

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
Ecole Nationale Polytechnique



Département de métallurgie

Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux

**Mémoire de projet de fin d'études**

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en génie des matériaux

**Elaboration, caractérisation et simulation des propriétés  
effectives d'un FGM à base d'A-U4G et Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**

Melle. Meriem LOUNIS

Melle. Sabrina HADDAD

Sous la direction de M. Nadir MESRATI Professeur à l'ENP

Présenté(e) et soutenue publiquement le (22/06/2019)

Composition du Jury :

Président	M .Mohamed CHITROUB,	Professeur	ENP
Rapporteur/ Promoteur	M. Nadir MESRATI,	Professeur	ENP
Examineur	M. Kamel ABADLI,	MAA	ENP
Examineur	M. Abdellah SADKI,	Enseignant	ESTA
Invité	M .Amine ABDOU,	industriel	BCL

Ecole Nationale Polytechnique 10, Avenue Hassen Badi 16200 Alger

**ENP 2019**



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
Ecole Nationale Polytechnique



Département de métallurgie

Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux

**Mémoire de projet de fin d'études**

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en génie des matériaux

**Elaboration, caractérisation et simulation des propriétés  
effectives d'un FGM à base d'A-U4G et Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**

Melle. Meriem LOUNIS

Melle. Sabrina HADDAD

Sous la direction de M. Nadir MESRATI Professeur à l'ENP

Présenté(e) et soutenue publiquement le (22/06/2019)

Composition du Jury :

Président	M .Mohamed CHITROUB,	Professeur	ENP
Rapporteur/ Promoteur	M. Nadir MESRATI,	Professeur	ENP
Examineur	M. Kamel ABADLI,	MAA	ENP
Examineur	M. Abdellah SADKI,	Enseignant	ESTA
Invité	M .Amine ABDOU,	industriel	BCL

Ecole Nationale Polytechnique 10, Avenue Hassen Badi 16200 Alger

**ENP 2019**

# DEDICACE

*A nos parents,*

*nos sœurs,*

*nos frères,*

*nos amis et toutes les personnes qui nous ont  
soutenus*

*Sab & Mimi*

# *REMERCIEMENTS*

Nous tenons à remercier en premier lieu notre encadreur le Pr.N. MESRATI de nous avoir donné la chance d'intégrer son équipe de recherche, pour ses conseils, sa précieuse aide, et le temps qu'il nous a consacré.

Nous exprimons nos remerciements à Mr A. SADKI de l'ESTA pour sa présence, ses encouragements, ses interventions, sa sagesse et surtout son sourire rassurant, merci.

Aux responsables de l'EPIC BCL de nous avoir fourni le sable de moulage et les châssis.

Aux responsables de l'ESTA pour nous avoir procuré la matière première pour effectuer ce modeste travail.

Nous tenons à remercier tous nos enseignants de l'Ecole Nationale Polytechnique et de l'Ecole Préparatoire en Science et Techniques d'Alger.

Nous tenons à remercier profondément le Ltn. BENYOUCEF Abderrahmane pour sa précieuse aide et son soutien,

Nous tenons à remercier les membres d jury qui ont accepté d'évaluer ce travail à savoir :

- Pr.M. CHITROUB le chef de département de métallurgie de l'Ecole Nationale Polytechnique.
- Dr.K. ABADLI, enseignant au département de métallurgie.
- Mr.A. SADKI de l'Ecole Supérieure des Techniques d'Aéronautique de Dar El beida
- Ltn/Col A. ABDYOU, de BCL-Beni Mered, qui a accepté lui aussi d'examiner ce travail.

Nous remercions de prêt ou de loin toute personne ayant contribué à notre formation.

**ملخص:** هذه الدراسة هي جزء من التعاون البحثي بين مختبر العلوم وهندسة المواد في المدرسة الوطنية متعددة التقنيات وباحثي المدرسة العليا لتقنيات الطيران. الهدف من ذلك هو إنتاج مركب يعتمد على خليط الألومنيوم A-U4G و الألوينا  $Al_2O_3$ ، استناداً على مبدأ "المواد المتدرجة وظيفياً". لهذا اخترنا طريقة وضع تنبؤية إلى حد ما والتي هي عملية الصب في الرمل. يخصص جزء كبير من هذا العمل للتقنيات التجريبية لتمييز المواد المتدرجة وظيفياً التي يتم الحصول عليها بدءاً من الخصائص الفيزيائية والكيميائية، إلى الاختبارات الميكانيكية المختلفة. والجزء الآخر يتكون من النمذجة والمحاكاة العددية للخصائص الفعالة للمواد المتدرجة وظيفياً بواسطة برنامج العناصر المحدودة ABAQUS. يهدف هذا العنصر إلى تحليل سلوك مختلف الروافد المتدرجة وظيفياً. تم تقييم أداء ودقة العنصر المطور من خلال اختبارات التحقق من الصحة.

**الكلمات المفتاحية:** مركب، A-U4G،  $Al_2O_3$ ، مواد متدرجة وظيفياً، قولبة، نمذجة، محاكاة، ABAQUS.

**ABSTRACT:** The present study is part of research collaboration between the research laboratory Science and Materials Engineering of Polytechnic National School and the researchers of the High School Technical Aeronautics. The aim is to produce a composite based on A-U4G aluminum alloy and  $Al_2O_3$  alumina, based on the principle of "Functionally Graded Materials". For this, we opted for a predictive elaboration method, which is sand casting. Much of this work is devoted to the experimental technics of characterization of the FGM obtained, ranging from physicochemical characterizations, to the various mechanical tests. The other part consists of the modeling and numerical simulation of the effective properties of FGMs by the finite element software ABAQUS. This element is intended for analyzing the different behavior of beams in FGM. The performance and reliability of the developed element were evaluated through validation tests.

**Key words:** composite, A-U4G,  $Al_2O_3$ , Functionally Graded Materials, molding, modeling, simulation, ABAQUS.

**Résumé :** La présente étude rentre dans le cadre d'une collaboration de recherche entre le laboratoire de recherche Sciences et Génie des Matériaux de l'Ecole Nationale Polytechnique et les chercheurs de l'Ecole Supérieure des Techniques Aéronautiques. Le but est l'élaboration d'un composite à base d'alliage d'aluminium A-U4G et d'alumine  $Al_2O_3$  on se basant sur le principe des « matériaux à gradient de fonctions ». Pour cela, on a opté pour une méthode d'élaboration plutôt prédictive qui est le moulage en sable. Une grande partie de ce travail est réservée aux techniques expérimentales de caractérisation du FGM obtenus, allant des caractérisations physico-chimiques, aux différents essais mécaniques. Et l'autre partie consiste à la modélisation et la simulation numérique des propriétés effective des FGM par le logiciel de calcul par éléments finis ABAQUS. Cet élément est destiné à l'analyse des différents comportements des poutres en FGM. La performance et la fiabilité de l'élément développé ont été évaluées à travers des tests de validation.

**Mots clés :** composite, A-U4G,  $Al_2O_3$ , Matériaux à Gradient Fonctionnel, moulage, modélisation, simulation, ABAQUS.

# TABLE DES MATIERES

*LISTE DES TABLEAUX*

*LISTE DES FIGURES*

*LISTE DES SIGNES*

*LISTE DES ABREVIATIONS*

Introduction générale .....	13
Chapitre 1.....	15
1. Matériaux à Gradient Fonctionnel .....	16
1.1. Introduction .....	16
1.2. Concept des FGM .....	16
1.3. Gradient .....	16
1.4. Aperçu historique.....	17
1.5. Méthodes d'élaboration des FGM .....	18
1.6. Propriétés effectives des matériaux à gradient fonctionnel.....	20
Chapitre 2.....	25
2. Aluminium et alliages d'Aluminium .....	26
2.1. Introduction .....	26
2.2. Historique.....	26
2.3. Propriétés des alliages d'aluminium .....	26
2.4. Rôle des principaux constituants .....	27
2.5. Familles d'alliages d'aluminium .....	28
2.6. Applications de l'aluminium.....	30
Chapitre 3.....	32
3. Les céramiques.....	33
3.1. Introduction .....	33
3.2. Les classes des céramiques .....	33
3.3. Microstructure des céramiques .....	36
3.4. Procédés de fabrication .....	36
3.5. Mise en forme des céramiques.....	37
3.6. Pressage .....	38
3.7. Densité et porosité.....	39
3.8. Propriétés des céramiques.....	39
3.9. Dureté .....	40
Chapitre 4.....	42
4. Moulage en sable .....	43

4.1.	Introduction .....	43
4.2.	Sable de moulage .....	43
4.3.	Sable à noyaux .....	44
4.4.	Les outillages .....	44
4.5.	Etapes de moulage .....	46
4.6.	Etuvage .....	46
4.7.	Avantages et inconvénients du procédé .....	46
Chapitre 5 .....		49
5.	Matériaux FGM et techniques expérimentales .....	50
5.1.	Préparation de la céramique et moyens exploités .....	50
5.2.	Modelage .....	53
5.3.	Préparation des moules .....	55
5.4.	Elaboration des éprouvettes .....	56
5.5.	Analyses physicochimiques .....	60
5.6.	Caractérisations mécaniques .....	63
6.	Analyses et Résultats .....	71
6.1.	Introduction .....	71
6.2.	Analyses physicochimiques .....	71
6.3.	Caractérisations mécaniques .....	77
7.	Simulation numérique .....	86
7.1.	Introduction .....	86
7.2.	Test de validation : .....	86
7.3.	Simulation .....	87
7.4.	Résultats et discussions .....	90
Conclusion générale .....		91
Perspectives .....		93
Bibliographie .....		94

## *LISTE DES TABLEAUX*

Tableau 1: Module de Poisson de la céramique et du métal en Pa [13]. .....	23
Tableau 2: Module d'élasticité de la céramique et du métal [13]. .....	23
Tableau 3: Coefficient de dilatation thermique de la céramique et du métal [13]. .....	23
Tableau 4: Coefficient de conductivité thermique de la céramique et du métal [13]. ....	24
Tableau 5: Les séries d'alliages d'aluminium (17). .....	28
Tableau 6: Propriétés de différentes céramiques [22]. .....	34
Tableau 7: Module d'Young et densité de quelques matériaux [22]. .....	40
Tableau 8: Rapport de la dureté au module d'Young [22]. .....	40
Tableau 9: Constitution d'un sable de moulage [14]. .....	44
Tableau 10: Les valeurs du retrait de quelques alliages [26]. .....	45
Tableau 11: Influence de la durée du broyage sur le refus obtenu. ....	51
Tableau 12: Résultats du tamisage de 100g de céramique. ....	53
Tableau 13: Composition chimique de l'alliage A-U4G [17]. .....	57
Tableau 14: Composition chimique de la poudre d'alumine. ....	71
Tableau 15: Radiographie à rayons X des différents types d'éprouvettes. ....	74
Tableau 16: Valeurs du coefficient de dilatation thermique pour différent paliers de températures. ....	76
Tableau 17: Résultats des essais de microdureté de l'échantillon FGM élaboré. ....	77
Tableau 18: Dimensions de la trace d'usure pour les différentes éprouvettes. ....	83
Tableau 19: Volumes d'usure des différentes éprouvettes. ....	83
Tableau 20: Flèches des poutres FGM soumises à une charge ponctuelle à l'extrémité libre (29). ....	87

# LISTE DES FIGURES

Figure 1: Changement schématique de la microstructure dans un profile FGM [3]. ....	17
Figure 2: Matériaux FGM avec des fractions volumiques des phases constitutives graduées [5]. .....	18
Figure 3: Modèle analytique pour une couche de matériau à gradient fonctionnel [12].	21
Figure 4: Fraction volumique du matériau le long de l'épaisseur [5]. .....	22
Figure 5: Représentation schématique d'un diagramme de phase binaire [17]. .....	29
Figure 6: Différentes méthodes de fabrication des céramiques [22]. .....	37
Figure 7: Composition du moule [28]. .....	44
Figure 8: Noyau et boîte à noyau [14]. .....	46
Figure 9: Broyeur à boulets. ....	50
Figure 10: Distribution statistique de la taille moyenne des grains d'alumine broyés. ...	53
Figure 11: Matériels utilisés pour le modelage. ....	54
Figure 12: Un dessin des éprouvettes normalisées avec les dimensions. ....	54
Figure 13: Remplissage du châssis avec le sable. ....	55
Figure 14: Empreintes dans les demi-moules. ....	56
Figure 15: Equipement et accessoires utilisés pour l'élaboration du matériau. ....	57
Figure 16: Coulée et remplissage du moule. ....	58
Figure 17: Séparation des demi-moules. ....	59
Figure 18: Pièce brute de démoulage. ....	59
Figure 19: Usinage et découpage des éprouvettes : a - Fraiseuse ; b - Scie à fil diamanté. ....	60
Figure 20: Dispositif à fluorescence X BRA 18. ....	61
Figure 21: Représentation du principe de radiographie. ....	61
Figure 22: Schéma de tube à rayons X. ....	62
Figure 23: Générateur de rayon X CERAM 35P. ....	62
Figure 24: Essai Vickers. ....	64
Figure 25: Machine de traction universelle MAB de type U540. ....	65
Figure 26: Eprouvette et équipement d'essai de flexion STR4. ....	66
Figure 27: Eprouvette testée sur l'équipement d'essai de flexion STR4. ....	66
Figure 28: Représentation schématique de la trace d'usure [29]. ....	68
Figure 29: Tribomètre bille-plan [33]. ....	69
Figure 30: Constituants d'une bougie d'allumage. ....	72
Figure 31: Diffractogramme à fluorescence X de la poudre d'Alumine. ....	72
Figure 32: Clichés obtenus par CERAM 35P. ....	73
Figure 33: Eprouvette de dilatation thermique, a-Alliage A-U4G brute, b-FGM : Alumine/A-U4G. ....	75
Figure 34: Profil de température des deux éprouvettes. ....	75
Figure 35: Courbes de dilatations thermiques. ....	76
Figure 36: Evolution de la micro-dureté en fonction de la distance du matériau Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -A-U4G. ....	77
Figure 37: Empreintes laissées par le pénétrateur sur une éprouvette mélange (A-U4G/Céramique épaisse. ....	78
Figure 38: Types d'éprouvettes réalisées. ....	78
Figure 39: Visualisation des résultats de la flèche max des éprouvettes a, b, c, d et e. ...	79

Figure 40: Histogramme comparatif des flèches maximales pour les éprouvettes a, b, c, d et e soumises à un essai de flexion encastree-libre. ....	80
Figure 41: Eprouvettes de traction après rupture a-A-U4G brute de coulée ; b- A-U4G avec une face en céramique grossière ; c-mélange : A-U4G /céramique fine en volume et en surface ; e-mélange : A-U4G /céramique grossière en volume et en surface. ....	80
Figure 42: Comportement de nos matériaux en présence de l'Al2O3.....	81
Figure 43: Faciès de rupture après essais de traction.....	81
Figure 44: Trace d'usure après 15 min de l'éprouvette a (Alliage A-U4G brute de coulée).....	82
Figure 45: Trace d'usure après 15 min de l'éprouvette c (mélangée : A-U4G/ céramique fine en volume et en surface). ....	82
Figure 46: Trace d'usure après 15 min de l'éprouvette e 15min (mélangée : A-U4G/ céramique grossière en volume et en surface). ....	82
Figure 47: Trace d'usure après 3h de l'éprouvette e 3h (mélangée : A-U4G/ céramique grossière en volume et en surface). ....	83
Figure 48: Caractéristiques géométriques de la poutre FGM (29). ....	86
Figure 49: Résultats du déplacement transversal (w) pour différents "p" pour L/h=100 [36].....	87
Figure 50: Dimensions de l'éprouvette plate FGM selon (STM D790). ....	88
Figure 51: Dimensions de l'éprouvette de flexion en simulation. ....	88
Figure 52: Définition des propriétés mécaniques. ....	89
Figure 53: Test de convergence en maillage. ....	89
Figure 54: Flèches de la poutre en FGM soumise à une charge ponctuelle pour différents p. ....	90
Figure 55: Histogramme comparatif de la flèche non dimensionnelle (w) pour la poutre en FGM encastree-libre soumise à une charge ponctuelle pour différents p. ....	90

## *LISTE DES SIGNES*

$\rho$  Densité

$C_p$  Capacité thermique massique contrainte sur déformation

$\lambda$  Conductivité thermique

$\varepsilon$  Déformation

$\alpha$  Coefficient de dilatation thermique

$\nu$  Coefficient de Poisson

$K$  coefficient de conductivité thermique

$V_m$  Fraction volumique du métal

$V_c$  Fraction volumique de la céramique

$E(z)$  Module de Young en fonction de  $z$

$E_c$  Module de Young de la céramique

$E_m$  Module de Young du métal

$G(z)$  Module de cisaillement en  $f(z)$

$G_c$  Module de cisaillement de céramique

$G_m$  Module de cisaillement du métal

$p$  Paramètre de matériau

$Cu$  Cuivre

$Mn$  Manganèse

$Si$  Silicium

$Zn$  Zinc

$Li$  Lithium

$Mg$  Magnésium

$MPa$  Méga pascal

$GPa$  Giga pascal

$N$  Newton

$mm$  Millimètre

$W$  La flèche

$h$  Epaisseur de la poutre

$L$  Longueur de la poutre

$C-F$  Encastrée libre

## *LISTE DES ABREVIATIONS*

FGM Functionally Graded Materials

CPS8R Contraintes planes 8 Nœuds à interpolation quadratique et Intégration réduite

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Oxyde d'aluminium

A-U4G Duralumin

CVD Chemical Vapour Deposition

PVD Physical Vapour Deposition

# Introduction générale

# Introduction générale

L'industrie moderne dans la mécanique de construction, l'aéronautique, le génie civil et plus généralement le domaine des transports sont à la recherche de matériaux possédant des avantages fonctionnels comme la légèreté, une bonne résistance mécanique et chimique, une durée de vie élevée, une maintenance réduite, un temps de fabrication le plus court possible. Un matériau simple ne permet de combiner ces caractéristiques mécaniques, et pour atteindre cet objectif, il faut nécessairement utiliser des matériaux composites.

Les matériaux composites multicouches sont largement utilisés dans diverses structures d'ingénierie grâce à leurs performances dominantes. Par exemple, une couche élastique homogène en céramique peut être déposée sur la surface d'une structure métallique et agit en tant que barrière thermique dans un environnement à hautes températures. Cependant, en raison d'une interface distincte entre les deux matériaux (céramique et métallique), les propriétés matérielles à travers l'interface subissent un changement soudain, qui produit le saut d'effort et peut plus loin provoquer le décollement ou la rupture de l'interface.

La solution envisageable pour ce problème est l'utilisation de matériaux à gradient fonctionnel FGM (Functionally Graded Materials) pour lesquels des propriétés matérielles, tel que module de Young, masse volumique et coefficient de Poisson varient continuellement, conférant un avantage considérable par rapport aux matériaux homogènes et feuilletés dans le maintien de l'intégrité de la structure. Un tel fonctionnement leur permet d'être fabriqués comme des structures différentes dans l'accord aux exigences de services divers. L'analyse des structures composites a connu un essor avec l'apparition des méthodes numériques notamment la méthode des éléments finis qui est la méthode la plus répandue dans le domaine de calcul en site industriel.

Dans le cadre de ce travail, nous avons élaboré des FGMs sous forme d'éprouvettes de traction et flexion à 4 points par coulée dans un moule en sable de l'A-U4G en présence de l'alumine en poudre.

L'objectif principal de cette étude est la caractérisation physicochimique et l'analyse thermique ainsi que mécanique du comportement de nos composites ainsi élaborés.

# **Etude bibliographique**

# Chapitre 1

# **1. Matériaux à Gradient Fonctionnel**

## **1.1. Introduction**

Le développement des matériaux composites a permis d'associer des propriétés spécifiques à différents matériaux au sein d'une même pièce. L'optimisation locale de ces propriétés, par association d'un matériau de haute dureté à la surface d'un matériau tenace, par exemple, pose alors le problème de l'interface. Cette transition brutale de compositions peut générer localement de fortes concentrations de contraintes. La solution d'une transition continue des propriétés recherchées, par un gradient de composition, permet d'atténuer cette singularité par l'utilisation des matériaux à gradient de propriétés (en anglais : Functionally Graded Materials FGM : matériaux à gradient de propriétés), un type de matériau composite produit en changeant sans interruption les fractions de volume dans la direction d'épaisseur pour obtenir un profil bien déterminé. Ces types de matériaux, ont suscité beaucoup d'attention récemment en raison des avantages de diminuer la disparité dans les propriétés matérielles et de réduire les contraintes thermiques [1].

## **1.2. Concept des FGM**

Le matériau à gradient fonctionnel a été introduit la première fois dans le laboratoire national d'aérospatial du Japon en 1984 par M.Niino et ses collègues à Sendai. L'idée est de réaliser des matériaux utilisés comme barrière thermique dans les structures spatiales et les réacteurs à fusion. Les FGM peuvent être utilisés pour différentes applications, telles que les enduits des barrières thermiques pour les moteurs en céramique, turbines à gaz, couches minces optiques, etc. Généralement, les FGM sont des matériaux constitués de plusieurs couches contenant des composants différents tels que les céramiques et les métaux. Ils sont donc des composites présentant des caractéristiques macroscopiquement hétérogènes. Le changement continu dans la composition et donc dans la microstructure du matériau distingue les FGM des matériaux composites conventionnels. Il en résulte un gradient qui déterminera les propriétés des FGM dans certains cas [2].

En conséquence, les FGM possèdent un certain nombre d'avantages excédant que les composés stratifiés, y compris une réduction potentielle de contraintes membranaires et transversales à travers l'épaisseur, tendance d'efforts, absente ou sévèrement réduite de décollement, un effort résiduel amélioré, propriétés thermiques augmentées, une dureté plus élevée de rupture, et réduit les facteurs d'intensité d'effort [1].

## **1.3. Gradient**

Contrairement aux matériaux homogènes, les propriétés des FGM varient non seulement avec leur composition, mais dépendent également de la connectivité de la structure du réseau interne. La figure 1 montre une représentation schématique de la microstructure commune produite dans un matériau tel que le contenu de la deuxième phase est augmentée. À des fractions de faible volume, la seconde phase existe sous forme des particules isolées dispersées dans une matrice (a). Comme le contenu de la deuxième phase augmente, les particules commencent à avoir des contacts et former des amas agglomérés (b). Comme il augmente encore, une transition microstructurale critique à lieu, où la deuxième phase n'est plus dispersée, mais ses constituants deviennent plutôt reliés entre eux sur de longues distances (c, d, e). La transition a un effet profond sur les propriétés des matériaux, par exemple, conductivité thermique ou électrique, et un petit changement de composition va donc se traduire par une variation distincte des propriétés [3].

