matériau composite
poudre aluminium/alumine (Al_2O_3)***

Références bibliographiques

Chapitre I :

[1]: **R. Develay**, « Propriétés de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroyés ». Techniques de l'Ingénieur. Editions T.I, 1992.

[2]: **Adrien Laurino**, « Intégration des alliages d'aluminium dans le câblage électrique automobile: procédés de mise en forme, microstructure et durabilité », Thèse de Doctorat, INP Toulouse, 2012.

[3]: **L.F. Mondolfo**, « Aluminium Alloys: Structure and Properties », Butterworths & Co. Ltd, London, 1976.

[4] : **R. Buttoudin**, « L'aluminium raffiné pour les condensateurs électrolytiques ». *Soc. Des Électr. et Électron.*, pp. 157 - 160, (déc. 1986).

[5]: **H.W.L. Phillips**, « Annotated Equilibrium Diagrams of Some aluminium Alloys Systems », 1959.

[6]: **M .E. Drits, E.S. Kadaner, E.M . Padezhnova, L.L. Rokhlin, Z.A. Sviderskaya and N.I. Turkina**, « Phase Diagrams of Aluminium and Magnesium Based Systems », 1977.

[7]: **N.A. Belov, D.G. Eskin and A.A. Aksenov**, « Iron in Aluminium Alloys: impurity and Alloying Element », 2002.

[8]: **N.A. Belov, D.G. Eskin and A.A. Aksenov**, « Multicomponent Phase Diagrams: Applications for Commercial Aluminium Alloys », *first edition, Elsevier Ltd*, Oxford, 2005.

[9]: **B. Sundmam, I. Ohnuma, N.Dupin, U.R. Kattner and S.G. Fries**, « An assessment of the entire Al-Fe system including D03 ordering », *Acta Materialia*, vol.57, pp.2896-2908, 2009.

[10]: **Develay. R**, « Données numériques sur l'aluminium non allié ». Techniques de l'ingénieur M443.

[11]: **L. Guillet**, « les Métaux légers et leurs alliages », édition Dunod, Vol. 2 ,pp.1936-1940 .

[12]: **C. Vargel**. « Corrosion de l'aluminium », Dunod, Paris, 1999.

[13]: **F.J.M. Houssonne**, « Céramiques pour composants électriques », Techniques de l'ingénieur. traité Electronique ; E1820.

[14]: **I. Levin, D .Brandon**, « Metastable alumina polymorphs: crystal structures and transition sequences », *J. Am. Ceram. Soc.*, 1998, 81, (8), pp.1995 -2012.

[15]:**Philippe Voisin**, « Métallurgie extractive de l'aluminium, technique de l'ingénieur, M 2340.

[16]: <http://aluminium.hot.lu/alumine>.

[17]: <http://www.goodfellow.com/csp/active/static/F/Alumine.HTML>.

Chapitre II :

[1] : **Salim Dermakar**, « Matériaux composites à matrice métallique », Technique de l'ingénieur, M 250.

[2] : **Michel Dupeux**, « Aide-mémoire de science des matériaux », Edition Dunod, 2005.

[3] : **Serge Étienne**, Laurent David, Émilie Gaudry, Philippe Lagrange, Julian Ledieu et Jean Steinmetz, « Les matériaux de A à Z - 400 entrées et des exemples pour comprendre », Edition Dunod, 2008.

[4]: « Engineered Materials Handbook », Vol. 1 Composites, Metals Park (Ohio) 44073, ASM International, USA (1987).

[5] :**J.W.Weeton,D.M.Peters et K.L.Thomas**, « Engineers'Guide to Composite Materials : Guide de l'ingénieur dans les composites», ASM(American Society for Metals), Metals Park (Ohio) 44073, USA (1987).

[6] : **R .Naslain**, « Introduction aux matériaux composites », T.2, Matrices métalliques et céramiques, 491 p. Éd. CNRS (1985).

[7]: **C.Flake .Campbell**, In « Manufacturing Technology for Aerospace Structural Materials » ,Campbell, C. Ed. Elsevier Science,(2006).

[8]: **J.V.Milewski., F.D.Gac**, J.J.Petrovic et S.R.. Skaggs, « Growth of beta-silicon carbide whiskers by the VLS process cc, *Journal of Materials Science*,Vol. 20, pp. 1160, éd. Champan and Hall (1985).

[9] : **J.J.Petrovic, J.V.Milewski, D.L. Rohr et F.D.Gac**, « Tensile mechanical properties of SiC whiskers (Propriétés mécaniques en traction des trichites de SiC ». *Journal of Materials Science*, Vol.20, pp. 1167, éd. Chapman and Hall (1985).

[10]: **J.W.Kaczmar, K.Peiterzak, W. Wlosinski**, « the production and application of metal matrix composites materials », *journal of materials processing technology*, 106,pp. 58-67, 2000.

[11]: **J.A.Cornie, A.Mortensen et M.C. Flemings**, **Wetting**, « fluidity and solidification in metal matrix composite castings : a research summary », *6th International conference on composite materials*, vol. 2, pp. 297-319, Elsevier Applied Science Publishers Ltd (1987).

[12]: **D.L. McDanel**, Analysis of stress-strain, « fracture and ductility behavior of aluminum matrix composites containing discontinuous silicon carbide reinforcement, *Metallurgical Transactions A*», vol. 16A, pp. 1105-15, juin 1986.

[13]: **A.P. Divecha, S.G. Fishman et S.D. Karmarkar**, « Silicon carbide reinforced aluminum-a formable composite », *Journal of metals*, pp. 12-7, sept. 1981.

[14] : **R.J. Davies , M. Ritchffi, R.L. Trumper**, « applications marines des composites a matrice métallique d'aluminium assembles par collage », *La construction navale en composites*. Paris, 7-9 décembre, 1992 Ifremer, Actes de colloques n° 15, communication n° 44.

[15] : **S. Payan**, « Comportement à la corrosion galvanique de matériaux composites à matrice d'alliage d'aluminium renforcée par des fibres de carbone haut-module », THÈSE de doctorat, Université Bordeaux I, 2001

[17] : **Berthelot**. « Matériaux composites : comportement mécanique et analyse des structures Masson », 2ème édition, 1996.

[18] : **D. François, A. Pineau, A. Zaoui**, «Comportement mécanique des matériaux». Edition, Hermes, Vol.1, 1990.

Chapitre III:

[1]: **M.C. Porter, E.G.Wolff**, « Advances in Structural Composites », Vol. 12, *12th National Symposium and Exhibit, Anaheim, CA, AC-14*. 1967.

[3]: **W. H. Pfeifer**, « Hybrid and Select metal matrix composites: a state-of-the-art review ». W. Renton. New York, *American Institute of Aeronautics and Astronautics*. pp.159 –252, 1977.

[3]: **A. Turnbull**, « Review of corrosion studies on aluminum metal matrix composites », *British Journal Corrosion*, Vol. 27, pp. 27-35, 1992.

[4]: **S. L .Coleman, V. D. Scott, B. Mcenany**, « Corrosion behaviour of aluminium-based metal matrix composites » *Journal of Materials Science*, Vol. 29, pp. 2826-2834, 1994.

- [5]: **J.O. Park, C.H. Paik, Y.H. Huang and R.C. Alkire**, « Influence of Fe-Rich Intermetallic Inclusions on Pit Initiation on Aluminum Alloys in Aerated NaCl », *Journal of the Electrochemical Society*, Vol.146, pp.517-523, 1999.
- [6]: **K. Habib**, « Crevice corrosion of copper alloys by optical interferometry ». *Optics and Lasers in Engineering*, Vol.31(1), pp.13–20, 1999.
- [7]: **M.G. Fontana and N.D. Greene**, « Corrosion Engineering ». Mc Graw-Hill, New York, 1978.
- [8]:**J. Idrac**, «Comportement électrochimique d'alliages modèles binaires Aluminium-Cuivre ».Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2005.
- [9]:**R.C. Zeng, Z. Jin, W. J. Huang, W. Dietzel, K.-U. Kainer, C. Blawert, and W. Ke**,« titre » *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, Vol. 16, pp.763–771, 2006.
- [10]: **R. Braun**, « titre », *Materials Science Forum* Vol. 519–521, pp. 735–740, 2006.
- [11]: **D. A.Wadeson, X. Zhou, G. E. Thompson, P. Skeldon, L. Djapic Oosterkamp, and G. Scamans**, « titre » *Corrosion Science* , Vol.48, pp.887–897,2006.
- [12]: **T. J. Marrow, A. BinAhmad, I. N. Kan, S. M. A. Sim, and S. Torkamani**, « titre » *Materials Science and Engineering A*, Vol. 387–389, pp. 419–423, 2004.
- [13]: **J. G. Kaufman**, in ASM Handbook, Volume 13B, Corrosion: Materials, edited by S. D. Cramer and B. S. Covino, Jr, «titre». *ASM International, Materials Park, OH*,pp. 95–124,2005.
- [14]: **C. Blanc, B. Lavelle,G. Mankowski**, «The role of precipitates enriched with copper on the susceptibility to pitting corrosion of the 2024 aluminium alloy ». *Corros. Sci*, Vol. 39(3), pp.495–510, 1997.
- [15]: **C. Vargel**, « Corrosion de l'aluminium », Edition Dunod, 1999.
- [16]: **H. Ezuber, A. El-Houd and F. El-Shawesh**, «A study on the corrosion behavior of aluminum alloys in seawater », *Materials and Design*, Vol.29, pp. 801-805, 2008.
- [17]: **Nacer Zazi**, « Effect of Heat Treatments on the Microstructure, Hardness and Corrosion Behavior of Nondendritic AlSi9Cu3 (Fe) Cast Alloy », *Materials science (medžiagotyra)*. Vol.19, No. 3. 2013.
- [18]: **M. O. Speidel**, « in The Theory of Stress Corrosion Cracking in Alloys », edited by J.C. Scully. *North Atlantic Treaty Organization Scientific Affairs Division*, Brussels, Belgium, pp. 289–355, 1971 .