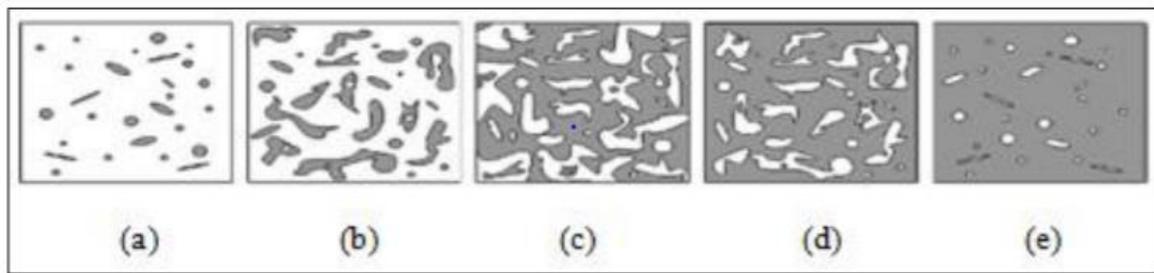


Figure 1: Changement schématique de la microstructure dans un profil FGM [3].

#### 1.4. Aperçu historique

En 1987, le gouvernement Japonais a lancé un vaste projet intitulé " la recherche sur la technologie de base pour développement de matériaux à Gradient fonctionnel et l'étude de la relaxation des contraintes thermiques". L'intérêt du projet est de développer des matériaux présentant des structures utilisées comme barrière thermique dans les programmes aérospatiaux. Les matériaux constituant les parois des engins spatiaux sont appelés à travailler à des températures de surface de 1800°C ainsi qu'à un gradient de température de l'ordre de 1300°C. A cette année-là, aucun matériau industriel n'était connu pour supporter de telles sollicitations thermomécaniques [4].

Trois caractéristiques sont à considérer pour la conception de tels matériaux :

- Résistance thermique et résistance à l'oxydation à haute température de la couche superficielle du matériau.
- Ténacité du matériau coté basse température.
- Relaxation effective de la contrainte thermique le long du matériau.

Pour répondre à un tel cahier de charges, l'idée originale des FGM a été proposée pour élaborer un nouveau composite profitant à la fois des propriétés des céramiques (Coté haute températures) et des métaux (Coté basse température) [1]. A la fin de la première étape (1987-1989), les chercheurs avaient réussi à fabriquer des petites pièces expérimentales (1-10 mm d'épaisseur et 30 mm de diamètre) pouvant résister à des températures maximales de 2000 K (Température de surface) et à un gradient de température de 1000 K. Quatre techniques ont été utilisées pour fabriquer les matériaux présentant un gradient de composition et de structure ; les techniques utilisées dans la fabrication de tels matériaux sont les suivantes :

- Le système SiC/C par C.V.D (Chemical Vapor Deposition ou dépôt chimique en phase vapeur) ;
- La compaction sèche des poudres ;
- Le système TiB<sub>2</sub>/Cu par synthèse par auto-propagation à haute température ;
- Et enfin le système (Ni-Cr-Al-Y)/(ZrO<sub>2</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) par projection plasma à double torches.

Dans la seconde étape (1990-1991), le but était de réaliser des pièces de tailles plus grandes et de forme plus complexes par rapport à celles réalisées dans la première étape. Pendant les années 90, non seulement les champs d'application des FGM s'est développé pour les matériaux de structure fonctionnant à haute température, mais s'est aussi élargi à d'autres applications : biomécaniques, technologie de capteur, optique, etc.... [1].

On trouve une littérature très importante sur l'utilisation de ce matériau. Cependant, l'utilisation des structures en FGM dans les environnements avec de grands changements de température exige la connaissance des déformations.

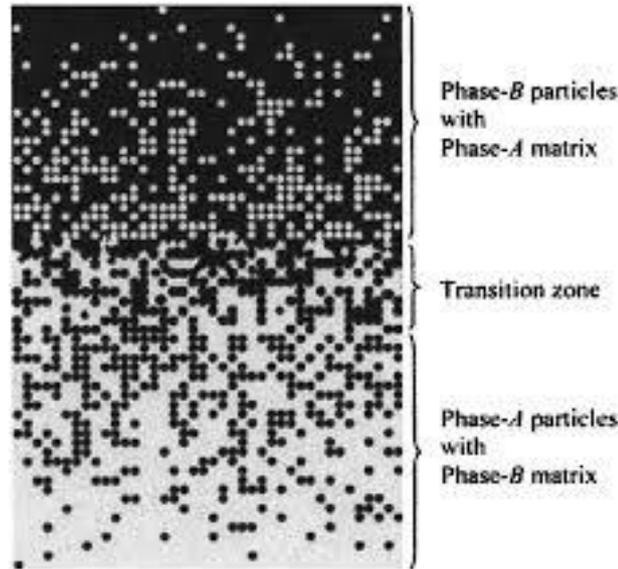


Figure 2: Matériaux FGM avec des fractions volumiques des phases constitutives graduées [5].

### 1.5. Méthodes d'élaboration des FGM

Il ressort de notre étude bibliographique que de nombreuses méthodes d'élaboration sont employées pour la réalisation des M.G.F.

Ces techniques sont brièvement expliquées ci-après :

#### 1.5.1. Coulage en Bande (Tape Casting ou Doctor-Blade)

Le coulage en bande consiste à couler une barbotine de poudres fines en suspension aqueuse ou non-aqueuse (la plupart des travaux commerciaux utilisent le procédé non-aqueux) sur un support plan en couches minces et régulières. Selon les cas, c'est soit la lame (doctor blade) qui est animée d'un mouvement de translation, soit le support qui se déplace sous la lame. Les produits obtenus sont des feuillets avec des épaisseurs contrôlées (25-1000 $\mu$ m). Après un raffermisssement de la pâte, les feuillets sont démoulés et ensuite découpés [6].

Le solvant doit avoir un point d'ébullition très bas et une viscosité faible. Il doit être soluble avec le liant, le plastifiant et les autres ajouts mais ne doit être ni soluble ni réactif avec la poudre céramique. Le liant donne une grande résistance mécanique au produit cru en permettant son maniement. Généralement un plastifiant est ajouté au liant pour baisser sa viscosité. Le liant, le plastifiant et le défloculant doivent être totalement dégagés pendant le déliantage [6].

L'un des plus anciens travaux sur l'étude de cette technique a été publié par Howatt et al, en 1947, et depuis d'autres travaux ont été réalisés. Ce procédé est devenu une technique économique pour la production des substrats céramiques de type Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et surtout pour les condensateurs à base de BaTiO<sub>3</sub>. On peut d'ailleurs remarquer qu'il s'agit déjà de M.G.F. puisqu'il faut empiler des couches conductrices (métaux rares) avec des couches diélectriques (BaTiO<sub>3</sub> principalement). Le procédé de coulage en bande est largement utilisé pour réaliser des matériaux composites laminaires suivant deux

méthodes : soit par réalisation directe de bandes multicouches grâce à un système de lames multiples, c'est le cas des tri-couches élaborés par Mistler [7] ; soit par empilage de couches élaborées séparément, dont la cohésion est ensuite assurée par une étape de thermocompression [8].

### **1.5.2. Coulage Séquentiel en Barbotine (Slip Casting)**

Basiquement, le coulage en barbotine (slip casting) consiste à couler une suspension dans un moule poreux qui va drainer le liquide grâce aux forces capillaires [9], laissant un tesson (couche de poudre compacte) sur la surface du moule. Après séchage, on obtient le corps en cru. Donc le coulage se décompose en deux étapes essentielles :

- Formation du tesson ou "prise" ;
- Consolidation du tesson ou "raffermissement".

La filtration, c'est à dire la formation du tesson lors du coulage, peut être considérée comme un processus d'élimination d'une partie de l'eau de la barbotine, cette eau migre à travers la couche de tesson déjà formée, sous l'effet du pouvoir de succion du plâtre (coulage classique [7]) ou d'une pression appliquée sur la barbotine (coulage sous pression). Dans le cas de la fabrication de multicouches, après la formation du premier tesson, le dépôt de la deuxième couche s'effectue de manière telle que la barbotine ne pénètre pas dans le tesson formé. Ce procédé est successivement reproduit pour les autres couches.

### **1.5.3. Dépôt par Electrophorèse**

Le dépôt par électrophorèse est un procédé dans lequel une suspension colloïdale stable est placée dans une cellule contenant deux électrodes, le dépôt se fait par le mouvement des particules chargées au sein de la solution vers la cathode ou l'anode selon le signe de la charge des particules due à un champ électrique. L'élaboration des M.G.F. peut se faire donc par le dépôt séquentiel des matériaux [9].

### **1.5.4. Compaction Sèche des Poudres**

Dans cette technique les poudres sont successivement versées dans un moule en acier. Chaque fois qu'une poudre est versée, une faible compression est exercée. Ensuite, la compaction de l'ensemble des couches sera effectuée. Ce procédé est suivi, généralement, par une pression isostatique et un déliantage. La densification sera enfin l'étape finale [8]. Ce procédé peut être envisagé pour la fabrication de pièces de formes complexes. En effet il s'applique aussi avec la technique du pressage isostatique, et de façon industrielle.

### **1.5.5. Projection Plasma**

Un gaz soumis à une forte température (par exemple celle d'un arc électrique), se transforme en un état ionisé (plasma). Cette transformation est accompagnée d'un dégagement de chaleur important. Si une particule de céramique se trouve dans cet environnement, elle se fond totalement ou superficiellement, ce qui permet de la situer sur un substrat [10].

La projection plasma des particules des divers matériaux est devenue une méthode très utilisée pour fabriquer des M.G.F. L'équipement relativement simple, le rendement élevé du dépôt des particules sur des substrats à géométrie compliquée [9], les performances des surfaces en fonctionnement et la compatibilité des céramiques avec les métaux sont les avantages essentiels de cette technique.

### **1.5.6. C. V. D. et P. V. D**

Les dépôts chimique ou physique en phase vapeur sont des techniques dans lesquelles les atomes du matériau source sont déposés sur la surface du substrat. Les techniques de C.V.D. et P. V. D. peuvent être utilisées pour la préparation de M.G.F. sur des substrats de formes compliquées].

### **1.5.7. Frittage et Infiltration**

Cette technique est constituée de deux étapes et convient à la fabrication d'un composite à gradient de fonction composé de deux matériaux dont les températures de fusion sont très différentes. La première étape est de fabriquer une matrice frittée du matériau à haute température de fusion avec un gradient de porosité. La seconde est de remplir ces porosités avec le deuxième matériau fondu par infiltration. Le résultat est excellent pour la diminution de la contrainte thermique [8]. Cette technique peut être généralement appliquée pour plusieurs combinaisons de matériaux qui sont chimiquement inertes et qui ont des points de fusion bien différents les uns par rapport aux autres.

### **1.5.8. Frittage Laser Différentiel**

Le rayonnement thermique du laser permet le contrôle de la température et la focalisation du point à chauffer. La différence de l'intensité de l'irradiation sur différents points du matériau, provoque un frittage différentiel le long de la pièce, ce qui résulte en des microstructures différentes, dépendant de la position du point irradié [5].

### **1.5.9. Implantation Ionique (Sputtering)**

C'est une technique avancée pour la fabrication des M.G.F. permettant de réaliser seulement des épaisseurs fines ( $<1\mu\text{m}$ ) sur différents substrats (plastiques, céramiques, et métaux).

Le traitement s'effectue par les faisceaux énergétiques d'ions ou via des gaz réactifs. Les couches fabriquées présenteront un gradient de composition qui peut être très finement contrôlé [8].

### **1.5.10. Dépôt par Centrifugation**

La technique consiste à verser une suspension colloïdale relativement diluée dans des flacons cylindriques, le tout est soumis à une centrifugation. La sédimentation s'opère et le liquide surnageant est retiré. Ce procédé est répété pour obtenir des multicouches [7].

## ***1.6. Propriétés effectives des matériaux à gradient fonctionnel***

Généralement les FGM sont fabriqués par deux phases de matériaux avec différentes propriétés classées par leur microstructure variable dans l'espace ; conçue pour optimiser l'exécution des éléments de structures par la distribution de propriétés correspondantes. Une description détaillée d'une microstructure graduée réelle et généralement non disponible, sauf peut-être pour des informations sur la distribution de la fraction volumique. Tandis que la fraction volumique de chaque phase varie graduellement dans la direction de gradation [11], les propriétés effectives des FGM changent le long de cette direction. Par conséquent, nous avons deux approches possibles pour les modèles FGM :

- Une variation par morceaux de la fraction volumique de la céramique ou du métal est assumée (Figure 3.a), et le FGM est pris pour être posé avec la même fraction

volumique dans chaque région, c-à-d couche quasi-homogène de céramique-métal [12];

- Une variation continue de la fraction volumique de la céramique ou du métal est assumée (Figure 3.b), et la fraction volumique du métal peut être représentée comme une fonction de coordonnées suivant l'épaisseur (z) [5].

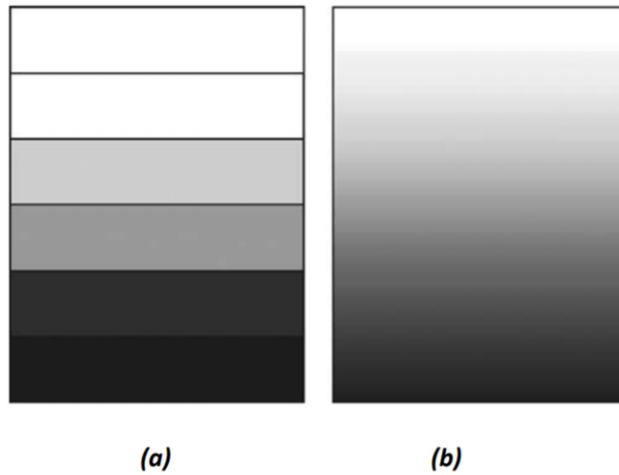


Figure 3: Modèle analytique pour une couche de matériau à gradient fonctionnel [12].

L'expression de fraction volumique est donnée par :

$$V_m = \left( \frac{2z + h}{2h} \right)^p \quad (1)$$

Où h est l'épaisseur de la plaque et p ( $0 \leq p \leq \infty$ ) est un exposant de la fraction volumique qui règle la variation du profil du matériau à travers l'épaisseur de la couche FGM [5].

La figure 4 représente la variation de l'exposant de la loi de mélange, p génère un nombre infini de la distribution de la composition.

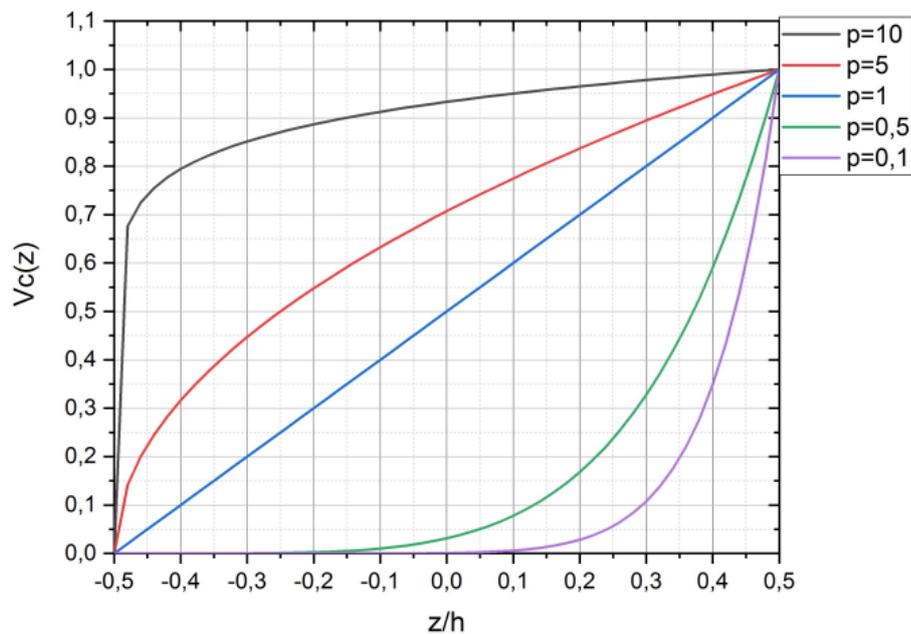


Figure 4: Fraction volumique du matériau le long de l'épaisseur [5].

Une simple règle de mélange de matériaux composites (modèle de Voigt). Les propriétés effectives des matériaux de la couche de FGM, comme module de Young  $E$ , peuvent alors être exprimées comme suit :

$$V_f = \sum_{j=1}^n P_j V_{fj} \quad (2)$$

Où,  $P_j$  et  $V_{fj}$  sont respectivement les propriétés du matériau et la fraction volumique du matériau constitutif.

La somme des fractions volumiques de tous les matériaux constituants est :

$$\sum_{j=1} V_{fj} = 1 \quad (3)$$

Puisque les structures FGM sont employées dans les environnements à hautes températures où des changements importants des propriétés mécaniques des matériaux constitutifs doivent être prévus, il est essentiel de prendre en compte cette dépendance de la température pour la prévision précise de la réponse mécanique [2]. Ainsi, le module de Young  $E$ , le coefficient de Poisson  $\nu$ , le coefficient de dilatation thermique  $\alpha$ , et la conductivité thermique sont supposés être dépendants de la température et peuvent être exprimés comme fonction non linéaire de la température :

$$P = P_0(P_{-1}T^{-1} + 1 + P_1T + P_2T^2 + P_3T^3) \quad (4)$$

Où  $P_0, P_1, P_2, P_3$  sont les fonctions de température (en K) et sont propres aux matériaux constitutifs [13]. Les valeurs typiques pour le module de Young  $E$ , coefficient de Poisson  $\nu$ , le coefficient de dilatation thermique  $\alpha$  et la conductivité thermique  $k$  des céramiques et des métaux sont donnés dans les tableaux 1, 2, 3 et 4.

$$E_F(z, T) = (E_c(T) - E_m(T)) \left( \frac{2z + h}{2h} \right)^p + E_m(T) \quad (5)$$

$$\nu_F(z, T) = (\nu_c(T) - \nu_m(T)) \left( \frac{2z + h}{2h} \right)^p + \nu_m(T) \quad (6)$$

$$\alpha_F(z, T) = (\alpha_c(T) - \alpha_m(T)) \left( \frac{2z + h}{2h} \right)^p + \alpha_m(T) \quad (7)$$

$$\kappa_F(z, T) = (\kappa_c(T) - \kappa_m(T)) \left( \frac{2z + h}{2h} \right)^p + \kappa_m(T) \quad (8)$$

$$\rho_F(z, T) = (\rho_c(T) - \rho_m(T)) \left( \frac{2z + h}{2h} \right)^p + \rho_m(T) \quad (9)$$

Tableau 1: Module de Poisson de la céramique et du métal en Pa [13].

Matériaux	P <sub>0</sub>	P <sub>-1</sub>	P <sub>1</sub>	P <sub>2</sub>	P <sub>3</sub>
Zircone	0.2882	0	1.133 10 <sup>-4</sup>	0	0
Oxyde d'aluminium	0.2600	0	0	0	0
Nitrite de silicone	0.2400	0	0	0	0
Ti-6Al-4V	0.2884	0	1.121 10 <sup>-4</sup>	0	0
Acier inoxydable	0.3262	0	-2.002 10 <sup>-4</sup>	3.797 10 <sup>-7</sup>	0
Nickel α	0.3100	0	0	0	0

Tableau 2: Module d'élasticité de la céramique et du métal [13].

Matériaux	P <sub>0</sub>	P <sub>-1</sub>	P <sub>1</sub>	P <sub>2</sub>	P <sub>3</sub>
Zircone	244.27 10 <sup>9</sup>	0	-1.371 10 <sup>-3</sup>	1.214 10 <sup>-6</sup>	-3.681 10 <sup>-10</sup>
Oxyde d'aluminium	349.55 10 <sup>9</sup>	0	-3.853 10 <sup>-4</sup>	4.027 10 <sup>-7</sup>	-1.673 10 <sup>-10</sup>
Nitrite de silicone	348.43 10 <sup>9</sup>	0	-3.070 10 <sup>-4</sup>	2.160 10 <sup>-7</sup>	0
Ti-6Al-4V	348.43 10 <sup>9</sup>	0	-4.586 10 <sup>-4</sup>	0	0
Acier inoxydable	201.04 10 <sup>9</sup>	0	3.079 10 <sup>-4</sup>	-6.534 10 <sup>-7</sup>	0
Nickel α	223.95 10 <sup>9</sup>	0	-2.794 10 <sup>-4</sup>	-3.998 10 <sup>-9</sup>	0

Tableau 3: Coefficient de dilatation thermique de la céramique et du métal [13].

Matériaux	P <sub>0</sub>	P <sub>-1</sub>	P <sub>1</sub>	P <sub>2</sub>	P <sub>3</sub>
Zircone	12.766 10 <sup>-6</sup>	0	-1.491 10 <sup>-3</sup>	1.006 10 <sup>-5</sup>	-6.778 10 <sup>-11</sup>
Oxyde d'aluminium	6.8269 10 <sup>-6</sup>	0	1.838 10 <sup>-4</sup>	0	0
Nitrite de silicone	5.8723 10 <sup>-6</sup>	0	9.095 10 <sup>-4</sup>	0	0
Ti-6Al-4V	7.5788 10 <sup>-6</sup>	0	6.63 10 <sup>-4</sup>	-3.147 10 <sup>-6</sup>	0
Acier inoxydable	12.330	0	8.086 10 <sup>-4</sup>	0	0
Nickel α	9.9209 10 <sup>-6</sup>	0	8.705 10 <sup>-4</sup>	0	0

Tableau 4: Coefficient de conductivité thermique de la céramique et du métal [13].

Matériaux	P <sub>0</sub>	P <sub>-1</sub>	P <sub>1</sub>	P <sub>2</sub>	P <sub>3</sub>
Zircone	1.7000	0	1.276 10 <sup>-4</sup>	6.648 10 <sup>-8</sup>	0
Oxyde d'aluminium	-14.087	-1123.6	-6.227 10 <sup>-3</sup>	0	0
Nitrite de silicone	13.723	0	-1.032 10 <sup>-3</sup>	5.466 10 <sup>-7</sup>	-7.876 10 <sup>-11</sup>
Ti-6Al-4V	1.0000	0	1.704 10 <sup>-2</sup>	0	0
Acier inoxydable	15.379	0	-1.264 10 <sup>-3</sup>	2.092 10 <sup>-6</sup>	-7.223 10 <sup>-10</sup>
Nickel α	187.66	0	-2.869 10 <sup>-3</sup>	4.005 10 <sup>-6</sup>	-1.983 10 <sup>-9</sup>
Nickel β	58.754	0	-4.614 10 <sup>-3</sup>	6.670 10 <sup>-7</sup>	-1.523 10 <sup>-10</sup>

# Chapitre 2

## **2. Aluminium et alliages d'Aluminium**

### **2.1. Introduction**

L'Aluminium est classé comme le troisième élément de l'écorce terrestre en quantité, après l'Oxygène et le Silicium. Il est le métal le plus récemment découvert puisqu'il n'est utilisé industriellement que depuis la fin du XIX<sup>e</sup> siècle [14].

Sa remarquable légèreté, sa résistance à la corrosion, sa mise en forme variée et sa coloration durable en font un matériau très utilisé dans l'industrie et l'artisanat malgré la technicité de sa mise en œuvre. C'est un produit industriel important, sous forme pure ou alliée, notamment dans l'aéronautique, les transports et la construction. Sa nature réactive en fait également un catalyseur et un additif dans l'industrie chimique ; il est ainsi utilisé pour accroître la puissance explosive du nitrate d'ammonium [15].