[19]: **N. Zazi, A. Bouabdallah, O. Aaboubi, J.-P. Chopart**, « *Journal of Solid State Electrochemistry* », « titre » Vol.14, pp. 1705–1711, 2010.

[20]: **I. Dutta, L. R. Elkin, et JD roi**, « Corrosion Behavior of a P130x Graphite Fiber Reinforced 6063 Aluminum Composite Laminate in Aqueous Environments », *Journal of Electrochemical Society*, Vol.138(11), pp. 3199-3209, 1991.

[21]: **L.H. Hihara, R.M. Latanision, LH et Latanision** “Corrosion behavior of Zinc-Graphite Metal Matrix Composite in 1M of HCl” Galvanic-Corrosion of Aluminum Matrix Composites », *Corrosion*, Vol. 48, No. 7, pp.546-552, 1992.

[22]: **S.C. Dexter**, Metals Handbook, Corrosion, Vol.13, A.S.M., Metals Park, Ohio, 893, 1990. ASM Handbook, Volume 13A Corrosion: Fundamentals, Testing, and Protection

[23]: **W.F. Czyrklis**, « Corrosion of carbon/magnesium metal matrix composites » , *National Association of Corrosion Engineers, Corrosion*, Vol.85, Paper n°196, 1985.

[24]: **D. M. Aylor, P. J. Moran**, « *Corrosion behavior of Zinc-Graphite Metal Matrix Composite in 1M of HCl* » J. Electrochem. Soc. Vol.132, pp.1277-1283, 1985.

[25]: **D. M. Aylor, P. J. Moran**, « Pitting Corrosion of 6061 Aluminum Alloy Foils in Sea Water. ». *Journal of the Electrochemical Society*. Vol. 133, 5, PP. 949-951, 1986.

[26]: **K. I. Portnoi, N. I. Timofeeva, et al.** « Dependence of the properties of a carbon-aluminum composite material on its carbide phase content » , Moscow. *Translated from Poroshkovaya Metallurgiya*, Vol 20, numéro 2(218), pp.45-49, Februray 1981.

[27]: **J .J. Masson, A. Kleine**, 2th, Interfacial phenomena in composites 1991 Proceedings of the Second International Conference held 17-19 September 1991 in Leuven, Belgium)

[28]: **GE Thompson , PE Doherty ,et GC Bois**, « Observations of flows on preconditioned aluminum surfaces », *Journal of the Electrochemical Society*, Vol. 129, numéro 129, pp.1515-1517, 1982.

[29]: **R.J. Davies, M. Ritchffi, R.L. Trumper**, « applications marines des composites a matrice métallique d'aluminium assembles par collage, La construction navale en composites ». Paris, 7-9 décembre, 1992 Ifremer, Actes de colloques n° 15, communication n° 44.

[30]: **Céline LARIGNON**, « Mécanismes d'endommagement par corrosion et vieillissement microstructural d'éléments de structure d'aéronef en alliage d'aluminium 2024-T351 », Thèse de doctorat, *Institut National Polytechnique de Toulouse*, 2011.

[31]: **N. Birbilis, and R. G. Buchheit**, Electrochemical Characteristics of Intermetallic Phases in Aluminum Alloys, *Journal of The Electrochemical Society*, 152 (4) B140-B151, 2005.