### **2.2. Historique**

En 1808, l'électro-chimiste Sir Humphrey Davy a découvert l'existence de l'aluminium, en électrolysant des sels fondus d'Aluminium. En 1825, Hans Christian Oersted obtient l'aluminium à l'état de corps simple sous forme d'une poudre grise contenant une très grande quantité d'impuretés. En 1827, le chimiste allemand Friedrich Wöhler obtient une poudre grise d'Aluminium contenant cependant moins d'impuretés. Entre 1827 et 1845, Friedrich Wöhler améliore le procédé d'Oersted en utilisant le Potassium métallique. Il est le premier à mesurer la densité de l'Aluminium et à montrer sa légèreté. En 1854, le chimiste français Henri Sainte-Claire-Deville obtient le métal en réduisant le Chlorure d'Aluminium par le Sodium [16].

Ce n'est qu'en 1886 que la production commerciale de l'Aluminium débuta suite à la découverte simultanée de Paul Louis Toussaint Héroult en France, et Charles Martin Hall aux Etats Unis du procédé d'électrolyse de l'oxyde d'Aluminium dissous dans un bain de cryolithe en fusion. C.M. Hall monte en 1888 une usine pour la Pittsburgh Reduction Co qui deviendra en 1907 The Aluminum Company of America. La production mondiale de celui-ci fut de 6000 tonnes en 1900, et a augmenté régulièrement surtout après 1950 pour atteindre une production mondiale actuelle de 20 000 kT [17].

### **2.3. Propriétés des alliages d'aluminium**

Le développement des applications de l'Aluminium et de ses alliages s'explique par plusieurs propriétés, en particulier :

#### **2.3.1. La légèreté**

L'Aluminium appartient à la famille des métaux légers et de plus présente des caractéristiques mécaniques très élevées. Son poids atomique est égal à 27 amu. Il est l'un des métaux les plus répandus sur la surface de la terre ; plus que le Fer, le Cuivre et l'Acier qui sont réputés être les métaux les plus communs. Il constitue de ce fait 80 % du poids des avions actuels. Il est très utilisé aussi dans les transports terrestres rapides TGV et maritimes, et de plus en plus dans l'automobile [16].

#### **2.3.2. La conductivité thermique**

L'Aluminium non allié a une excellente conductivité thermique, de l'ordre de 60 % de celle du cuivre. Il fond à 660°C et bout à 2500°C, la chaleur de vaporisation est de 10 780 kJ/kg. Les applications des échangeurs en Aluminium sont très nombreuses : automobiles, véhicules industriels, aéroréfrigérants, climatisation, dessalement de l'eau de mer, énergie solaire...etc [14].

### **2.3.3. La conductivité électrique**

La conductivité électrique de l'Aluminium est de l'ordre des deux tiers de celle du cuivre (237 W/m. k à température ambiante). L'Aluminium est très utilisé dans les postes de connexion des réseaux aériens haute et moyenne tension [17].

### **2.3.4. La tenue à la corrosion**

La position de l'aluminium dans la série des potentiels électrochimiques le rend très réactif ( $E^\circ(\text{Al}/\text{Al}^{3+}) = -1,66 \text{ V/ENH}$ ), ce qui pourrait faire craindre une grande corrodabilité. Cette grande réactivité implique une très forte affinité pour l'oxygène, ce qui fait que l'aluminium se recouvre d'une pellicule très dure et adhérente d'oxyde  $\text{Al}_2\text{O}_3$  qui stoppe la réaction d'oxydation en profondeur et permet à l'aluminium de s'auto protéger en se passivant [18].

Cette couche d'oxyde plus ou moins hydratée a une résistance chimique limitée car elle résiste bien dans les solutions d'acide chlorhydrique, sulfurique, et nitrique, par contre, les bases attaquent violemment le métal.

En cas de contact physique entre l'aluminium et d'autres matériaux, des corrosions locales se produisent. Par exemple, le contact de l'aluminium avec le fer est susceptible de produire le phénomène de pile. Celui-ci est d'ordre électrochimique et se produit lorsque deux métaux de potentiels électriques différents en atmosphère sont plongés dans un milieu ionique conducteur (de l'eau légèrement salée, par exemple). Il est donc tout à fait imprudent de concevoir un assemblage hétérogène sans prendre de précautions particulières [18].

## ***2.4. Rôle des principaux constituants***

L'utilisation d'aluminium en alliage avec les autres éléments est destinée en grande partie à améliorer ses caractéristiques mécaniques :

### **2.4.1. Le cuivre-Cu (U)**

Le cuivre contribue fortement à l'amélioration des caractéristiques mécaniques des alliages et améliore considérablement les aptitudes à l'usinage des pièces réalisées y compris dans le cas où elles ne sont pas traitées thermiquement [17].

A l'inverse, le cuivre est défavorable à la tenue à la corrosion de la pièce. Une protection de surface (peinture, anodisation) est souvent nécessaire. De plus, les alliages aluminium cuivre, dans lesquels la teneur en silicium est très faible, sont assez facilement sujets à la crique (amorçage des fissures) si le refroidissement après la coulée est mal contrôlé ou si le moule est mal étudié vis-à-vis des contraintes dues au retrait [19].

Les alliages aluminium-cuivre (série 2000) sont des alliages délicats en fonderie, mais très appréciés des usineurs, lorsque les pièces sont bien étudiées d'un point de vue technologie de moulage. Les pièces réalisées dans cette série d'alliage sont très souvent des pièces soumises à des contraintes mécaniques importantes et, de ce fait, font presque toujours l'objet d'un traitement thermique [20].

### **2.4.2. Le magnésium-Mg (G)**

Le magnésium est le principal agent d'amélioration des caractéristiques mécaniques des alliages d'aluminium [14].

### **2.4.3. Le silicium-Si (S)**

Il est présent dans la majorité des alliages pour fonderie. Sa principale caractéristique est d'améliorer la coulabilité du métal et, par conséquent, de limiter les risques de criques.

En revanche, le silicium diminue l'usinabilité de la pièce et rend plus difficile le traitement anodique de décoration [19].

#### 2.4.4. Le zinc-Zn (Z)

Le zinc augmente les caractéristiques mécaniques de l'alliage mais nettement moindre que le cuivre. Il diminue aussi la tenue à la corrosion [18].

#### 2.4.5. Le titane-Ti (T)

Sa principale propriété est d'affiner le grain du métal, ce qui a aussi une influence bénéfique sur les caractéristiques mécaniques [20].

### 2.5. Familles d'alliages d'aluminium

Il existe 6 familles d'alliages d'aluminium auxquelles il faut rajouter celle de l'aluminium non allié. Ces 7 familles, encore appelées séries, sont désignées par un nombre à 4 chiffres comme cela est indiqué dans le tableau 5.

Tableau 5: Les séries d'alliages d'aluminium (17).

Série	Système	Teneur de l'élément d'addition principal
1000	Aluminium non allié	
2000	Aluminium Cuivre	Cu : de 2 à 6%
3000	Aluminium Manganèse	Mn : de 0.5 à 4%
4000	Aluminium Silicium	Si : de 3 à 22%
5000	Aluminium Magnésium	Mg : de 0.5 à 7%
6000	Aluminium Magnésium et Silicium	Mg et Si : de 0.5 à 1.5
7000	Aluminium Zinc	Zn : de 1 à 8%

Suivant le mode de transformation des alliages on distingue :

- Les alliages de corroyage ;
- Les alliages de moulage.

#### 2.5.1. Les alliages de corroyage

Ces alliages sont coulés en fonderie sous forme de plaques ou de billettes et ensuite transformés en demi-produits : tôles, profilés, ... par laminage ou par filage. Suivant le processus par lequel les différents niveaux de caractéristiques mécanique sont obtenus, on distingue pour les alliages de corroyage :

##### 2.5.1.1. Les alliages à durcissement structural

Les alliages à durcissement structural ou « trempant » dans lesquels le durcissement est obtenu par une gamme de traitement thermique comportant une mise en solution, une trempe suivie d'un revenu ou d'une maturation à l'ambiante. Ce sont ceux des séries 2000 ; 6000 et 7000 [20].

Le durcissement structural des alliages d'aluminium est dû à des transformations métallurgiques à la suite des traitements thermiques de mise en solution de trempe et de revenu, aboutissant à la précipitation à l'intérieur des grains ou aux joints de grains, de précipités de phase durcissante [20].

A température ambiante, un alliage X (figure 5) est composé de deux phases : la solution solide  $\alpha$  et le composé intermétallique  $AmBn$ . Quand l'alliage X est porté à une température au-dessus de la ligne ab, la solubilité de l'élément d'addition dans l'aluminium est totale au point que le composé intermétallique  $AmBn$  disparaît pour laisser place à la seule phase  $\alpha$  [17].

La trempe consiste à refroidir l'alliage très rapidement, en générale à température ambiante, ou au plus à celle de l'eau chaude vers 70-80°C de façon à ce que l'élément d'addition reste en solution dans l'aluminium bien que sa solubilité soit très inférieure à la température ambiante par rapport à ce qu'elle a été au-dessus de la ligne ab. C'est un état métastable pendant lequel l'alliage est plastique parce qu'il ne comporte qu'une seule phase  $\alpha_{\text{métastable}}$  [17].

Cet état ne peut cependant se maintenir très longtemps, en général, au bout de quelques heures (le délai dépend de l'alliage), la précipitation du composé intermétallique AmBn commence, les caractéristiques mécaniques de l'alliage augmentent au fur et à mesure que la précipitation avance [17].

Le revenu est un chauffage fait entre 100 et 220°C dans des conditions de durée et de température bien définies afin de pouvoir contrôler au mieux la cinétique de précipitation des composés intermétalliques, leur taille et leur répartition.

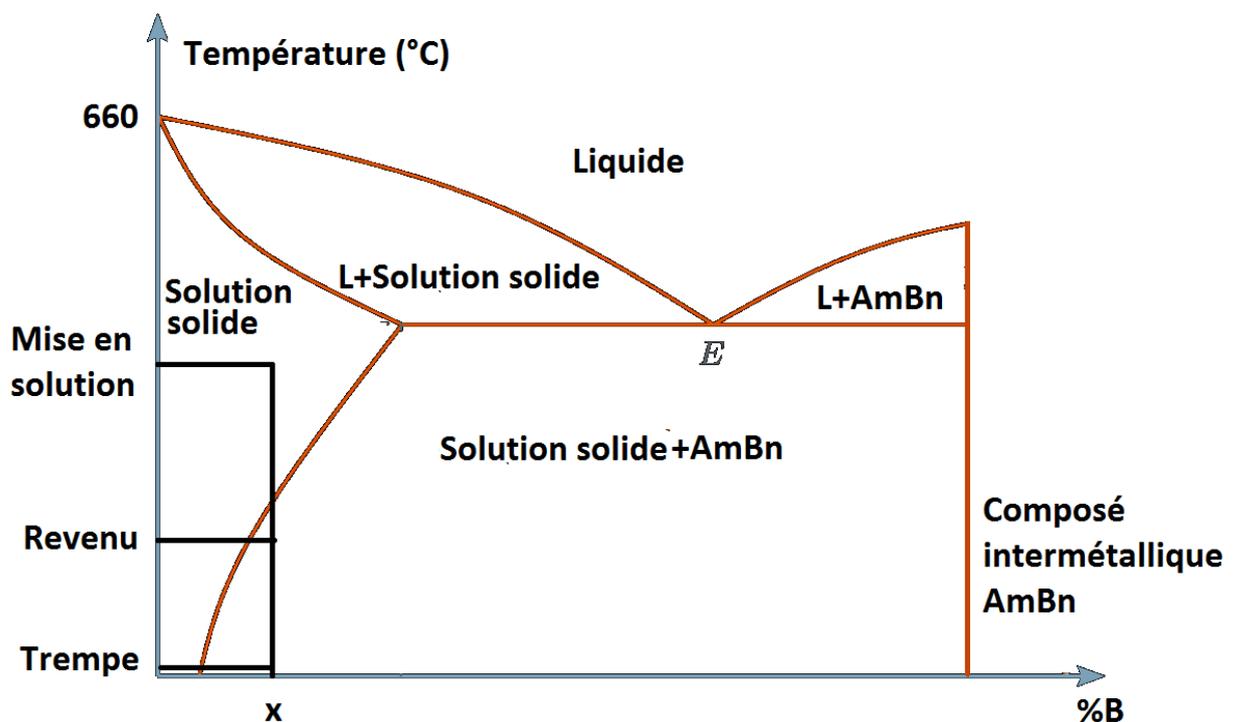


Figure 5: Représentation schématisée d'un diagramme de phase binaire [17].

### 2.5.1.2. Les alliages sans durcissement structural

On les appelle aussi alliage non trempant, le niveau des caractéristiques mécaniques est obtenu par l'effet d'érouissage dû aux déformations (laminage, filage...) ou par des recuits. Ce sont ceux des séries : 1000 ; 3000 et 5000.

Le niveau de caractéristique mécanique dépend du taux d'érouissage ; de la teneur en élément d'addition ou de l'effet de phases dispersées [14].

### 2.5.2. Les alliages de moulage

Les alliages de moulage appartiennent aux systèmes :

- Al-Mn : A-M4
- Al-Cu : A-U5GT, A-U10S4, ...
- Al-Mg : A-G3T, A-G10, ...
- Al-Zn : A-Z5G

- Al-Si : A-S2GT, A-S7G, A-S10G, A-S13, A-S9U3, ...

Les alliages au silicium sont les plus nombreux parmi les alliages de moulage. Il en existe de nombreuses variantes. Ils représentent environ 70% des pièces moulées. Ils peuvent être coulés soit en sable, soit en coquille, soit sous-pression, leurs caractéristiques mécaniques dépendent de la composition et du mode de coulée [17].

La résistance à la corrosion des alliages de fonderie au silicium, au magnésium et au zinc est excellente. Les alliages contenant de fortes additions en cuivre (de 2 à 3%) n'ont pas une résistance à corrosion suffisante pour les utiliser sans protection dans les milieux très agressifs [14].

## ***2.6. Applications de l'aluminium***

En quantité et en valeur, l'aluminium est le métal le plus utilisé après le fer, grâce à sa légèreté et sa bonne conductivité électrique et thermique. L'aluminium pur est mou et fragile, mais avec des petites quantités de cuivre, magnésium, manganèse, silicium et d'autres éléments, il peut former des alliages aux propriétés variées [14].

Grace à ses différentes propriétés, le domaine d'utilisation de cet alliage est très vaste ; on cite :

### **2.6.1. Le transport**

La nécessité de réduire le poids des véhicules en vue de diminuer leur consommation de carburant, ou d'augmenter leur charge utile ou leur rayon d'action, conduit la plupart des constructeurs à substituer de plus en plus d'aluminium à d'autres matériaux lourds, notamment à la fonte, l'acier et les métaux cuivreux.

#### **2.6.1.1. Automobile**

Dans le domaine de l'automobile où la bataille entre matériaux est la plus spectaculaire, l'aluminium est en compétition avec la fonte sur les blocs moteurs, avec les céramiques sur les pistons, avec l'acier, les plastiques, le magnésium sur les carters, avec le cuivre sur les échangeurs, avec l'acier, les plastiques et les composites sur la carrosserie.

#### **2.6.1.2. Transport aéronautique**

L'Aluminium et l'aéronautique ont toujours été, et sont encore, étroitement liés. Si l'aéronautique a débuté avec les appareils dont les structures en bois, son véritable démarrage ne fut rendu possible que grâce à l'invention en 1903 d'un alliage aluminium-cuivre- magnésium, commercialisé sous le nom de duralumin, aujourd'hui alliage 2017.

La prépondérance de l'aluminium dans l'aéronautique n'a pu être conservée que par une évolution considérable au fil des ans des alliages utilisés ; aujourd'hui encore l'aluminium représente près de 80% de la masse à vide des structures des avions modernes.

#### **2.6.1.3. L'armement et les équipements militaires**

L'aluminium occupe une place importante dans ce domaine, citons :

- Les chars et véhicules blindés : roues ou galets en alliage 2014 matricé, blindage (à égalité de poids, les alliages du type 7020 présentent des propriétés balistiques voisines de celles de l'acier de blindage) ;
- Les véhicules amphibies ;

- Les obusiers (exemple : M-102 la légèreté de l'aluminium permet le transport par hélicoptère) ;
- Les munitions ;
- Les pièces balistiques : fonds et corps de propulseurs en alliages 2014, 7049, 7075, Les tubes (bazookas), les lance-rockets ;
- Les matériels de génie militaire : engins de franchissement en alliage 7020 soudé.

# Chapitre 3

### **3. Les céramiques**

#### **3.1. Introduction**

Dans le langage courant, les céramiques sont généralement associées à la poterie, à la faïence culinaire ou sanitaire et aux carrelages.

Le mot « céramiques » vient d'ailleurs du grec « keramos » signifiant « poterie ». Le mot grec est lui-même originaire d'un terme sanskrit désignant « faire brûler ».

Aujourd'hui, par céramique, on entend une grande famille de matériaux inorganiques caractérisés par des liaisons fortes ioniques et/ou covalentes. Cette famille regroupe pêle mêle : les roches, les bétons, les verres, les carbures, les nitrures...

En caricaturant à peine, on peut dire que si un matériau n'est ni un métal, ni un alliage, ni un polymère organique, alors c'est une céramique.

Du point de vue chimique, les céramiques sont constituées essentiellement d'oxydes. Leur cohésion est assurée par des liaisons fortes qui se traduisent en pratique par une très bonne tenue en température et un comportement élastique excellent. Par contre, comme les céramiques sont peu ou pas cristallines, elles n'ont qu'une faible plasticité. Elles sont donc fragiles, peu ou pas cristallines, elles n'ont qu'une faible plasticité. Elles sont donc fragiles, peu ductiles, mais en revanche, résistantes à l'usure. Les céramiques ont en outre de haut point de fusion et une bonne résistance à la corrosion [7].

Les utilisations modernes des céramiques ne sont plus limitées aux domaines traditionnels et on les emploie de plus en plus en électrotechnique, construction mécanique et aéronautique.

#### **3.2. Les classes des céramiques**

##### **3.2.1. Définition**

La grande famille des céramiques contient également les verres et les liants hydrauliques.

La catégorie qui nous intéresse plus particulièrement dans ce document concerne les céramiques proprement dites, que l'on peut différencier des autres par l'ordre des étapes de fabrication et de mise en œuvre. A cause de leur point de fusion très élevée, les céramiques proprement dites ne peuvent être coulées ni forgées ni laminées. La matière première doit être réduite en poudre afin de faciliter la fusion. Le verre pâteux peut ensuite être mis en forme [21].

Enfin, les plâtres et ciments doivent d'abord subir une étape de cuisson au cours de laquelle ils sont progressivement réduits en poudre. Ils ne sont pas mis en forme qu'au moment de leur utilisation.

##### **3.2.2. Les céramiques naturelles**

La pierre est le plus ancien, le plus durable et le plus courant des matériaux de construction.

L'argile est une roche plastique, imperméable et résistante quand elle est imbibée d'eau, qui durcit à la cuisson de façon irréversible, les grains individuels des minéraux argileux sont de taille microscopique et semblable à des plaquettes. Cette structure en feuillets engendre une très grande surface qui leur permet d'absorber de grandes quantités d'eau, ce qui leur donne leur plasticité et fait gonfler certaines variétés [12].

Une des uniques céramiques naturelles, la glace qui se forme en quantité énorme à la surface de la terre jusqu'à 3km d'épaisseur et 3000 km de diamètre au niveau de la calotte glacière antarctique [22].

Exemple de céramiques naturelles : calcaire, grès, granit (silicate d'alumine), glace.

### 3.2.3. Les céramiques oxydées

Elles se caractérisent, par rapport aux métaux, par une température de fusion très élevée et une grande stabilité chimique même à haute température.

Tableau 6: Propriétés de différentes céramiques [22].

	Alumine	Silice	Cordiériérite	Zircone yttirée	Zircone
T° fusion (°C)	2030	1710	1450	2720	2720
Masse vol (g.cm <sup>3</sup> )	3,98	2,2	2,5	6,05	6,05
Résistance à la rupture (MPa)	400	75	50-100	600	800-
Coef.dilat.ther (10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup> )	8,1	0,4	2-3,7	9,8	10,5
Rési.choc.ther (°C)	150	Elevé	300	300	250
Résistivité électrique	≥10 <sub>12</sub>	10 <sub>10</sub>	10 <sub>12</sub>	≥10 <sub>7</sub>	≥10 <sub>7</sub>
Conductiv.therm(W.m <sup>-1</sup> · K <sup>-1</sup> )	36	1,5	4	2,3	2,9
Dureté (GPa)	25	5	9	12	14
K <sub>IC</sub>	3-4,5	0,6	1,5	5	7-12

- **Alumine Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>** : élaborée à partir de la bauxite, elle est utilisée pour ses propriétés de stabilité, pureté, réfractarité, inerte chimique... Le quart des alumines produites passe dans les réfractaires.
- **Silice SiO<sub>2</sub>** : La silice vitreuse, du fait de son coefficient de dilatation faible et de l'absence de changement de phase cristalline en température, présente une excellente résistance aux chocs thermiques. Cette propriété ainsi que sa transparence la font utiliser, entre autres, pour fabriquer des coiffes de missiles.
- **Zircone ZrO<sub>2</sub>** : la zircone existe sous l'une des trois formes cristallines (formes allotropiques) monoclinique 1100°C, quadratique 2300°C et cubique 2700°C. Ces transformations s'accompagnent de variations de volume (dilatation de 3 à 5% lors de la transformation quadratique-monoclinique. La température de frittage se situe vers 1450°C, il est nécessaire de stabiliser la zircone dans l'une des structures haute température afin d'éviter une fragmentation lors du refroidissement. L'addition de quelque % de MgO, CaO, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ou de CeO<sub>2</sub> conduit à ce résultat.

### 3.2.4. Les céramiques non-oxydées

Les plus courantes sont les carbures tels que SiC, les carbures des métaux de transition TiC, ZrC, HfC et les nitrures tel que TiN. Dans l'ensemble, ces matériaux vont présenter une grande dureté, une faible ténacité comparée à celle des métaux et alliages reflètent leur fragilité et une très bonne résistance à la corrosion et à l'usure [22].

### 3.2.5. Céramique ioniques et covalentes

On différencie les céramiques à caractère majoritairement covalent et celles à caractère majoritairement ionique dans leurs liaisons atomiques.

### 3.2.5.1. Céramiques ioniques

Elles sont composées d'un métal et d'un non-métal. L'attraction électrostatique entre charges de signes opposés constitue la source principale de liaison. Les ions adoptent un empilement dense afin de minimiser les distances entre charges de signes opposés. Cet empilement est aussi contrôlé par une restriction que les charges de même signe ne se touchent pas. La structure de ce type de céramique est généralement cristalline [23].

Exemples :

- Chlorure de sodium (NaCl)
- Magnésie (MgO)
- Alumine (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)
- Zircone (ZrO<sub>2</sub>)

### 3.2.5.2. Céramiques covalentes

Elles sont composées de deux non-métaux ou d'éléments purs. La cohésion du solide est assurée par la présence de liaisons covalentes, c'est-à-dire le partage des atomes avec ses voisins. L'énergie est minimum, non par le développement d'un empilement dense comme pour les céramiques ioniques, mais par la formation de chaînes, feuillets du réseau. Les céramiques à liaisons covalentes sont plus fréquemment amorphes [23].

Exemples :

- Silice (SiO<sub>2</sub>)
- Diamant (C)
- Silicium (Si)

### 3.2.5.3. Les céramiques ioniques simples

La plupart des céramiques ioniques de formule AB ont une structure proche de celle du chlorure de sodium (NaCl) qui est utilisé comme sel de table.

### 3.2.6. Céramiques vitrifiées

Les poteries, tuiles, briques de construction et réfractaires sont constituées d'argiles mises en forme à l'état humide, puis séchées et cuites.

Après cuisson, ces céramiques sont constituées de phases ordonnées (cristallines), à base de silicate, enrobées de phases désordonnées (amorphes ou vitreuses) à base de silice. La phase vitreuse fond au moment de la cuisson et s'étend entre les différentes parties cristallines, assurant la cohésion de l'ensemble [22].

### 3.2.7. Les céramiques techniques

La plus connue reste le diamant, utilisé industriellement pour élaborer des outils de coupe, des filières et cout élevée ayant largement contribué au développement de nouveaux matériaux. La résistance mécanique d'une céramique dépend :

- De sa ténacité ( $K_{IC}$ )
- De la distribution en taille des micro fissures.

Ainsi les céramiques techniques modernes présentent-elles, des valeurs de ténacité plus importantes couplées à une distribution moins dispersée en taille de micro fissures [22].

### 3.3. Microstructure des céramiques

On peut séparer les céramiques en deux grandes classes, suivant qu'elles sont cristallines ou amorphes.

Les céramiques cristallines forment des microstructures polycristallines, similaires à celles des alliages métalliques.

La structure des joints de grains est plus complexe dans les céramiques que dans les métaux, car les interactions électrostatiques apportent des contraintes d'équilibre supplémentaires. En conséquence, une fraction de porosité de l'ordre de 20% du volume est fréquemment rencontrée dans les céramiques, Ces pores vont affaiblir le matériau en entraînant des concentrations de contraintes à leur voisinage [23].

La présence de micro fissures, plus difficilement décelable est aussi très néfaste au matériau. Ces micro fissures résultent du procédé de fabrication ou de la différence de coefficient de dilatation.

### 3.4. Procédés de fabrication

Schéma principal :

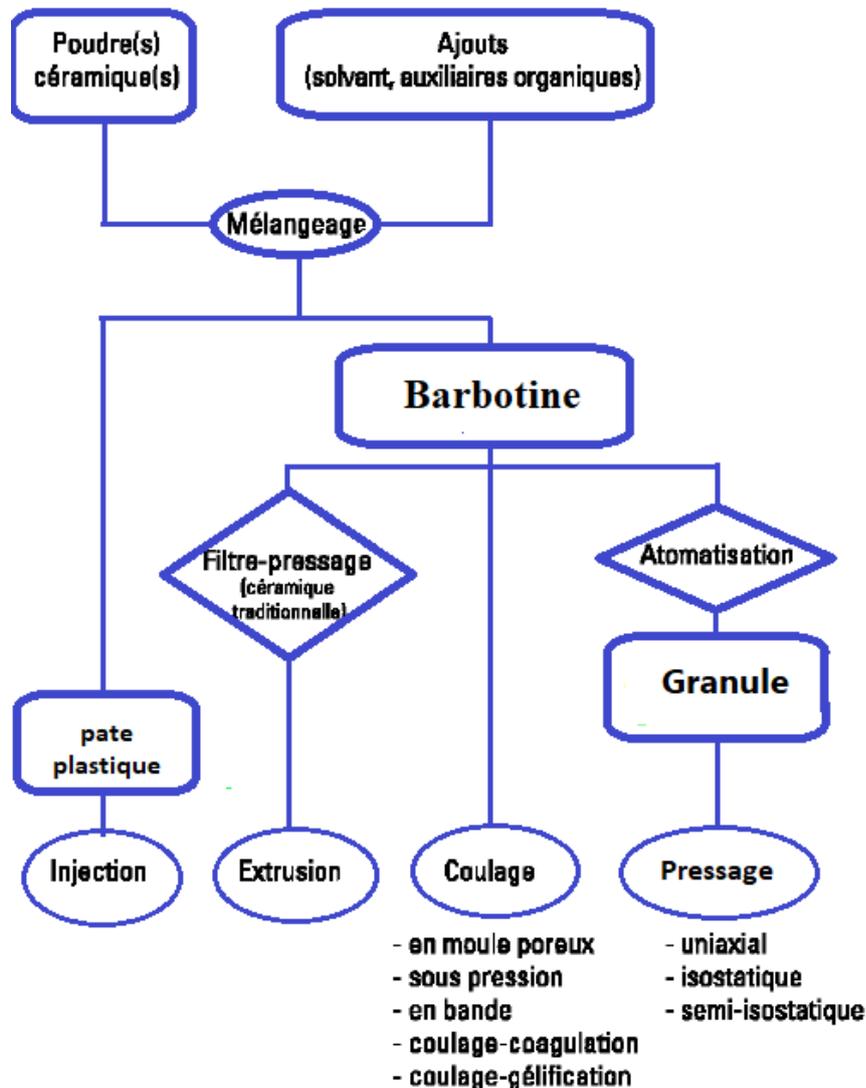


Figure 6: Différentes méthodes de fabrication des céramiques [22].

### **3.5. Mise en forme des céramiques**

En raison de leurs propriétés (température de fusion élevée, dureté, absence de ductilité aux basses températures, fragilité, faible ténacité), les objets céramiques sont généralement obtenus par consolidation à haute température (frittage) d'une structure granulaire élaborée en mettant en œuvre un procédé de mise en forme.

Les procédés de mise en forme les plus utilisés sont :

#### **3.5.1. Le coulage**

- Coulage en moule poreux : méthode la plus conventionnelle ; la migration capillaire du liquide dans la porosité du moule conduit à la formation d'une couche consolidée à la surface du moule.
- Coulage sous pression : la pression permet d'accélérer la migration dans le moule poreux.
- Coulage en bande : consiste à déposer sur un support une suspension contenant des auxiliaires organiques tels que liants et des plastifiants.

L'éprouvette du solvant conduit à une bande manipulable qui sera décollée du support. Le coulage en bande permet d'obtenir des feuilles céramiques de faibles épaisseurs (25 à 1000  $\mu\text{m}$ ) et de grande surface.

- Coulage coagulation : cette méthode consiste à coaguler une suspension, coulée dans un moule non poreux, en la déstabilisant in situ conduire à une pièce crue de cohésion suffisante pour permettre son démoulage.
- Coulage-gélicification : un monomère organique est ajouté lors de la préparation de la suspension. L'élévation de la température du moule ou l'addition d'un initiateur dans le milieu, juste avant de procéder au coulage, permet la polymérisation du monomère et la consolidation de la pièce crue [24].

### **3.6. Pressage**

Compaction d'une poudre sous l'effet d'une pression appliquée. Il permet l'élaboration de pièces avec de faibles tolérances dimensionnelles en utilisant des granules sphériques de diamètres de 50  $\mu\text{m}$  ou plus. Cette méthode s'applique également aux poudres métalliques.

- Pressage uniaxial : la compaction des granulés est effectuée dans un moule cylindrique (métallique, céramique, graphite) avec un simple effet ou effet double des pistons presseurs.
- Pressage isostatique : un moule déformable, ayant la forme de la pièce à réaliser, est rempli avec les granules. La pression de l'ordre de 150 à 200 MPa est appliquée sur cette enveloppe flexible par intermédiaire d'un fluide, généralement de l'huile. Le pressage isostatique est employé pour la réalisation de pièces présentant une direction allongée et de pièces de formes complexes et/ou de volumes important (bougie d'allumage, buses réfractaires de coulée de métaux...).
- Pressage semi-isostatique : c'est une combinaison du pressage axial et isostatique. Il est utilisé pour la réalisation de pièces plates comme les assiettes. Un poinçon métallique applique une pression axiale sur la surface la plus simple de la pièce (creux), et une membrane flexible applique, à l'aide d'un fluide, une pression isostatique sur l'autre surface de forme plus complexe [9].

### 3.6.1. Extrusion

Consiste à forcer le mélange plastique à travers une filière à l'aide d'un piston ou d'une vis. L'injection consiste à forcer le mélange plastique dans la cavité d'un moule de la même façon que l'injection des matières plastiques [22].

### 3.6.2. Dépôts sous vide

Le dépôt d'une couche de céramique, de quelques nm à quelques mm, sur un substrat métallique céramique ou organique pour modifier des propriétés de surface (frottement, optique, corrosion...).

- C.V.D : consiste à réaliser une couche, sur un substrat chauffé, par réaction chimique à partir d'espèces réactives en phase gazeuse.
- P.V.D : consiste en l'évaporation ou la pulvérisation du matériau

Dans le premier cas, le matériau à déposer est évaporé par chauffage, par bombardement électronique, par arc électrique ou par faisceau laser. Les espèces évaporées vont se condenser sur la surface du substrat. La pulvérisation consiste à éjecter des atomes d'une cible du matériau) déposer par impact d'atomes sur le substrat par un champ électrique [3].

### 3.6.3. Dépôts par projection thermique

Des gouttelettes d'un matériau fond, tel que  $ZrO_2$   $Al_2O_3$ , généralement à l'aide d'un plasma thermique produit par arc électrique, sont projetées sur le substrat.

### 3.6.4. Frittage

Le frittage peut être défini comme l'ensemble des transformations qui conduisent, par traitement thermique et sans fusion du matériau, d'un assemblage de grains disjoints (pièce crue ou verte) à une pièce consolidée (frittée). Les soudures qui se sont opérées entre les grains peuvent être accompagnées ou non d'une densification et ou d'une croissance des grains. On peut ainsi avoir :

- Consolidation sans densification (réalisation de filtres céramiques).
- Densification seule (recherche pour l'obtention des microstructures très fines).
- Densification associée à de la croissance (situation la plus fréquente)

Si aucune phase liquide n'apparaît, le frittage est dit « en phase solide » avec deux cas :

- Frittage non réactif : un constituant chimique au départ, une pièce composée du même constituant à la fin
- Frittage réactif : la densification est accompagnée d'une ou plusieurs réactions chimiques entre les constituants.

Si une phase liquide apparaît, le frittage est dit « en phase liquide », la phase liquide (minorité pour conserver la tenue mécanique de la pièce) peut provenir de la simple fusion d'un deuxième constituant présent (avant de frittage ou impureté) ou d'une réaction eutectique entre différents constituants.

Selon qu'une contrainte mécanique externe est appliquée ou non, on distingue le frittage naturel et le frittage sous charge [22].

### 3.7. Densité et porosité

Le schéma présente un objet céramique formé de grains (orangés) plus ou moins jointifs, avec une porosité ouverte (pores débouchant sur l'extérieur de la pièce en vert pale) et une porosité fermée (pores fermés en gris).

La porosité P (en %) se définit comme le rapport entre le volume des pores ( $V_p$ ) et le volume total de la pièce ( $V_t$ ).

Le volume de la matière ( $V_m$ ) peut être déterminé à partir de la masse  $m$ , et de la masse volumique du solide.

On a donc :

$$V_m = V_t + V_p \quad (10)$$

Expérimentalement, on peut suivre le frittage par dilatomètre. On repère ainsi les diverses étapes qui entraînent une variation dimensionnelle de l'éprouvette crue : réorganisation puis soudure des grains, densification par élimination des porosités ouvertes puis fermées pour aboutir à l'objet fritté [8].

### 3.8. Propriétés des céramiques

#### 3.8.1. Généralités

A haute température, ils présentent une résistance mécanique qui peut être supérieure à celle des métaux et alliages usuels, une bonne résistance au fluage et à l'oxydation. Du point de vue des caractéristiques thermiques, ils ont un très faible coefficient de dilatation thermique et une conductivité thermique plus ou moins élevée selon le type de matériau [25].

Les propriétés dépendent des modes d'élaboration qui contrôlent taille de grains, porosité, et caractéristiques des joints de grain.

#### 3.8.2. Propriétés mécaniques

Les avantages des céramiques sont :

- Résistance à la corrosion
- Résistance à l'usure
- Résistance à l'endommagement
- Résistance à la dégradation thermique
- Résistance chimique
- Résistance en compression
- Isolation thermique et électrique.

Les céramiques présentent comme les métaux, module d'Young bien défini, c'est-à-dire que le module reste constant pendant l'application d'une charge. De plus les liaisons ioniques et les liaisons covalentes sont très cohésives.

$$E_{\text{céramiques}} > E_{\text{métaux}} > E_{\text{polymères}}$$

En outre, les céramiques sont constituées d'atomes légers (C, O, Si, Al) et présentent une structure cristalline souvent non compacte.

$$\rho_{\text{métaux}} > \rho_{\text{céramique}} > \rho_{\text{polymères}}$$

Cette propriété fait que les céramiques constituent un matériau de choix comme charge renforçant dans les composites.

Tableau 7: Module d'Young et densité de quelques matériaux [22].

Matériau	E(GPa)	$\rho$ (SD)	E/ $\rho$ (GPa)
Aciers	210	1.8	27
Alliage d'Al	70	2.7	26
Alumine	390	3.9	100
Silice	69	2.6	27
Ciment	45	2.4	19

### 3.9. Dureté

Les céramiques présentent la plus grande dureté de tous les matériaux. Elles sont utilisées comme abrasifs pour couper ou polir tous les matériaux y compris le verre.

$$H_{\text{céramiques}} > H_{\text{alliages métalliques}} > H_{\text{métaux purs}} \gg H_{\text{polymères}}$$

Tableau 8: Rapport de la dureté au module d'Young [22].

Céramique	H/E ( $10^{-2}$ )	Alliages	H/E ( $10^{-3}$ )	Métaux purs	H/E ( $10^{-3}$ )
Diamant	15	Laiton	9	Cu	1.2
Alumine	4	Dural	15	Al	1.5
Zircone	6	Acier inox	6	Ni	0.9
SiC	6	Acier C	15	Fe	0.9
Moyenne	8	Moyenne	10	Moyenne	1.5

Dans la conception des pièces céramiques il n'est jamais nécessaire d'envisager la défaillance par plastification de la pièce car la rupture brutale=fragile=dans la zone linéaire d'un essai de traction, intervient toujours.

#### 3.9.1. Résistance à la rupture des céramiques

C'est la plasticité en tête de fissure qui confère aux métaux leur ténacité élevée. Le fait que les céramiques contiennent toujours des fissures et des porosités diminue largement leur ténacité ; elle atteint seulement 2% de celle des métaux.

La résistance mécanique en traction dépend de la ténacité et de la longueur des plus grandes fissures. La résistance en traction décroît lorsque la longueur de la plus grande fissure augmente. Dans le cas des céramiques, la taille caractéristique d'une fissure conduisant à une rupture est très faible, de l'ordre de la taille des grains d'un matériau fritté [22].

Il existe alors deux manières d'améliorer la résistance mécanique des céramiques :

- Diminuer la longueur de la plus grande fissure par un contrôle de la granulométrie des poudres et des méthodes de mise en œuvre.
- Augmenter la ténacité à l'aide de composites ou d'alliage, comme en incorporant de la paille hachée dans les briques ou de la fibre de verre dans le ciment.

#### 3.9.2. Résistance aux chocs thermiques

Les céramiques (contrairement aux verres) présentent généralement une bonne résistance aux chocs thermiques.

Afin de quantifier la résistance aux chocs thermiques des matériaux, on laisse tomber des échantillons chauffés à des températures croissantes dans de l'eau. L'écart maximum de température (en K) auquel survivent les échantillons sans se rompre donne une valeur de résistance aux chocs thermiques.

Si le coefficient de dilatation thermique de l'échantillon est  $\alpha$ , la couche superficielle brutalement refroidie subie une contraction de  $\alpha\Delta T$ . Cette couche fait cependant partie d'un solide plus volumineux, encore chaud, et doit donc supporter une contrainte de  $E\alpha\Delta T$ . Si cette contrainte est supérieure à la résistance mécanique  $R_m$ , la surface de la pièce se fissure et finalement s'écaille. La variation de température maximum que peut supporter l'échantillon est donc donnée en première approximation par :

$$\Delta T = R_m/E\alpha \quad (11)$$

# Chapitre 4

## **4. Moulage en sable**

### **4.1. Introduction**

Parmi les procédés de moulage employés pour réaliser des pièces de fonderie en alliages d'aluminium, le moulage en sable est le procédé le plus ancien, le plus connu et le plus souple. Il permet la réalisation de pièces de toutes dimensions, à l'unité ou en série. Dans chaque cas, il est réalisé à partir d'un modèle (moulage main) ou d'une plaque modèle (moulage à la machine).

### **4.2. Sable de moulage**

Les sables de moulage habituellement utilisés en fonderie d'alliages d'aluminium doivent répondre à des propriétés particulières, qui font intervenir les caractéristiques physiques et chimiques du sable [19].

Dans leurs états d'utilisation les sables de moulage doivent être modérément humide (4 à 6% H<sub>2</sub>O), avoir une certaine plasticité et cohésion à vert pour conserver, une fois serrés, l'empreinte du modèle, présenter une perméabilité suffisante pour que l'air contenu dans l'empreinte ainsi que les gaz qui se dégagent pendant la coulée puissent s'échapper rapidement au travers du moule ; enfin ils doivent convenir à la finesse de peau réclamée pour les pièces [26].

Il est donc nécessaire que le sable de moulage contienne, d'une part, une quantité déterminée d'argile (8 à 15%) et que, d'autre part, les grains de silice qui le constituent répondent à certaines caractéristiques de dimensions [27].

#### **4.2.1. Caractéristiques élémentaires**

Pour préciser numériquement les qualités du sable de moulage, on procède à la mesure des caractéristiques directement utiles pour son emploi ; granulométrie, perméabilité, cohésion. Ces déterminations sont faites en laboratoire, avec des appareils spéciaux, sur des éprouvettes normalisées.

##### **4.2.1.1. Granulométrie**

La granulométrie de la silice d'un sable de moulage est déterminée en passant ce sable par une série de tamis, après l'avoir, au préalable, débarrassé de l'argile qu'il contient [14].

##### **4.2.1.2. Perméabilité**

La perméabilité d'un sable de fonderie est la faculté qu'il offre de se laisser traverser par l'air et les gaz qui se dégagent au moment de la coulée :

- L'air dont le métal prend la place dans l'empreinte ;
- Les gaz produits par l'action du métal sur le sable, en particulier la vapeur d'eau.

Les principaux facteurs dont dépend la perméabilité d'un sable de moulage à vert sont : sa granulométrie ; sa teneur en argile ; son pourcentage d'humidité et son degré de serrage [28].

##### **4.2.1.3. Cohésion**

La cohésion maximale est obtenue lorsque les grains sont enrobés uniformément d'argile et d'eau, ce qui s'obtient par le passage du sable dans un broyeur-frotteur. La cohésion augmente de façon sensible, puis reste stationnaire lorsque la répartition argile/eau est régulière.

#### 4.2.2. Composition du sable de moulage

Le tableau 9 donne la composition du sable de fonderie convenant au moulage des alliages d'aluminium. Le fait de jouer sur ces pourcentages permet de faire varier les qualités demandées au sable.

Tableau 9: Constitution d'un sable de moulage [14].

Composants	Teneur %
Silice (support)	70%-80%
Argile (agglutinant)	8% - 15%
Eau	4% -6%
Impuretés (oxyde de fer, matières organiques, etc.)	3% - 5%

#### 4.3. Sable à noyaux

Les noyaux sont fabriqués à partir de sable blanc auquel on incorpore un agglomérant (huile de lin, collagène, mélasse, etc.), ils sont séchés ou étuvés après mise en forme. Ils doivent résister aux efforts et manutention et avoir une compressibilité suffisante, permettant au retrait du métal de se manifester normalement sans pour cela trop résister sous peine de provoquer des tensions voire des criques dans la pièce [27].

#### 4.4. Les outillages

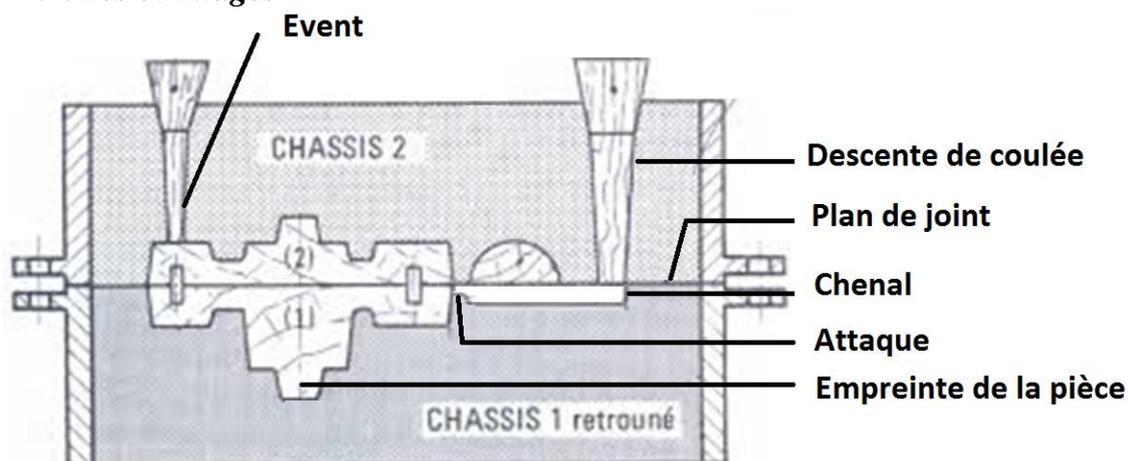


Figure 7: Composition du moule [28].

##### 4.4.1. Le modèle

La réalisation d'un modèle doit tenir compte :

- **Du retrait du matériau à couler** : les modelers possèdent d'ailleurs des mètres corrigés en fonction de la valeur des augmentations de dimensions à prévoir sur les modèles pour compenser le retrait de la pièce solidifiée dans le moule et se refroidissant jusqu'à la température ambiante. Les pourcentages de majoration des dimensions du modèle par rapport à celles de la pièce sont indiqués dans le tableau 10.
- **Des surépaisseurs d'usinages** : réserves de matières nécessaires à l'usinage, elles sont fonction du nombre de passes effectuées et des copeaux minima (ébauche, semi-finition, finition).
- **De la dépouille** : les formes du modèle doivent permettre son extraction du sable sans dégradation du moule. Dans ce but, on donne une certaine inclinaison aux parois du modèle, prises dans la position du moulage et suivant le sens du

démoulage (cette inclinaison prend le nom de dépouille). Les surfaces et formes qui empêchent le démoulage et l'extraction sont dites en contre dépouille.

- **Des congés** : arrondis de rayons variables qui permettent d'éviter les tensions internes et de faciliter le démoulage.
- **Des portées de noyau** : Parties rapportées au positif sur les modèles avec noyau pour maintenir, soutenir et positionner ces derniers [28].

Tableau 10: Les valeurs du retrait de quelques alliages [26].

Alliages		Valeurs prises en compte pour réaliser l'outillage du moule (%)
Alliages d'aluminium	et de cuivre	1,2 à 1,4
	et de Magnésium	1,2 à 1,4
	et de Silicium	1,1 à 1,3
	et de Zinc	1,5
Alliages de cuivre	Cupro-aluminium	1.8
	Bronzes	1,2 à 1,4
	Laiton	1.5
	Laiton haute résistance	1,7
Alliages ferreux	Aciers moulés non alliés	2 à 2,4
	Aciers moulés alliés	2,2 à 2,4
	Fonte GL	0,5 à 1,2
	Fonte GS	1 à 1,7
	Fonte alliée	1,5 à 2
Alliages de magnésium		5
Alliages de zinc		0,4 à 0,5

#### 4.4.2. Dispositif de coulée

Le dispositif de coulée se compose d'une descente de coulée verticale et des organes de distribution (chenal et attaques de coulée) disposés en principe sur un pan horizontal et qui doivent être conçus pour retenir les crasses ayant pu se former au bas de la descente.

Dans la plupart des cas, si le dispositif de coulée est mal conçu, un contrôle non destructif révèle d'importants défauts internes et, en particulier, des amas plus ou moins importants de pellicules oxydées [28].

#### 4.4.3. Les événements

Les événements n'ont d'autre rôle que d'aérer le moule. Il est nécessaire de les placer aux endroits où l'air et les gaz ont tendance à s'accumuler. Ces événements sont des pointes minces, en forme d'aiguilles, ayant 1 cm de diamètre ou un peu plus [14].

#### 4.4.4. Masselottes

La masselotte a pour rôle d'assurer l'alimentation en métal liquide des endroits du moulage où il y a accumulation de matière, afin d'éviter les retassures. Il faut donc que les masselottes restent plus longtemps liquides que les parties du moulage qui sont sous elles et soient correctement reliées avec elles. Le poids de la masselotte peut atteindre parfois 100% et plus de celui de la pièce, et l'on se rend compte de la grande importance de l'emploi convenable des masselottes ne serait-ce qu'au point de vue économique [19].

La masselotte doit remplir les conditions suivantes :

- La masselotte doit contenir du métal chaud ;

- La masselotte doit être placée au voisinage de l'endroit du moulage à alimenter en métal ;
- La masselotte doit être reliée correctement à cet emplacement.

#### 4.5. Etapes de moulage

Pour préparer un moule en sable il faut passer par les étapes suivantes :

- **Etape 1** : croquis du modèle (il faut penser à ajouter le retrait, les surépaisseurs d'usinage et les dépouilles) ;
- **Etape 2** : confection du modèle par le modelleur. Il est à noter que pour les petites séries, le modèle est en bois et pour les grandes séries, le modèle est métallique, usiné et poli.
- **Etape 3** : confection du noyau et la boîte à noyau par le modelleur (figure 8). Le noyau est confectionné en sable auto-siccant dans une boîte à noyau. Il est ensuite cuit à l'étuve pour lui donner une solidité lui permettant de résister à l'érosion du métal en fusion et aux efforts de compression qu'il subit lors de refroidissement de la pièce.

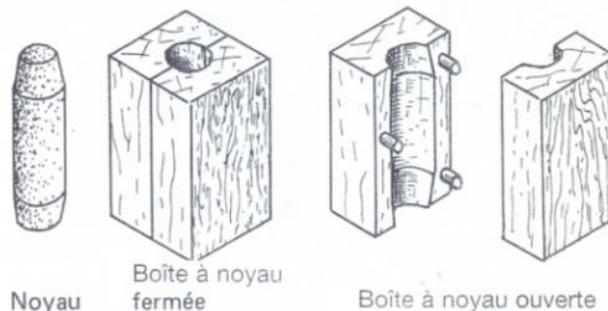


Figure 8: Noyau et boîte à noyau [14].

- **Etape 4** : confection de la partie inférieure du moule. Il faut prendre la première partie du modèle, la positionner sur un marbre, placer le premier châssis sur le même marbre, tasser du sable dans le châssis.
- **Etape 5** : confection de la partie supérieure du moule Il faut retourner la partie inférieure élaborée à l'étape 4, positionner la deuxième partie du modèle moyennant les goujons de positionnement, placer le deuxième châssis sur le premier et assurer le serrage, placer le mandrin de coulée, le mandrin d'évent, la masselotte et tasser du sable dans le deuxième châssis.
- **Etape 6** : le remoulage. Consiste à ouvrir le moule, extraire le modèle, creuser les passages du métal, placer le noyau et refermer le moule.

#### 4.6. Etuvage

Les moules en sable sont passés en four d'étuvage pour en chasser toute trace d'humidité avant la coulée, afin d'éviter la formation de vapeur d'eau dans le moule, qui peut créer des défauts internes dans la pièce moulée [27].

#### 4.7. Avantages et inconvénients du procédé

- Elaboration de tous types de matériaux métalliques.
- Poids des pièces : 200 grammes à plusieurs tonnes (dépend du matériau).
- Tolérances dimensionnelles :  $\pm 0,5$  à  $\pm 10$ mm.
- Epaisseur minimale des parois : 2,5mm
- La surface de la pièce moulée contient du sable => usure rapide des outils de coupe.

# **Etude Expérimentale**

# Chapitre 5

## **5. Matériaux FGM et techniques expérimentales**

### ***5.1. Préparation de la céramique et moyens exploités***

- Essence, détergents : dégraissage des bougies ;
- Support dur et marteau : casse de la céramique et séparation des parties constituantes de la bougie ;
- Broyeur à boulet ;
- Tamis d'ouverture 0.5, 1, 1.2 : pour le contrôle du broyage, éviter le sur-broyage ou le sous-broyage ;
- Acide chlorhydrique (HCl) pour le nettoyage de la poudre de céramique et éliminer les produits contaminants ;
- Eau distillée : pour le rinçage ;
- Four électrique : pour le séchage de la poudre nettoyée, dispersée dans un récipient en verre, mise à 300°C, pendant 20mn ;
- Tamis d'ouverture : 0.1, 0.2, 0.4, 0.6 ; 0.8, 1, 1.2 pour la caractérisation de la poudre et détermination du diamètre moyen ;



*Figure 9: Broyeur à boulets.*

#### **5.1.1. Céramique étudiée**

Le matériau utilisé concerne la céramique recyclée à partir des bougies d'allumage des moteurs de véhicules (récupérées chez des mécaniciens). Après le dégraissage à l'essence et séchage, on a cassé ces bougies avec un outil dur pour séparer de la partie métallique, la céramique pure à récupérer. Les parties endommagées (brulées, contaminées...) ont été éliminées.

#### **5.1.2. Broyage de la céramique**

A l'aide d'un broyeur à boulets, on a broyé la céramique fragmentée jusqu'à la taille recherchée. Les caractéristiques de ce broyeur ainsi que ces paramètres sont détaillées dans ce qui suit.

##### **5.1.2.1. Généralités**

La fragmentation des solides est une opération de partage d'un corps en fragments plus ou moins volumineux. Cette intervention est effectuée dans des concasseurs et des broyeurs et se définit par plusieurs termes selon la taille des fragments obtenus.

### 5.1.2.2. Facteurs influençant le broyage

Le broyage est surtout influencé par la nature de la maitrise à broyer (dureté, friabilité) mais aussi d'autres facteurs tels que la température de broyage, la granulométrie initiale et finale et l'échantillon, la présence éventuelle d'adjuvants et du degré d'humidité.

### 5.1.2.3. Le broyeur à boulets

Le broyeur à boulets est un appareil de laboratoire ou industriel, fonctionnant en continu ou en discontinu. Il est constitué d'une chambre cylindrique, tournant autour d'un axe horizontal et contenant des corps broyant libres. La qualité du broyage dépend, pour un composé donné, de la vitesse de rotation, du temps de rotation, du volume et du degré de remplissage du broyeur, de la nature, de la dimension et du poids des boulets. Les appareils de ce type sont très utilisés pour obtenir des moutures relativement fines. Ils sont robustes, peu couteux mais assez gros consommateur en énergie.

### 5.1.2.4. Influence de la durée de broyage

La céramique de granulométrie connue (des fragments de 0.5 à 3 cm) sont introduite dans le broyeur et mise en rotation à une vitesse d'environ 53 tr/min pendant un temps déterminé. Après l'opération, la finesse du produit obtenu est contrôlée par analyse granulométrique. L'opération est effectuée en opérant sur une masse de 270 g d'Alumine  $Al_2O_3$  à laquelle sera ajoutée 2.5 Kg de boulets (4 boulets de 436g et 2 de 256g). Un premier broyage est effectué pendant une durée de 10mn avec une vitesse de rotation constante à la température ambiante du laboratoire.

L'ensemble est ensuite versé sur la première série de tamis et l'analyse granulométrique est effectuée après avoir remis les boulets dans le broyeur. Les résultats sont consignés dans le tableau 11 et les divers échantillons de poudres sont remis en broyage pendant 15mn supplémentaires avec la même quantité de boulets et à la même vitesse de rotation. L'analyse granulométrique est effectuée comme précédemment. Les échantillons qui dépassent 1.2mm sont remis dans le broyeur et on répète l'opération jusqu'à ce que l'ensemble de l'alumine introduite soit totalement broyée.

A partir des analyses granulométriques effectuées après chacun des broyages, le tableau est complété et les titres massiques des refus obtenus après 10, 15, 30 min de broyage sont déterminés.

Tableau 11: Influence de la durée du broyage sur le refus obtenu.

Temps de broyage (min)	Masse du refus (g)
15	25
15	10
10	10
10	10
10	16
15	17
15	18
20	18
20	15
15	11
15	10

### 5.1.3. Caractérisation de la céramique

#### 5.1.3.1. Tamisage

Le tamisage (ou criblage) est une opération de classement mécanique de particules solides, d'après leur grosseur. C'est la méthode de classement mécanique volumétrique des solides la plus simple et la plus efficace qui n'est toutefois pas utilisable lorsque les particules sont trop fines. Dans ce cas, la classification est effectuée au moyen de fluide. Les termes suivants sont utilisés pour désigner les fractions classées par tamisages.

- Le refus : c'est la portion qui reste sur le tamis, c'est-à-dire la fraction qui possède des dimensions supérieures aux mailles du tamis.
- Le passé ou le tamisât : la quantité qui passe au travers du tamis, c'est-à-dire la fraction qui possède des dimensions inférieures aux mailles du tamis.

Il est admis que la dimension moyenne des particules (ou diamètre moyen  $d_m$ ) est la moyenne arithmétique des ouvertures des deux tamis consécutifs qui ont respectivement laissé passer et retenu les particules :

$$d_m = \frac{d_i + d_{i+1}}{2} \quad (12)$$

#### 5.1.3.2. Analyse granulométrique

Une analyse granulométrique se réalise en plaçant une masse connue de matière sur le tamis supérieur (celui possédant la plus grande maille) du jeu de tamis. L'ensemble est agité pendant un temps déterminé sur une secoueuse. Lorsque l'opération est terminée, les fractions recueillies comme refus sur les divers tamis sont pesées. Les résultats peuvent être présentés sous forme :

- D'analyse différentielle qui consiste à exprimer, en pourcentage, la masse des diverses fractions correspondant aux dimensions moyennes (moyenne arithmétique des ouvertures des tamis). On peut tracer la courbe différentielle qui exprime ce pourcentage différentiel par rapport au diamètre moyen des particules.
- D'analyse cumulative qui donne les pourcentages cumulés de matière, c'est-à-dire le rapport des masses des particules soient passés à travers chaque tamis par rapport à la masse totale. Il est ensuite possible de tracer la courbe cumulée des pourcentages de refus (ou du passé) en fonction de l'ouverture du tamis.

#### 5.1.3.3. Tamiseuse

Les analyses granulométriques sont effectuées sur une série de tamis définie par la norme (NF X-11.501 de 1938) et dont le diamètre d'ouverture varie de 0.2 à 1.2 mm. L'ensemble est constitué de 6 tamis avec un fond et un couvercle. Ils sont empilés par ordre de module décroissant.

Le diamètre moyen est calculé selon la formule suivante :

$$d_{moy} = O_1 X_1 + \frac{O_1 + O_2}{2} X_2 + \frac{O_2 + O_3}{2} X_3 + \dots + \frac{O_{n-1} + O_n}{2} X_{n-1} + \frac{O_n}{2} X_n \quad (13)$$

Les résultats sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau 12: Résultats du tamisage de 100g de céramique.

Ouverture du tamis	Refus	Fraction massique
1200	1,46	0,014587
1000	12,14	0,121291
800	36,42	0,363873
600	33,2	0,331701
400	8,06	0,080528
200	5,61	0,05605
Assiette	3,2	0,031971
Total	100,	1

Les résultats sont représentés dans la courbe de distribution statistique de la taille moyenne des grains de céramique qui a une allure gaussienne comme le montre la figure 10.

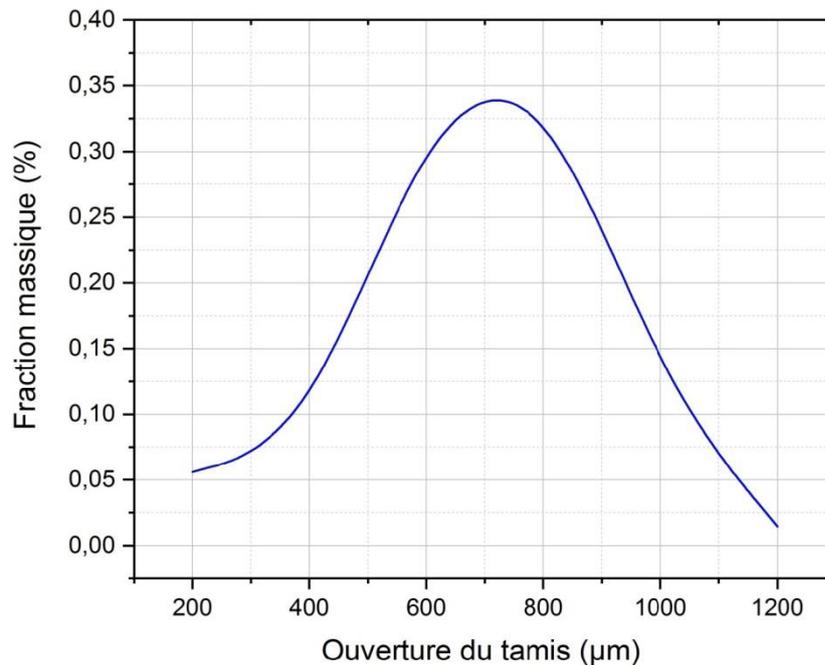


Figure 10: Distribution statistique de la taille moyenne des grains d'alumine broyés.

Selon la courbe, la taille moyenne représente le pic de la cloche gaussienne, elle est de 770,8762µm.

## 5.2. Modelage

### 5.2.1. Equipements et matériaux utilisés

Pour la réalisation des modèles, il faut se munir du matériel suivant :

- Une scie à métaux : pour découper le bois ;
- Une polisseuse et papier abrasif : pour la finition ;
- Un pied à coulisse pour mesurer les modèles ;
- Mastic à bois : pour la réparation des modèles ;
- Vernis : pour protéger la surface ;

- Bois : on utilise des plaques de 6 mm d'épaisseur et un barreau cylindrique de 2 cm de diamètre ;



Figure 11: Matériels utilisés pour le modelage.

### 5.2.2. Etapes du modelage

Dans ce projet nous allons réaliser des modèles en bois d'éprouvettes de traction, flexion quatre point et de flexion encastrée normalisées (Figure 12), ainsi que le système de coulée (Descente de coulée ; chenal et attaques)

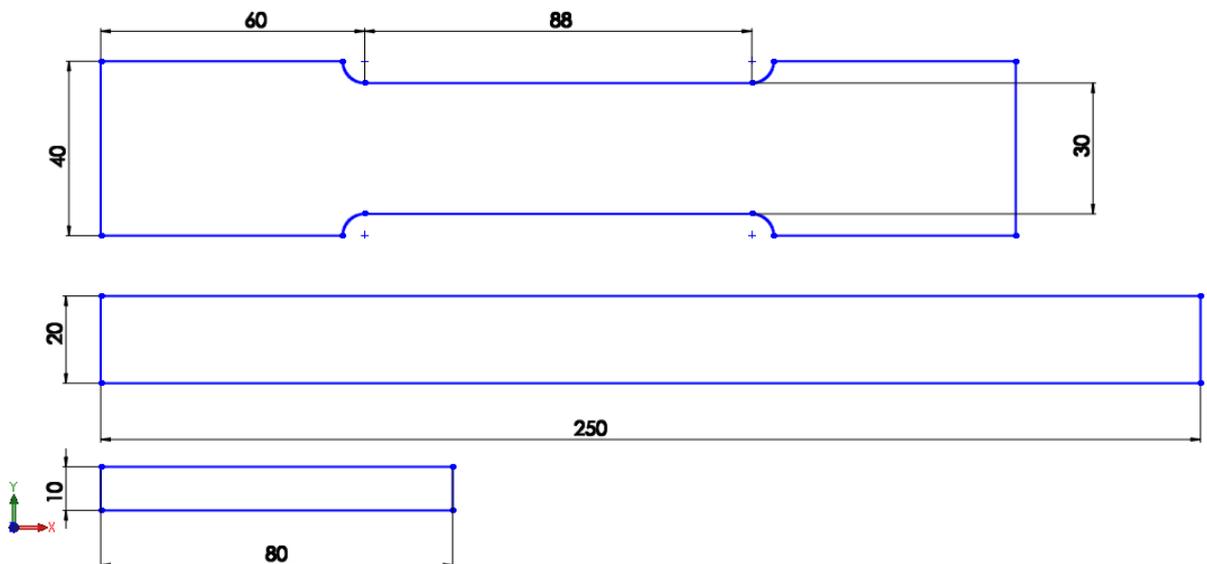


Figure 12: Un dessin des éprouvettes normalisées avec les dimensions.

Pour réaliser le modèle voulu, il faut passer par les étapes suivantes :

- **Étape 1** : conception des dessins de définition de chaque modèle avec les dimensions nécessaires, on tiendra compte du retrait et de la surépaisseur d'usinage. On utilisera des plaques en bois de 6 mm d'épaisseur et pour la descente de coulée, ce sera un barreau cylindrique ;
- **Étape 2** : les modèles seront découpés aux dimensions légèrement supérieures (01 mm) aux dimensions réelles. Ensuite, avec une polisseuse et du papier abrasif

on réajuste réciproquement les dimensions et les arrondis ainsi que les endroits que la polisseuse ne peut pas atteindre ;

- **Étape 3** : on vérifie les dimensions du modèle avec un pied à coulisse, et les erreurs seront réparées à l'aide du mastic à bois. Une fois séchés, on lisse la surface avec un papier abrasif plus fin.
- **Étape 4** : enfin, on applique une couche de vernis protectrice contre l'humidité pour augmenter la durée de vie des modèles et pouvoir les utiliser le plus longtemps possible.

### **5.3. Préparation des moules**

#### **5.3.1. Matériels utilisés**

Afin de préparer des moules en bois nous aurons besoin des accessoires suivant :

- Châssis en bois (deux parties) ;
- Des modèles en bois (système de coulée + éprouvettes) ;
- Sable de moulage ;
- Un damoir ; Talc ; Un pinceau ; Une spatule ; Sèche-cheveux ; Une cuillère ;

#### **5.3.2. Réalisation du moule**

##### **5.3.2.1. Préparation du sable de moulage**

Le sable utilisé est composé de silice et d'argile, il est de couleur orange/brune, et noircit au contact du métal chaud. Il est cependant réutilisable pour plusieurs coulées une fois recyclé: tamisé, aéré et humidifié. L'argile humidifiée est le liant principal des grains de silice.

##### **5.3.2.2. Elaboration des demi-moules**

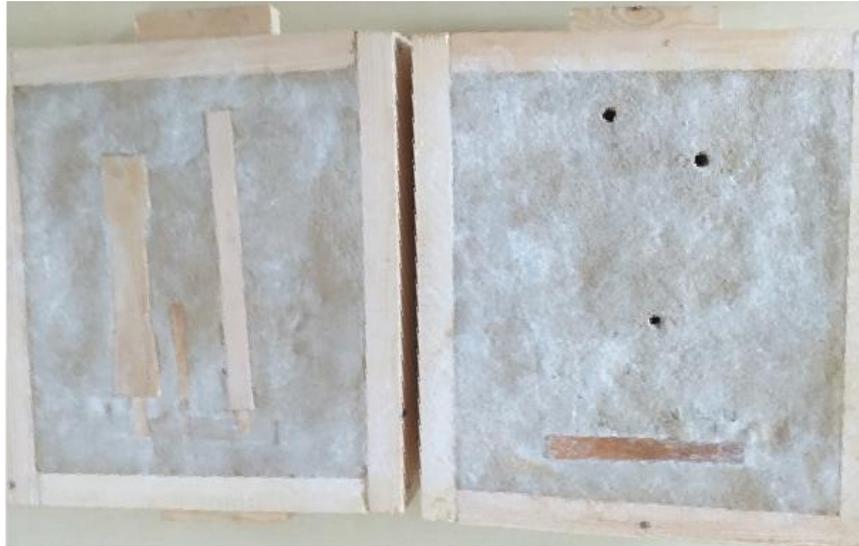
Les modèles doivent être nettoyés des précédentes utilisations et en parfait état. Tout défaut sur la surface utile du moulage sera reproduit sur la surface de la future pièce. Pour le moulage, on installe le châssis du demi-moule inférieur sur une table, ensuite les modèles des pièces et ceux des attaques à couvrir d'une fine couche de talc pour éviter l'adhérence avec le sable (figure 13).



*Figure 13: Remplissage du châssis avec le sable.*

On remplit le châssis avec des couches successives de sable qu'on serre au fur et à mesure et à la fin, on lisse bien la surface supérieure avec une réglette.

On retourne ce demi moule, on installe dessus le deuxième châssis et on place les modèles du chenal, de la descente de coulée, celui de l'évent et on répète les opérations du remplissage et serrage du sable jusqu'au remplissage complet. Avant le démoulage, on enlève les modèles de la descente de coulée et de l'évent.



*Figure 14: Empreintes dans les demi-moules.*

On effectue le démoulage et on extrait soigneusement les modèles en tapant légèrement dessus avec un petit marteau. Ces derniers doivent être libérés sans abimer les empreintes réalisées dans chaque demi-moule.

#### **5.3.2.3. Etuvage du moule**

Avant la coulée, le moule est étuvé ce qui lui permet de résister à l'érosion du métal en fusion et surtout pour éliminer le maximum d'humidité et éviter la formation d'une grande quantité de gaz responsable de la formation de tous les défauts gazeux (soufflures, porosités,...etc).

#### **5.3.2.4. Assemblage du moule**

Les deux châssis sont superposés en veillant à leur bonne orientation l'un par rapport à l'autre.

### **5.4. Elaboration des éprouvettes**

#### **5.4.1. Matériels utilisés**

Pour l'élaboration du matériau FGM, il faut se munir du matériel suivant (Figure 15)

:

- Fours à creuset ;
- Creusets en graphite ;
- Pince en acier inoxydable ;



Figure 15: Equipement et accessoires utilisés pour l'élaboration du matériau.

#### 5.4.2. Matériaux utilisés

- **Alliage d'aluminium A-U4G « 2017 A »** : cet alliage, durci par la phase  $Al_2Cu$  et, mais par un degré moindre, par  $A_2CuMg$ , est essentiellement utilisé à l'état T4 « mis en solution et mûri ». Très connu sous la dénomination « duralumin », il peut être considéré comme étant à l'origine de l'aluminium dans l'aviation et même à l'origine du développement de l'aviation elle-même [14]. La densité de cet alliage est de 2.8 et sa composition chimique nominale est donnée dans le Tableau 13.

Tableau 13: Composition chimique de l'alliage A-U4G [17].

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti
0,20 à 0,80	max 0,7	3,5 à 4,5	0,40 à 1,0	0,40 à 1,0	0,1	0,25	-

- **Alumine ( $Al_2O_3$ )** : précédemment broyée, de taille moyenne  $771\mu m$

#### 5.4.3. Coulée

On cherche à élaborer un matériau FGM avec un gradient de concentration d'alumine dans l'aluminium. Pour aboutir à ce résultat, on a utilisé plusieurs méthodes :

- **Méthode 1 « Coulée sur grains de céramique »** : avant de couler le métal, on introduit dans l'empreinte du moule une couche de grains d'alumine. Pendant la coulée, l'alliage liquide va enrober la céramique et créer des liaisons mécaniques entre le métal et la céramique grâce aux propriétés physiques de l'alliage.
- **Méthode 2 « Coulée en sandwich »** : on utilise dans cette méthode une plaque mince préchauffée en alliage A-U4G d'épaisseur 0.8 mm qu'on posera au fond de l'empreinte sur laquelle on met une couche d'alumine. On dépose une autre plaque sur laquelle on met moins d'alumine. La 1<sup>ère</sup> plaque nous permettra d'avoir une surface lisse, tandis que la 2<sup>ème</sup> maintiendra l'alumine en place lorsque le métal liquide entre en contact avec les plaques il crée une soudure et entoure les grains de céramique ;
- **Méthode 3 « Mélange céramique avec métal »** : elle consiste à mélanger les grains de céramique avec le métal liquide dans le creuset avant la coulée. Lorsque

le mélange rempli l’empreinte du moule et le métal est encore liquide, la céramique se dépose au fond du moule grâce à sa masse volumique ( $3.95\text{g/cm}^3$ ) qui est supérieure à celle de l’alliage ( $2.8\text{g/cm}^3$ ) ;

- **Méthode 4 « Mélange céramique avec métal et coulée sur grains de céramique »** : Cette méthode est une combinaison de la première et la troisième méthode. On met dans l’empreinte une couche d’alumine ensuite on mélange une quantité d’alumine avec le métal liquide dans le creuset avant de couler. Il est important ici de choisir un degré de surfusion élevé par rapport aux autres méthodes ;

Après avoir choisi la méthode d’élaboration, on allume le four à creuset à une température de  $750\text{ °C}$  et on met dans le creuset une quantité mesurée d’alliage A-U4G. Une fois le moule préalablement préparé (selon la méthode) et le métal soit totalement fondu, on dégrasse le bain et on procède à la coulée (Figure 16).



*Figure 16: Coulée et remplissage du moule.*

#### **5.4.4. Obtention de la pièce**

**Le décochage** : l’éprouvette se solidifie mais se refroidit que très peu, il est important de réaliser le démoulage avec précaution. Après la séparation des deux châssis, la pièce reste solidaire au châssis supérieur ; le châssis inférieur garde la trace de la pièce moulée et l’empreinte est noircie (Figure 17).



*Figure 17: Séparation des demi-moules.*

**L'ébarbage :** la pièce brute de démoulage porte le système de coulée et les évents qu'il faut éliminer à l'aide d'une tronçonneuse. On remarque aussi la trace du plan de joint entre les deux châssis du moule qu'on appelle les bavures et qu'on enlève avec une polisseuse (figure 18).



*Figure 18: Pièce brute de démoulage.*

**Recyclage du sable :** l'un des avantages du moulage en sable des alliages d'aluminium, dont les températures de coulée sont très inférieures à celles des métaux lourds, se traduit par une récupération et une réutilisation presque totale du sable ayant déjà servi au moulage, qu'on appelle couramment « vieux sable », après l'avoir nettoyé et régénéré par un apport du « sable neuf ».

#### **5.4.5. Usinage et découpe**

Pour les éprouvettes de traction et de flexion encastrée il est nécessaire de les usinées avec précision afin d'avoir de bons résultats, pour cela on utilise une fraiseuse (Figure 19.a). En ce qui concerne les éprouvettes destinées à la caractérisation métallographique, on les a découpé à l'aide d'une scie à fil diamanté (Figure 19.b) et pouvoir observer analyser la surface de découpe.

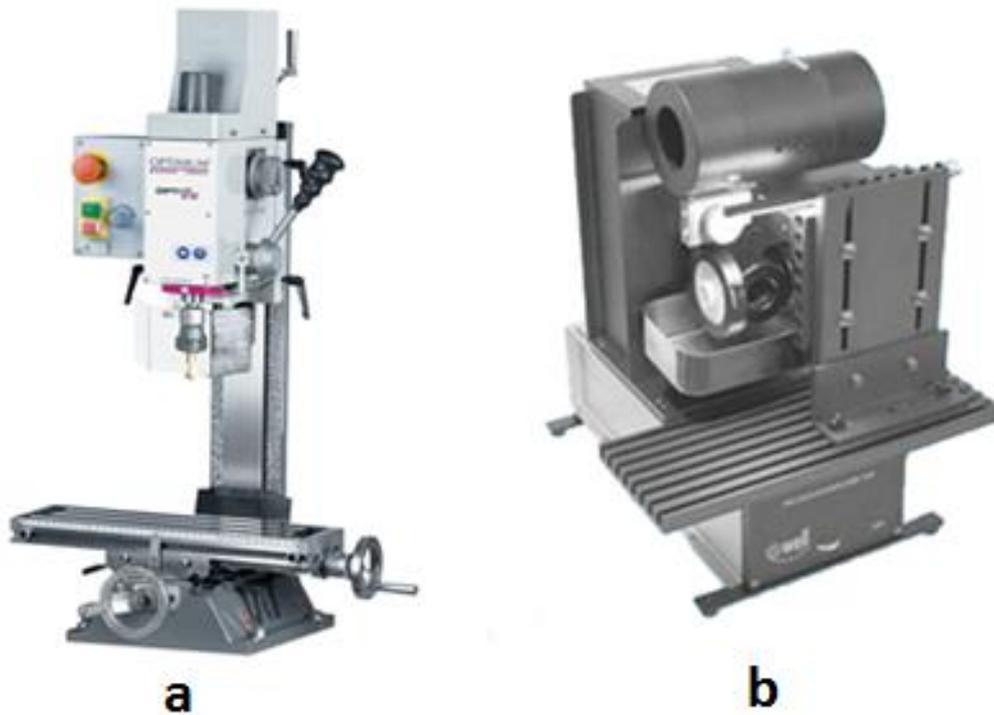


Figure 19: Usinage et découpage des éprouvettes : a - Fraiseuse ; b - Scie à fil diamanté.

## 5.5. Analyses physicochimiques

### 5.5.1. Analyse chimique

#### 5.5.1.1. Principe de l'essai

Des rayons X sont produits en envoyant un faisceau d'électrons accélérés sur une cible solide (dans notre cas une poudre), ce sont des rayons X primaires. Le faisceau d'électrons éjecte un électron d'une couche interne d'un atome de la cible et le remplacement de l'électrons perdu par un électron d'une couche externe est accompagné d'une émission d'énergie sous forme de rayon X. Dans le spectre d'émission, il est possible d'identifier certains pics caractéristiques des éléments contenus dans la cible. Les longueurs d'ondes de ces pics sont fonction des numéros atomiques des éléments et permettent donc d'identifier les éléments présents. De plus, les intérêts des pics peuvent être exploités dans des conditions bien définies pour déterminer les quantités respectives. C'est le principe de la microonde de Castaing, dans laquelle le faisceau des électrons est focalisé sur une toute petite surface de l'échantillon cible. Cette technique a des applications importantes en recherche relatives à la métallurgique.

Lorsqu'un faisceau de rayons X primaires de courtes longueurs d'onde frappe une cible solide, un mécanisme comparable à celui que l'on vient de décrire provoque l'émission de rayons X à des longueurs d'ondes caractéristiques des atomes de la cible. Ce phénomène est dit rayonnement secondaire ou fluorescence X. L'analyse par fluorescence X est une technique analytique rapide qui trouve des applications dans les laboratoires de métallurgie, dans le traitement des minerais métalliques et l'industrie du ciment.

### 5.5.1.2. Dispositif utilisé

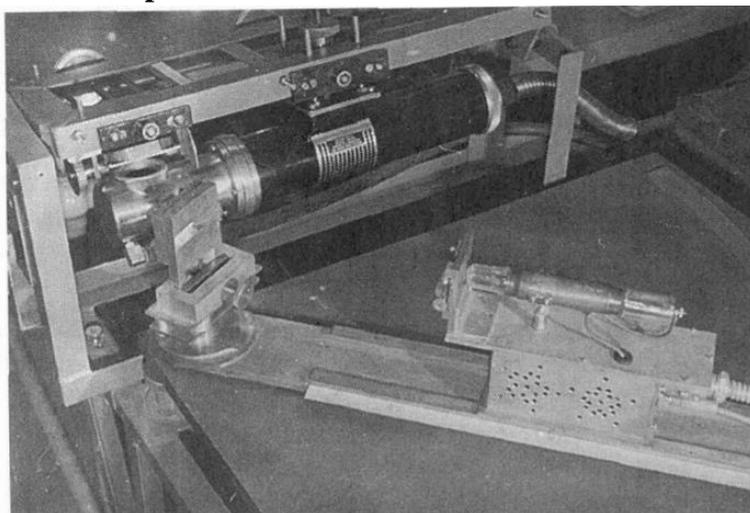


Figure 20: Dispositif à fluorescence X BRA 18.

### 5.5.2. Contrôle non destructif par radiographie

La radiographie à rayons X permet d'identifier essentiellement des défauts internes, la quasi-totalité des matériaux peut être examinée en radiographie et les épaisseurs contrôlées peuvent être importantes. Le principe est connu depuis pratiquement un siècle : il s'agit de former une image qui traduit l'absorption subie par un rayonnement ionisant qui a traversé l'objet à contrôler. Les clichés d'objets, obtenus par rayons X servent à mettre en évidence les éventuelles causes des modifications ou réparations tel que : défauts internes ou de surface.

#### 5.5.2.1. Principe de la radiographie

La technique consiste à placer la pièce à radiographier entre la source de rayonnement et un film photographique contenu dans une cassette. Le noircissement du film est proportionnel à la dose reçue ; les régions les plus sombres du film correspondent aux parties où le faisceau a été le moins atténué.

Après un temps d'exposition dépendant de la nature et de l'épaisseur du matériau radiographier, le film est développé et révèle les défauts existant éventuellement à l'intérieur de la pièce.

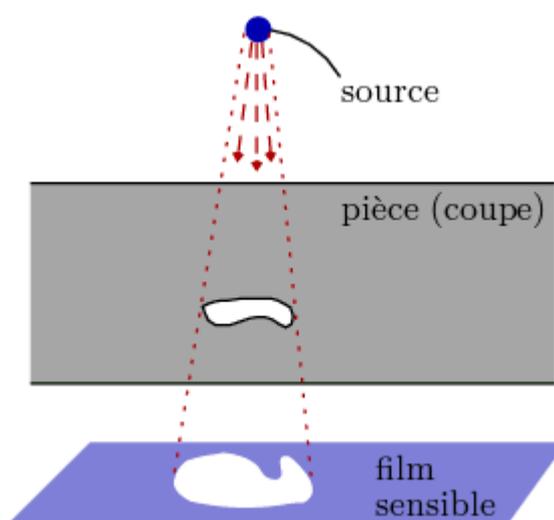


Figure 21: Représentation du principe de radiographie.

### 5.5.2.2. Les rayons X

Les rayons X sont produits par un tube à rayon X qui se compose d'une ampoule de verre dans laquelle sont logée une électrode positive « anode » et une électrode négative « cathode ».

La cathode comporte un filament qui, porté à l'incandescence par un courant de quelques ampères, émet des électrons. Sous l'effet de la tension électrique établie entre l'anode et la cathode, les électrons cathodiques sont attirés par l'anode. Ce courant d'électrons est concentré en un faisceau par un cylindre.

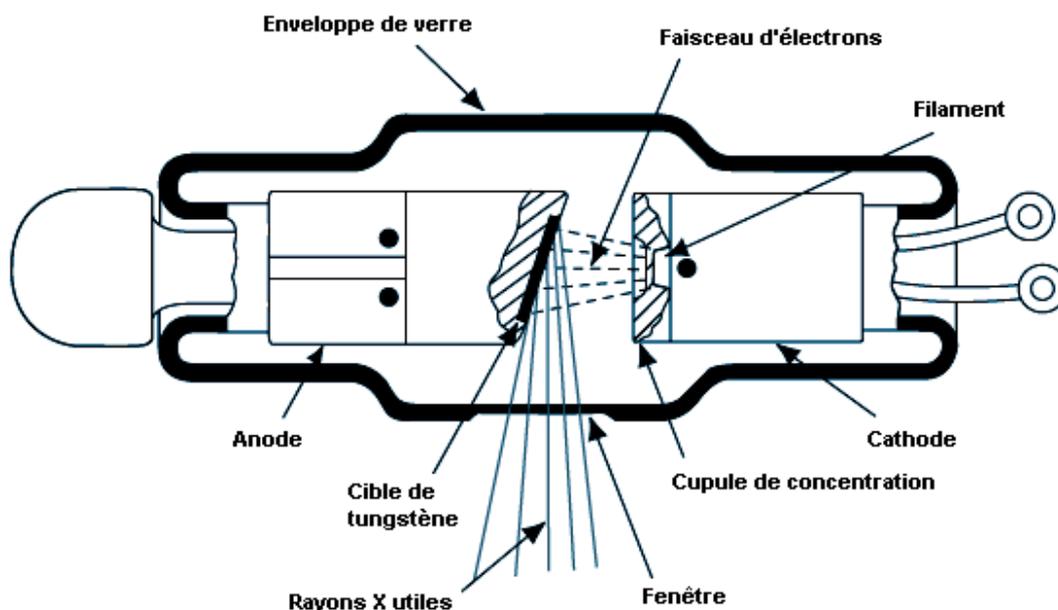


Figure 22: Schéma de tube à rayons X.

### 5.5.2.3. Matériel utilisé

Le dispositif utilisé pour la radiographie est un générateur à rayon X type Ceram 35P de Balteau NDT (figure : 23), il est disponible avec une télécommande sans fil.



Figure 23: Générateur de rayon X CERAM 35P.

### 5.5.3. Dilatation thermique

La dilatation thermique est un phénomène engendré par une variation de température. Au niveau microscopique, les atomes qui constituent la matière s'écartent ou se rapprochent en fonction de la température. La valeur de la dilatation est fonction de la différence de température, de la longueur caractéristique et de la nature du matériau.

Si on s'intéresse à la dilatation d'un solide dans une seule dimension, la variation de longueur d'une barre subissant un changement de température par exemple, on parle de dilatation thermique linéique. Dans ce cas, la variation de longueur  $\Delta L$ , exprimée en mètre est donnée par la relation suivante :

$$\Delta L = \alpha_L L_0 \Delta T \quad (14)$$

avec :

- $\alpha_L$ , le coefficient de dilatation thermique linéique, exprimé en  $K^{-1}$ .
- $L_0$ , la longueur initiale, exprimée en m.
- $\Delta T$ , la différence de température, exprimée en K.

#### 5.5.3.1. Mesure du coefficient de dilatation linéique

On détermine le coefficient de dilatation linéique par dilatométrie. La longueur d'un échantillon est mesurée de manière continue pendant que celui-ci est soumis à une variation de température contrôlée. Pour mesurer cette longueur, la force appliquée par le « palpeur » sur l'échantillon doit être la plus faible possible afin de ne pas entraver la dilatation. L'échantillon est souvent placé sous un flux de gaz inerte pendant la mesure.

## 5.6. Caractérisations mécaniques

### 5.6.1. Microdureté

La dureté est une mesure de la résistance à la déformation d'un matériau. La valeur exprimée par un nombre sans dimension est reliée directement ou indirectement dans les essais les plus fréquents à la plus ou moins grande facilité d'enfoncer un pénétrateur dont les formes et les dimensions varient en fonction du type d'essai, dans le matériau à tester. L'empreinte sera d'autant plus importante que le matériau sera mou. On peut distinguer plusieurs types d'essai de dureté selon le type du pénétrateur (forme et dimensions) à savoir essai Brinell, essai Rockwell et essai Vickers.

Dans notre cas, on va se contenter d'un essai Vickers. Il est calculé en mesurant les longueurs des diagonales d'une empreinte laissée par l'introduction d'un pénétrateur diamant pyramidal à une charge donnée dans le matériau de l'échantillon. C'est une méthode polyvalente, avec un seul type de pénétrateur et une vaste plage de charges. Elle est adaptée à une vaste gamme d'applications afin de tester tous les matériaux solides.

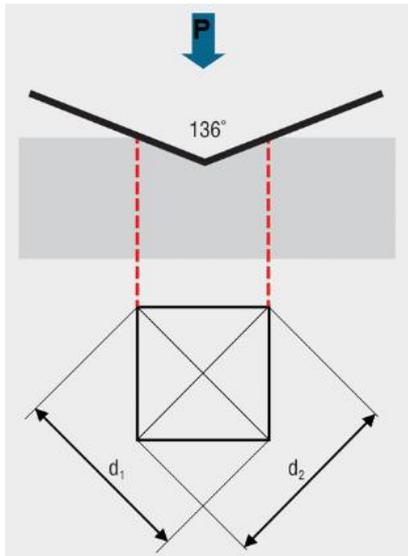


Figure 24: Essai Vickers.

$$\text{Dureté Vickers (HV)} = 1.8544 \frac{P}{d^2} \quad (15)$$

HV = Dureté Vickers [ $\text{kgmm}^{-2}$ ]

F = Force appliquée [N]

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

9,80665 : facteur de conversion entre Newton et kilogramme-force.

## 5.6.2. Essai de traction

### 5.6.2.1. Principe de l'essai

Pour l'identification des propriétés mécaniques des éprouvettes réalisées (module d'Young, contraintes de rupture et déformation de rupture), des essais de tractions sont réalisés suivant la norme ASTM D3039. Ces propriétés mécaniques sont généralement calculées de la manière suivante :

- La contrainte axiale dans l'éprouvette est obtenue en divisant la force axiale mesurée par l'aire de la section de l'éprouvette utile au début de l'essai.
- Le module élastique en tension est calculé en divisant la contrainte axiale par la déformation mesurée.
- La contrainte à la rupture est habituellement identifiée comme étant la contrainte maximale enregistrée durant tout l'essai.
- Les essais de traction sont effectués sur des éprouvettes normalisées dont les dimensions sont indiquées sur la Figure : 12.

### 5.6.2.2. Dispositif expérimental

Le principe de l'essai est de placer l'éprouvette normalisée entre les mors d'une machine universelle MAB de type U540 (Laboratoire du Génie des Matériaux-EMP). Une force est appliquée sur l'éprouvette sous une vitesse de 1mm/min. La machine est pilotée par un ordinateur équipé du logiciel INSTRON, munie d'un capteur de force de

400KN et elle est reliée à une chaîne d'acquisition qui permet l'enregistrement simultané de la contrainte et de l'allongement.



Figure 25: Machine de traction universelle MAB de type U540.

### 5.6.3. Essai de flexion encastree

#### 5.6.3.1. Principe et description de l'essai

La flexion provoque une distribution de contraintes présentant à la fois un gradient et une répartition de contraintes de traction et de compression. L'essai de flexion détermine l'aptitude à la déformation d'un matériau fixé d'un côté avec une application de l'effort de l'autre côté. On impose à une éprouvette normalisée une déformation, ou flèche, à vitesse de déformation constante et on mesure la force qu'oppose l'éprouvette à cette déformation.

#### 5.6.3.2. Description du matériel

Un essai de flexion encastree libre était effectué pour chaque type d'éprouvette grâce à un équipement d'essai de flexion (STR4) comme il est montré dans la figure 26. Il se compose principalement d'un panneau avec un indicateur numérique mobile de la déformée (3). Cet indicateur est lié à un crochet (7) coulissant qui lui permet de se situer dans n'importe quelle position le long de la poutre d'essai. Deux brides (4) et (10) rigides fixes montées sur les deux extrémités du panneau et peuvent tenir la poutre à cette position. Une règle graduée (2) est imprimée en haut du panneau permet un positionnement rapide et précis de l'afficheur numérique de la déformée, des supports de poids et des appuis.

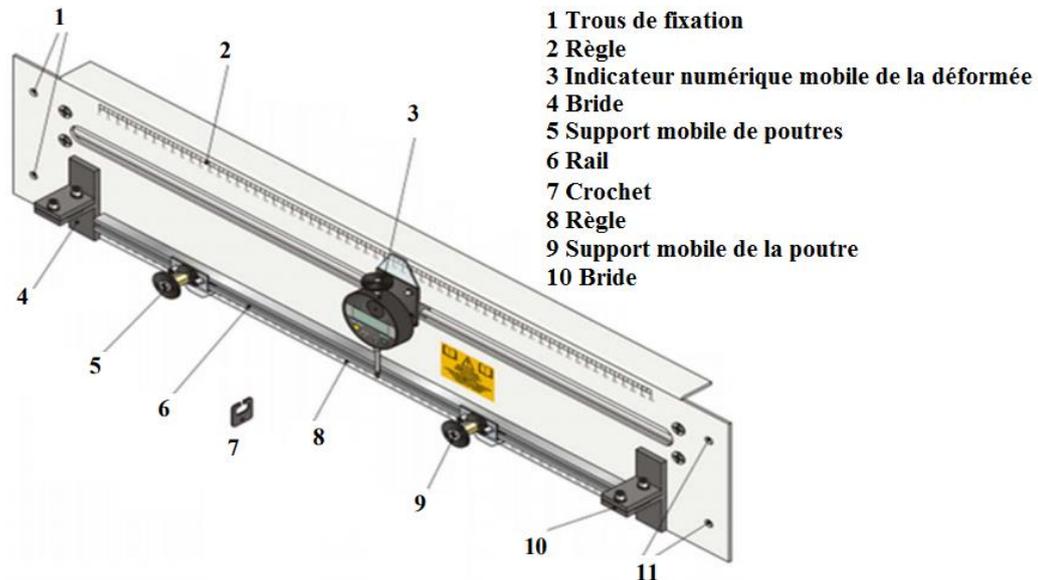


Figure 26: Eprouvette et équipement d'essai de flexion STR4.



Figure 27: Eprouvette testée sur l'équipement d'essai de flexion STR4.

#### 5.6.4. Essai de tribologie

##### 5.6.4.1. Usure par abrasion

L'usure abrasive est due au contact entre une aspérité et la surface d'un solide. Cette aspérité peut être un pic de rugosité sur une des surfaces, une particule ayant été détachée de l'une des deux surfaces ou bien un troisième corps introduit dans le contact. La sévérité du contact dépend des propriétés et de la géométrie des matériaux en contact. L'aspérité peut Couper, si elle est suffisamment aiguisée, Repousser la matière en surface (labourage), Provoquer une fracture, si le solide est fragile et enlever des grains, si le matériau est insuffisamment homogène [13].

##### 5.6.4.2. Force et coefficient de frottement

Le frottement est un phénomène à la surface d'un corps qui empêche son glissement sur un autre corps (frottement statique) ou qui dissipe de l'énergie mécanique en cas de glissement (frottement dynamique). Par définition, le coefficient de frottement  $\mu$  est le

rapport de la force tangentielle de frottement, lorsque les pièces glissent, à la force normale qui les applique l'une sur l'autre [29].

$$\mu = \frac{F}{N} \quad (16)$$

Où :

F = T est la force nécessaire à un glissement permanent.

N la charge appliquée sur le solide 2 lors du déplacement.

La formule est la loi d'Amontons qui est la seule formule actuellement disponible en frottement sec.

#### 5.6.4.3. Comportement du coefficient de frottement

Le coefficient de frottement  $\mu$  n'est pas une propriété du matériau mais de l'ensemble du système tribologique.

Les principaux paramètres qui influent sur le comportement du coefficient de frottement et par conséquent sa valeur sont :

- **Vitesse de glissement** : la valeur du coefficient de frottement est généralement différente à l'arrêt que lorsque les corps glissent l'un sur l'autre on distingue :
  - Le coefficient de frottement statique (à l'arrêt)  $\mu_0$ .
  - Le coefficient de frottement dynamique (avec glissement)  $\mu$  [30, 31].
- **Etat de surface** : le coefficient de frottement est relativement grand lorsque les surfaces sont très rugueuse [30, 31, 32].
- **Nature des métaux** : le frottement diminue lorsqu'un des matériaux du couple tribologique est tendre, car l'effort de labourage est faible.
- **Charge normale appliquée** : l'augmentation de la charge appliquée, entraîne une augmentation progressive du coefficient de frottement qui se stabilise à une valeur correspondant au contact métal-métal [31, 32].
- **Température ambiante** : le coefficient de frottement des métaux diminue souvent légèrement lorsque la température des pièces s'élève.

Le mécanisme d'usure par abrasion conduit à une équation d'usure de la forme :

$$V_a = K_1 K_2 \frac{W}{H} L \quad (17)$$

Avec :

$V_a$  est le volume d'usure ;

W : la force normale ;

H : la dureté du matériau ;

L : la longueur glissée ;

$k_1$  est identique au coefficient d'usure par adhérence ;

$k_2$  est fonction de l'angle des particules abrasives :

$$K_2 = \frac{\pi}{2 \tan \theta} \quad (18)$$

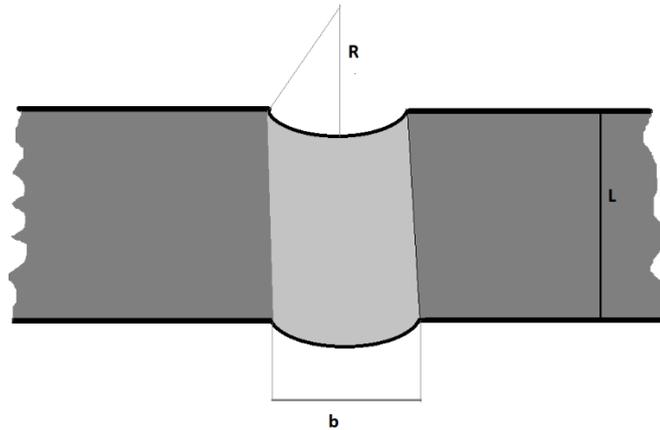


Figure 28: Représentation schématique de la trace d'usure [29].

#### 5.6.4.4. Principe de l'essai

Les tribomètres sont spécialement construits pour la mesure précise des forces mises en jeu. Ces instruments peuvent assurer un déplacement rotatif ou alternatif de l'échantillon. Un point particulier de ces instruments repose sur la possibilité d'interrompre le test dès que le coefficient de frottement atteint une valeur prédéfinie, ou lorsqu'un nombre de cycles est réalisé.

#### 5.6.4.5. Matériel utilisé

Dans cette étude, on a effectué les essais sur un tribomètre de configuration bille/plan qui a été réalisé par le post-graduant Rafik ZOUAOUI à l'occasion de son projet de Magister [33].

Cet équipement répond aux spécificités techniques suivantes :

- La configuration du contact adoptée est de type bille/plan (bille en 100Cr6 de 10mm diamètre).
- Capacité de charge est supérieure à 300N.
- La vitesse de rotation du moteur est de l'ordre de 10 à 1000tr/min.
- La distance de glissement est de 24mm.

#### 5.6.4.6. Mise en marche du dispositif

Les étapes suivantes sont nécessaires au bon déroulement des essais :

- La mise en place de l'échantillon sur le module et sa fixation entre les mors de serrage.
- L'application de la force normale à l'aide de la pompe hydraulique en contrôlant le manomètre afin de régler la pression à la valeur souhaitée (une vis de relâchement se trouvant sur la pompe nous permet d'ajuster la pression de service).
- La mise en marche de la pompe de lubrification pour les essais avec lubrifiant.
- Le réglage de la vitesse sur le variateur.
- La mise en marche du moteur d'entraînement.
- Donner le top chronos pour le calcul du nombre de cycles.



*Figure 29: Tribomètre bille-plan [33].*

# Chapitre 6

## **6. Analyses et Résultats**

### **6.1. Introduction**

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats expérimentaux relatifs aux caractéristiques physico-chimiques et mécaniques, obtenus sur les éprouvettes en FGM ayant subi différentes analyses chimiques de composition, analyses non destructives à rayons X et analyse thermique de dilatométrie. Les essais mécaniques de microdureté, traction, flexion encastree, tribologique. Pour illustrer notre étude, on a opté pour les étapes suivantes :

Nous commençons par les contrôles non destructifs, l'analyse chimique par fluorescence X de la poudre broyée et radiographie à rayon X des éprouvettes en FGM élaborées de différentes manières et l'analyse thermique dilatométrique.

Ensuite, dans la deuxième partie, on va exploiter les résultats des différents essais mécaniques.

On calculera les propriétés effectives prévues par la théorie dans le cas de nos deux matériaux étudiés

On comparera les résultats de la simulation numérique de l'essai de flexion encastree avec ceux obtenus lors de l'essai.

### **6.2. Analyses physicochimiques**

#### **6.2.1. Analyse chimique par fluorescence X**

L'acquisition des données est illustrée dans le tableau 14 et traduite par le diffractogramme (figure 31).

*Tableau 14: Composition chimique de la poudre d'alumine.*

Poudre	Mg	Ti	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	Al	Si
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.5683	1.6565	0.3255	0	0	2.6136	12.8054	9.5897	68.4936	8.89

On note la présence d'éléments tels que le cuivre avec une concentration importante, le nickel et le titane produits constituant la bougie comme indiqué sur la figure 30.

## BOUGIE D'ALLUMAGE

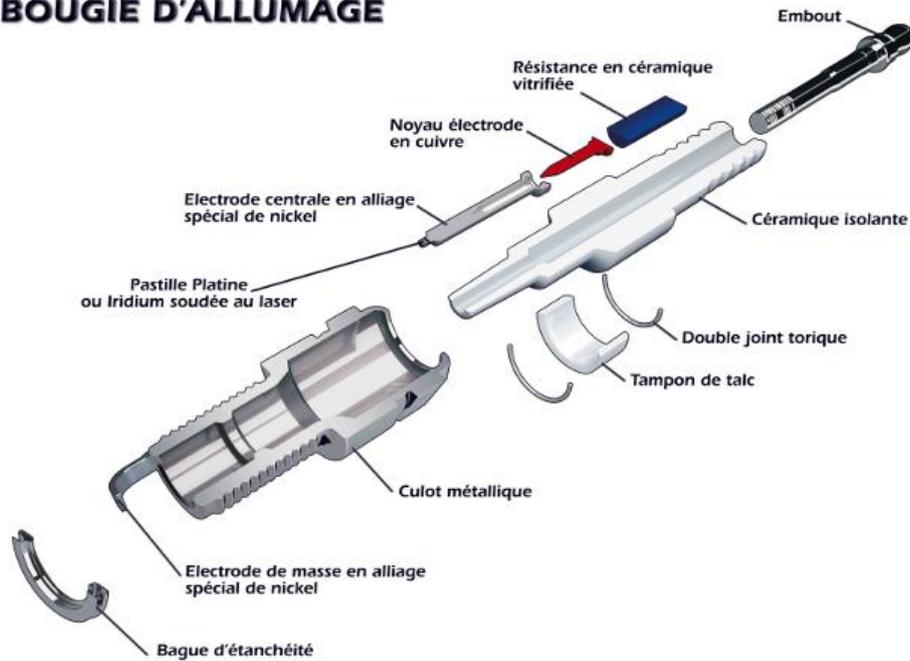


Figure 30: Constituants d'une bougie d'allumage.

Le dispositif à fluorescence X nous a fournis le spectre d'émission de la poudre analysée caractérisant l'aluminium comme élément constituant principal (l'oxygène n'est pas pris en considération dans ce genre d'essai fait à l'air libre).

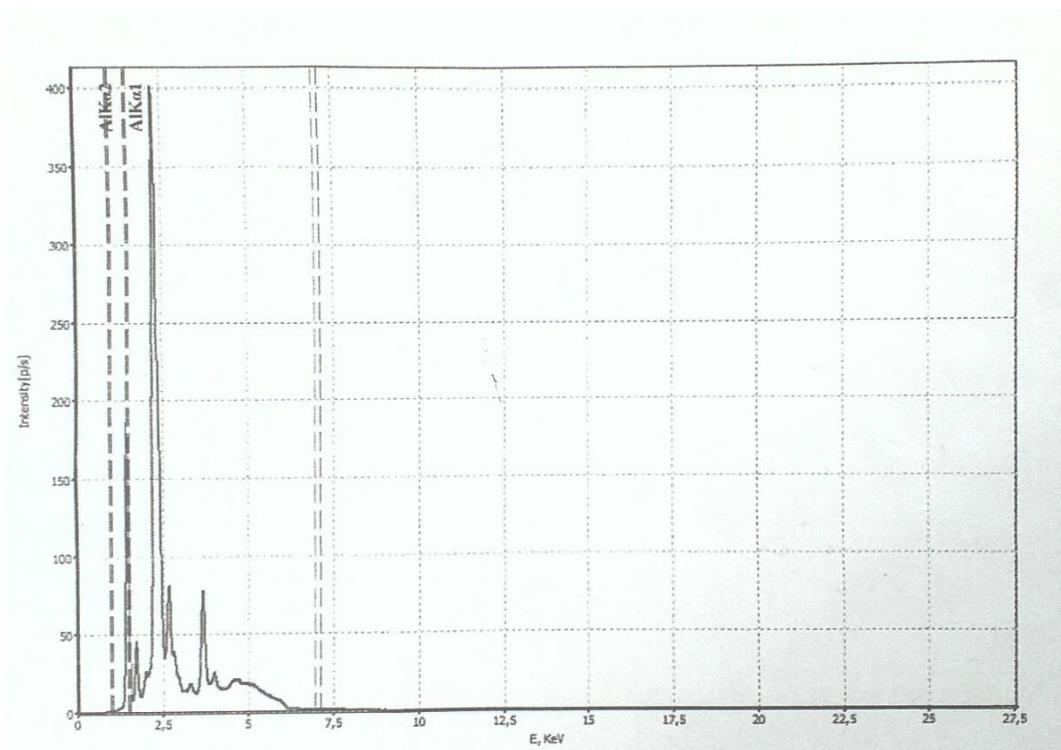


Figure 31: Diffractogramme à fluorescence X de la poudre d'Alumine.

### 6.2.2. Radiographie à rayon X des FGM élaborés

L'essai a été effectué sur plusieurs échantillons élaborés de différentes manières, la figure 32 représente les clichés obtenus par le dispositif d'analyse.

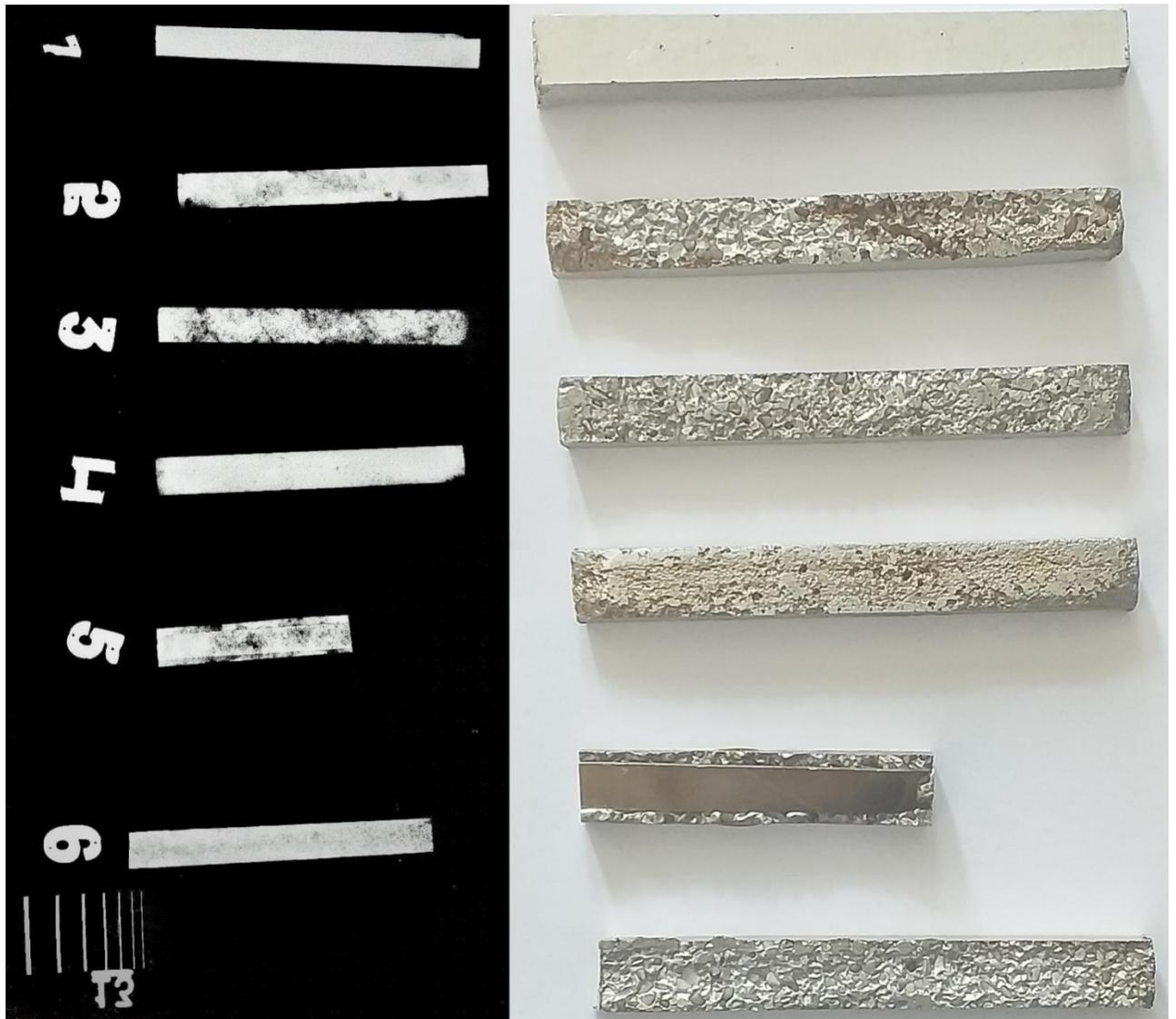


Figure 32: Clichés obtenus par CERAM 35P.

Tableau 15: Radiographie à rayons X des différents types d'éprouvettes.

Eprouvettes	Mode d'élaboration	Résultats et Interprétations
1	Brute de coulée	Propre zéro porosité
2	Céramique grossière en surface avec plaque de renfort sur la base	Les traces noires représentent le vide laissé par les grains de céramique détachés tandis que les traces blanches arrondies avec contour foncé représentent les grains de céramique
3	Céramique grossière en surface sans plaque de renfort	Les traces noirs accentuées sont des défauts de surface dus au décollement de la céramique en surface lors de l'usinage, les traces blanches arrondies représentent toujours les grains de céramique. Dans ce cas, elles sont plus claires et ceci est dû à la grosseur des grains.
4	Céramique mélangée en volume	Les petits points légèrement sombres représentent les traces du sable fin de moulage, les traces plus claires et arrondies représentent la céramique.
5	Avec plaque au milieu	Les traces sombres sur les côtés et en surface représentent la céramique détachée après usinage, les traces blanches sont celles de la céramique en volume et en surface.
6	Céramique grossière en surface avec plaque de renfort sur la base	Les traces moins sombres sont celles de la céramique en volume et les plus claires celles proches de la surface, les points noirs sont les traces laissées par la céramique décollée.

D'après les résultats et les interprétations, on confirme la présence de céramique en volume de chaque éprouvette ainsi élaborée, ce qui correspond exactement à nos attentes.

### 6.2.3. Dilatométrie

Nous avons élaboré deux éprouvettes destinées à l'essai de dilatation thermique qu'on a réalisé sous vide (figure 33), la première en matériau à gradient fonctionnel (A-U4G/Alumine) et la deuxième en alliage A-U4G brute de coulée.

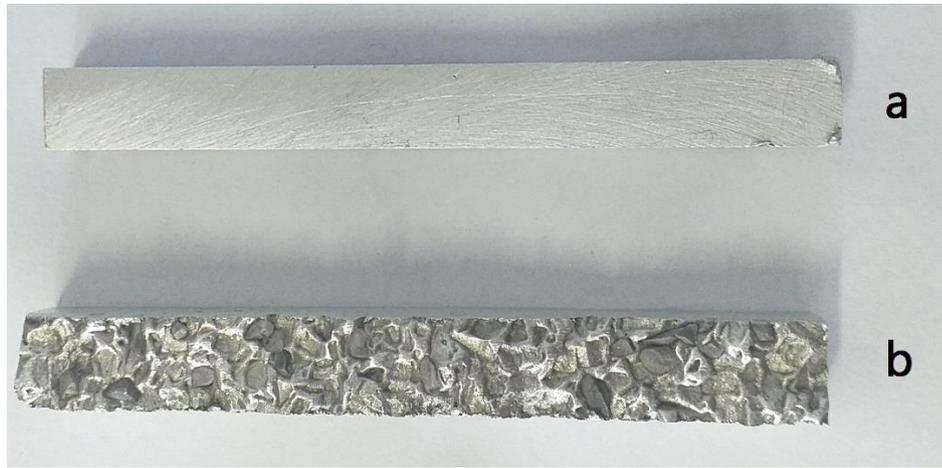


Figure 33: Eprouvette de dilatation thermique, a-Alliage A-U4G brute, b-FGM : Alumine/A-U4G.

Cet essai nous a permis de comparer le profil de température des deux éprouvettes (figure 34), et de mesurer leurs coefficients de dilatation thermique linéaire à partir des courbes de dilatations (figure 35).

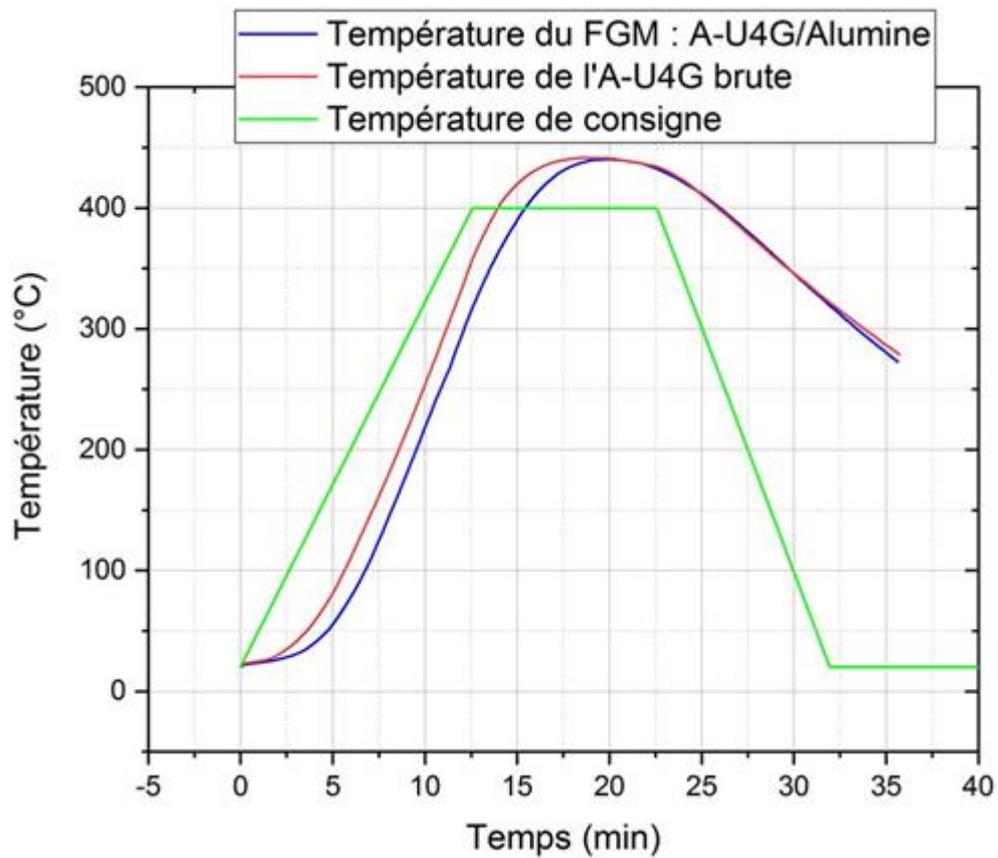


Figure 34: Profil de température des deux éprouvettes.

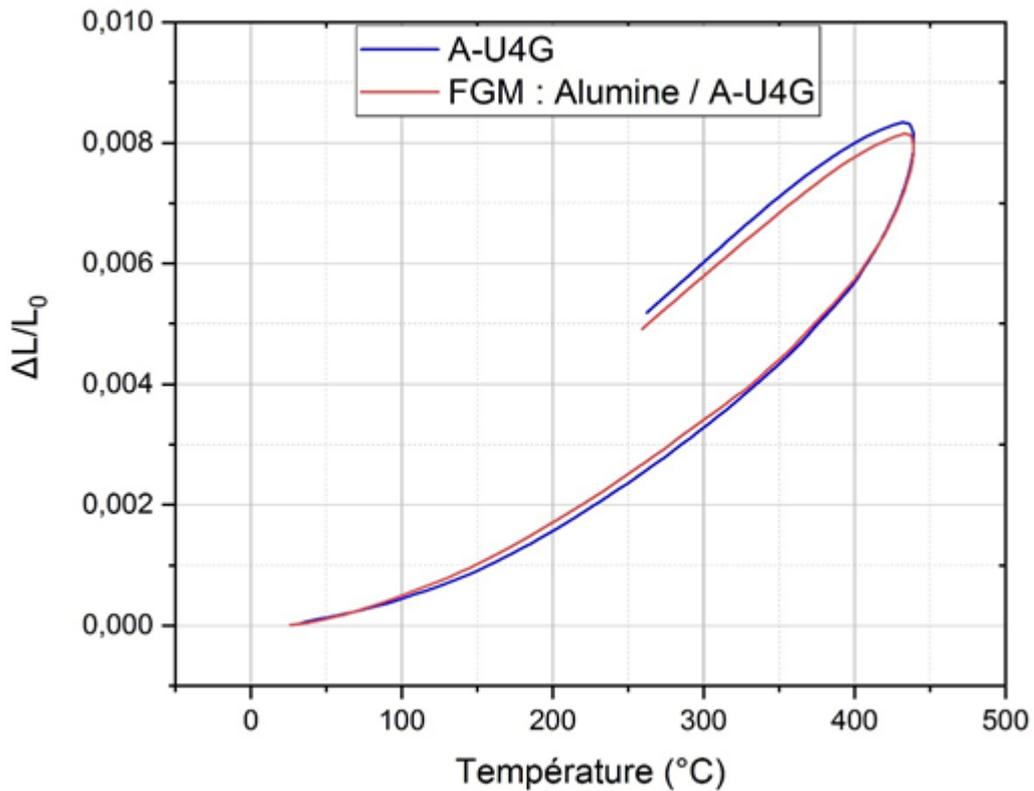


Figure 35: Courbes de dilatations thermiques.

Les courbes de dilatation obtenues nous permettent de calculer le coefficient de dilatation thermique linéaire moyen qui est égale à la pente d'après l'équation (14), les résultats sont indiqués dans le tableau 16.

Tableau 16: Valeurs du coefficient de dilatation thermique pour différent paliers de températures.

Température	Coefficient de dilatation thermique linéaire moyen $C^{-1}$	
	Alliage A-U4G brute	FGM (Alumine/A-U4G)
50-100	$6.33 \cdot 10^{-6}$	$7.73 \cdot 10^{-6}$
100-150	$9.23 \cdot 10^{-6}$	$1.04 \cdot 10^{-5}$
150-200	$1.31 \cdot 10^{-5}$	$1.39 \cdot 10^{-5}$
200-250	$1.59 \cdot 10^{-5}$	$1.60 \cdot 10^{-5}$
250-300	$1.83 \cdot 10^{-5}$	$1.79 \cdot 10^{-5}$
300-350	$2.11 \cdot 10^{-5}$	$1.99 \cdot 10^{-5}$
350-400	$2.70 \cdot 10^{-5}$	$2.66 \cdot 10^{-5}$
400-430	$4.59 \cdot 10^{-5}$	$4.29 \cdot 10^{-5}$

D'après la figure 34, on constate que l'alliage A-U4G contenant l'alumine met plus de temps à chauffer que l'alliage brute de coulée, ceci est dû au fait que l'aluminium «  $897 \text{ J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{kg}^{-1}$  [25] » a une capacité thermique massique supérieure à celle de l'alumine «  $795,5 \text{ J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{kg}^{-1}$  [25] ». La présence de la céramique réduit la capacité calorifique totale du matériau.

On constate aussi que les valeurs du coefficient de dilatation (tableau 16) sont très proches pour les deux matériaux. Ceci est parfaitement logique puisque c'est l'alliage d'aluminium qui entoure la céramique (en faibles quantités) et impose sa longueur et donc son coefficient de dilatation à une température donnée. Ce résultat concorde parfaitement

avec certains travaux de recherche. En effet, G. ARTHUR et J. A. COULSON [34] en étudiant sur un cermet à base d'acier inoxydable 316L et 24.5% de dioxyde d'uranium ont trouvé des valeurs de coefficient de dilatation très proches même à des hautes températures (1000°C).

### 6.3. Caractérisations mécaniques

#### 6.3.1. Microdureté

Après découpage et polissage de l'échantillon, on a effectué des essais de microdureté (filiation de mesures) de manière évolutive. C'est-à-dire, de la zone plus dure à celle moins dure.

La moyenne des mesures obtenues en fonction de la distance est présentée dans le tableau suivant.

Tableau 17: Résultats des essais de microdureté de l'échantillon FGM élaboré.

Distance	Dureté mesurée (HV)
0	1286
0.1	968.3
0.2	431
0.3	51.1
0.4	41.7

La figure 36 représente le tracé de la courbe d'évolution de la micro-dureté en fonction de la distance. Les résultats indiquent que la dureté diminue depuis le grain de céramique qui est en surface vers le centre qui en contient de moins en moins.

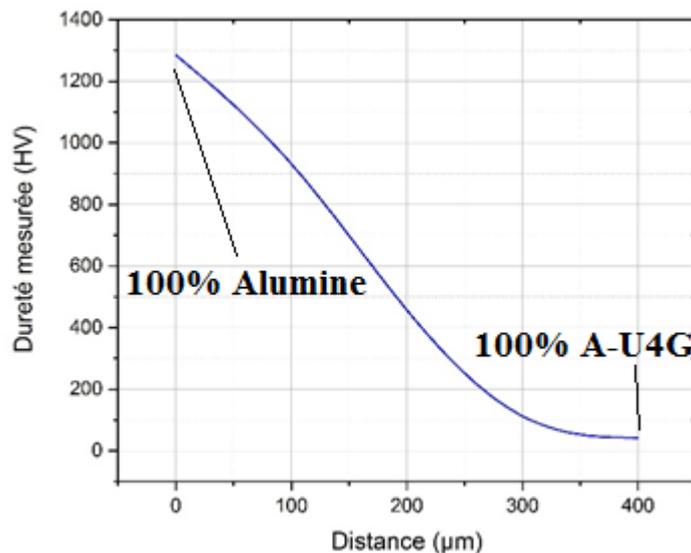


Figure 36: Evolution de la micro-dureté en fonction de la distance du matériau Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-A-U<sub>4</sub>G.

La figure 37 montre l'image des traces laissées par le pénétrateur, celles-ci ont été choisies de façon à ce qu'elles soient alignées et significatives au type du matériau réalisé.

On remarque que la dureté diminue depuis le volume (présence de grains de céramique) vers la surface (sans grains de céramique), ce qui nous donne une variation graduelle de la dureté dans notre FGM élaboré.

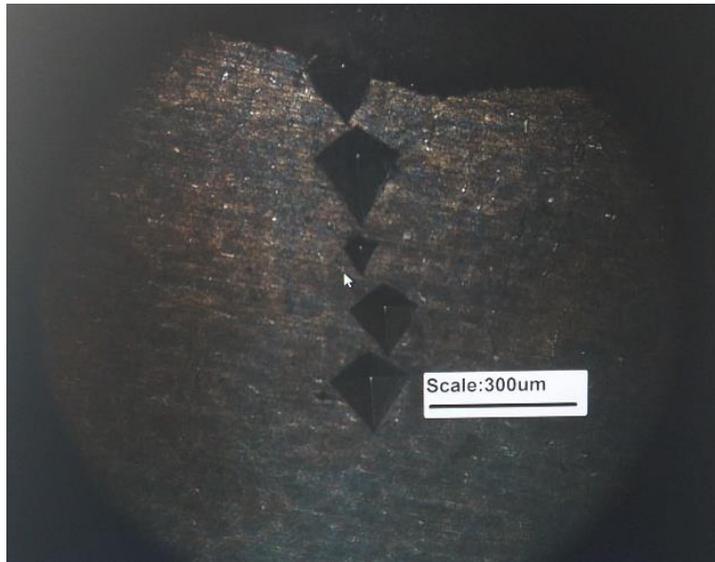


Figure 37: Empreintes laissées par le pénétrateur sur une éprouvette mélange (A-U4G/Céramique épaisse).

### 6.3.2. Flexion encastrée

Nous avons effectué cet essai sur cinq modèles d'éprouvettes pour les besoins de notre étude (Figure 38) :

- a) Eprouvette en alliage d'aluminium A-U4G brute de coule;
- b) Eprouvette en alliage d'aluminium avec une face en céramique (grossière) ;
- c) Eprouvette avec mélange (alliage d'aluminium/céramique fine) en volume et en surface ;
- d) Eprouvette avec mélange (alliage d'aluminium/céramique grossière) en volume ;
- e) Eprouvette avec une face en céramique et mélange en volume (alliage d'aluminium / céramique).

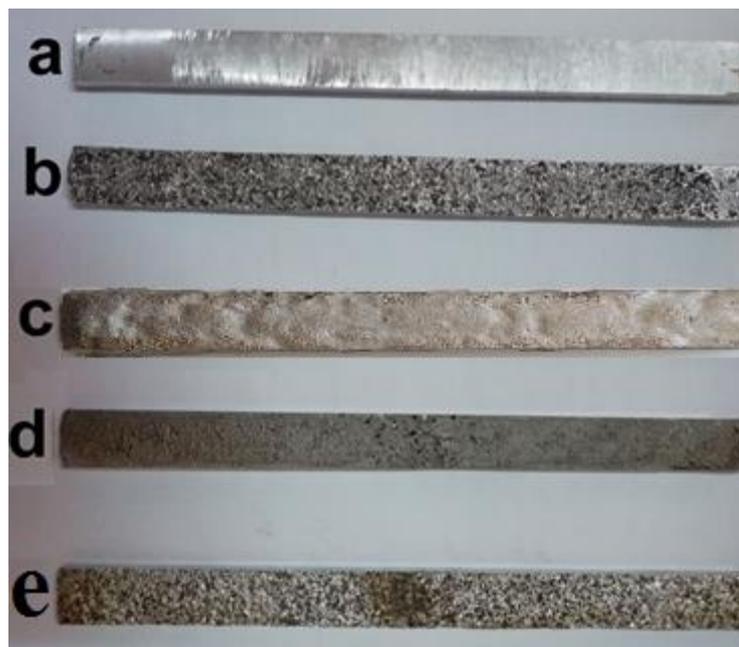


Figure 38: Types d'éprouvettes réalisées.

Les figures 39.a, 39.b, 39.c, 39.d et 39.e montrent les résultats de la flèche max de chaque éprouvette soumise à une charge ponctuelle à l'extrémité ( $P=10N$ ).



**a**



**b**



**c**



**d**



**e**

Figure 39: Visualisation des résultats de la flèche max des éprouvettes a, b, c, d et e.

La figure 40 montre l'histogramme comparatif des flèches maximales pour les éprouvettes soumises à un essai de flexion encastree-libre.

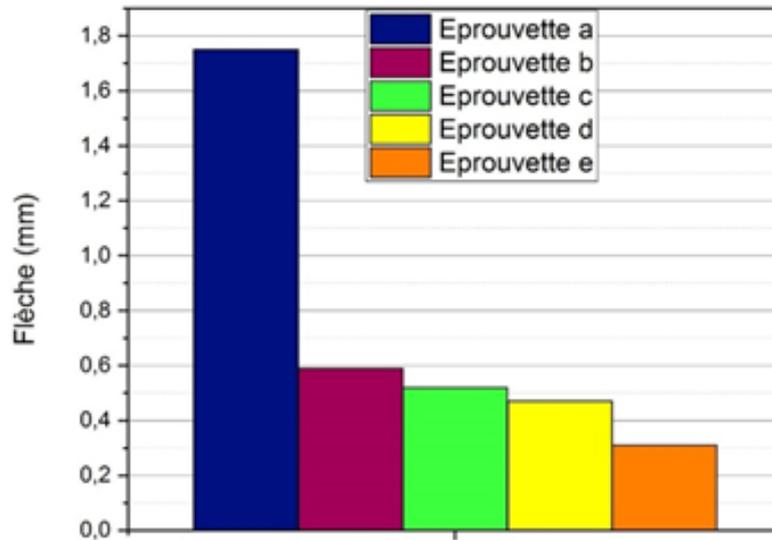


Figure 40: Histogramme comparatif des flèches maximales pour les éprouvettes a, b, c, d et e soumises à un essai de flexion encastrée-libre.

On note que la plus grande flèche correspond à l'éprouvette a (A-U4G brute) et les éprouvettes contenant de la céramique (éprouvettes b, c, d et e) ont une flèche plus petite.

### 6.3.1. FGM testés en traction

L'essai de traction a été effectué sur 4 modèles d'éprouvettes différentes, la figure 41 illustre les spécimens après rupture.



Figure 41: Éprouvettes de traction après rupture a-A-U4G brute de coulée ; b- A-U4G avec une face en céramique grossière ; c-mélange : A-U4G /céramique fine en volume et en surface ; e-mélange : A-U4G /céramique grossière en volume et en surface.

#### 6.3.1.1. Courbe contrainte-déformation relative aux FGM

D'après les résultats des essais de traction représentés sur la figure 42, l'éprouvette e composée de plus de céramique a un faible allongement tandis que celles contenant moins de céramique (éprouvette b et c) ont un allongement plus important. Ce qui montre l'influence de la présence de la céramique sur la fragilité de nos matériaux FGM.

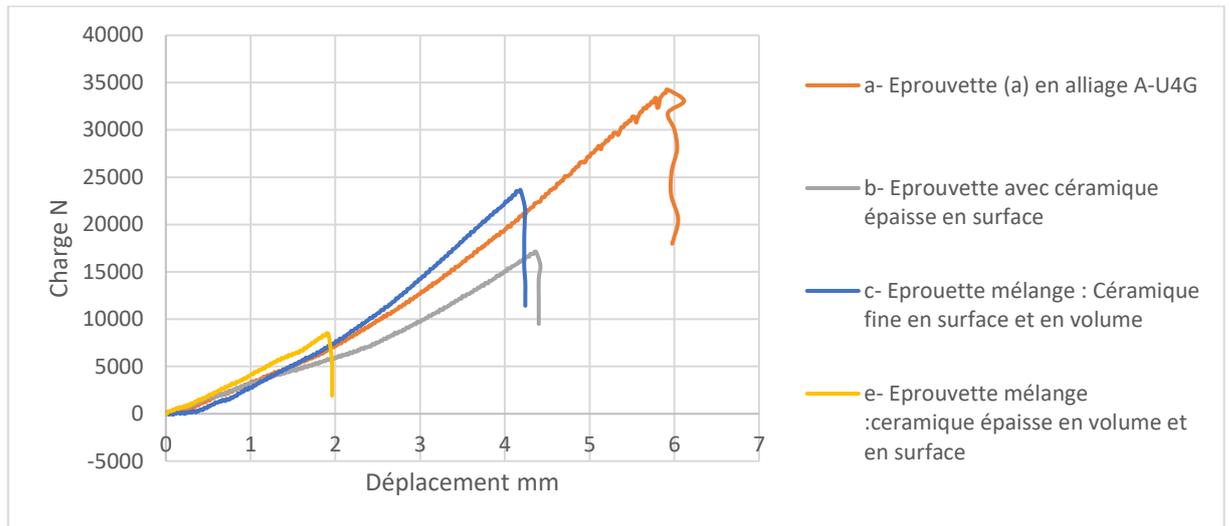


Figure 42: Comportement de nos matériaux en présence de l'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

### 6.3.1.2. Faciès de rupture des FGM

D'après la figure 43 qui représente les faciès de rupture, on voit bien que la rupture de l'éprouvette en alliage A-U4G (a) est ductile tandis que celle des éprouvettes qui contiennent de la céramique est fragile (b, c et e). On confirme que la présence de l'alumine fragilise nos matériaux ainsi élaborés.

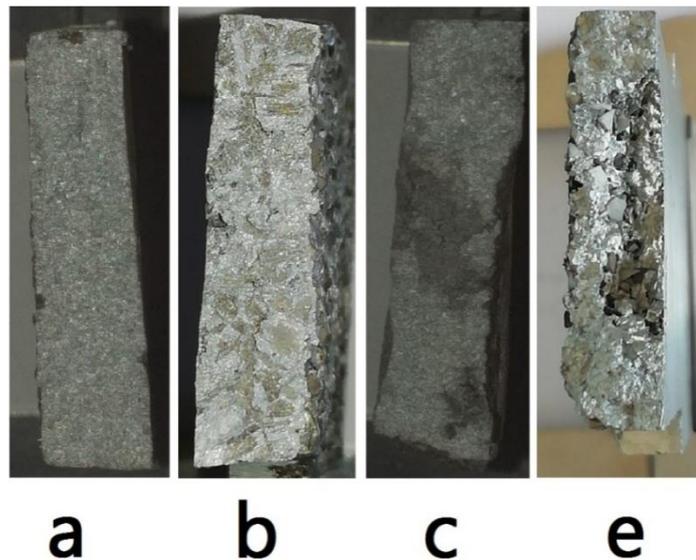


Figure 43: Faciès de rupture après essais de traction.

### 6.3.2. Etude tribologique des FGM

On a réalisé des essais d'usure sur différentes éprouvettes élaborées à des conditions bien déterminées :

- Vitesse de rotation du moteur : 200tr/min ;
- Nombres de cycle 200 cycle/min ;
- Température de travail : ambiante 20°C ;
- Essai avec lubrification ;
- Temps de traitement : 15 min pour 3 éprouvettes différentes, alliage A-U4G brut de coulée « a », mélangée avec céramique fine en volume et en surface « c » et mélangée avec céramique grossière en volume et en surface « e » ;

- Temps de traitement : 3h pour une éprouvette mélangée avec céramique grossière en surface « e ».

On observe et on détermine les dimensions des différentes traces d'usure sur les figures 44, 45, 46 et 47.

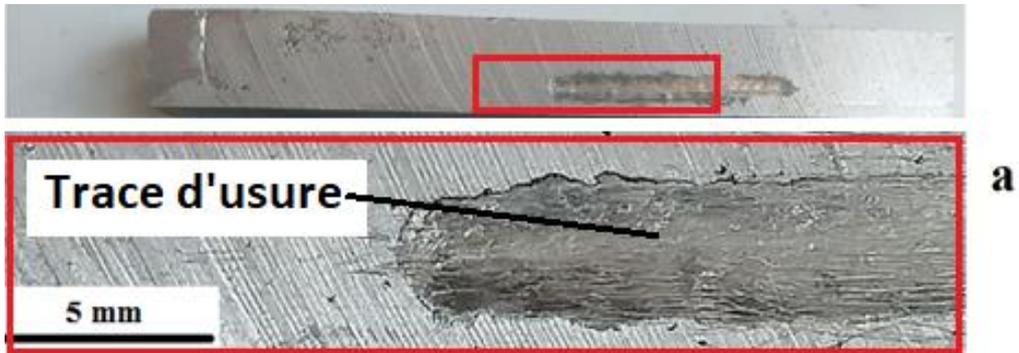


Figure 44: Trace d'usure après 15 min de l'éprouvette a (Alliage A-U4G brute de coulée).

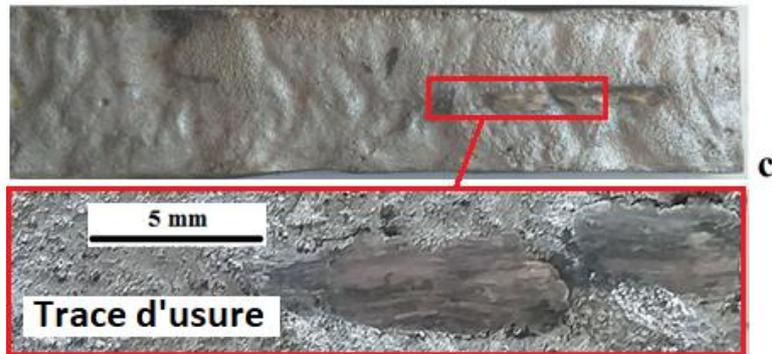


Figure 45: Trace d'usure après 15 min de l'éprouvette c (mélangée : A-U4G/ céramique fine en volume et en surface).

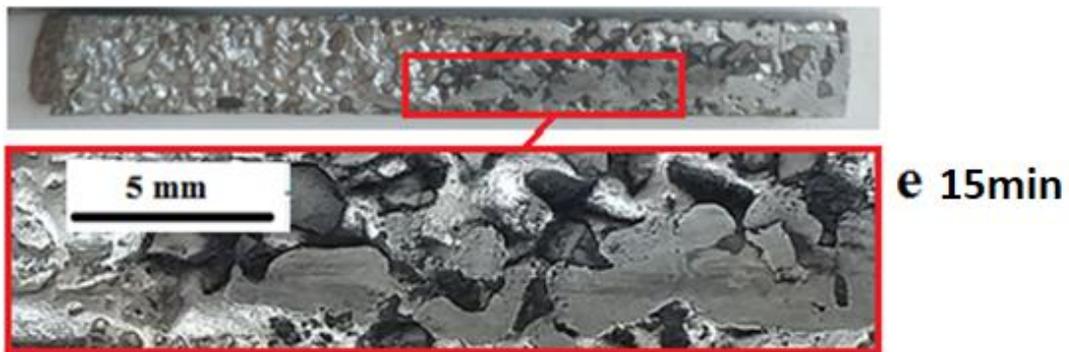


Figure 46: Trace d'usure après 15 min de l'éprouvette e 15min (mélangée : A-U4G/ céramique grossière en volume et en surface).

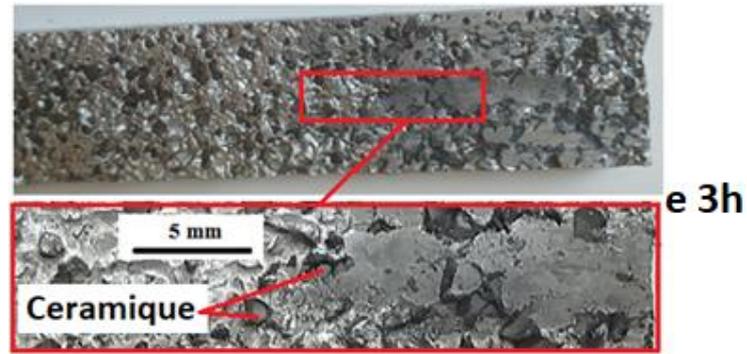


Figure 47: Trace d'usure après 3h de l'éprouvette e 3h (mélangée : A-U4G/ céramique grossière en volume et en surface).

Les résultats obtenus sont mentionnés dans le tableau 18.

Tableau 18: Dimensions de la trace d'usure pour les différentes éprouvettes.

Eprouvettes	Longueur	Largeur	Profondeur
A-U4G brut de coulée (a)	2.41	3	657
Mélangée : A-U4G/céramique fine en volume et en surface (c)	2.41	2.9	531
Mélangée : A-U4G/céramique grossière en volume et en surface (e 15 min)	2.41	2	268
Mélangée : A-U4G/céramique grossière en volume et en surface (e 3 h)	2.41	3.8	718

Le volume d'usure peut être calculé par la formule suivante :

$$V = L \left( R^2 \sin^{-1} \left( \frac{b}{2R} \right) \right) - \frac{b}{4(R^2 - b^2)^{\frac{1}{2}}} \quad (19)$$

Où :

L est la longueur de la trace.

R le rayon de l'antagoniste et b la largeur de la trace.

Les volumes d'usure des différentes éprouvettes sont dans le tableau 19

Tableau 19: Volumes d'usure des différentes éprouvettes.

Eprouvette	Volume d'usure
a	10.51
c	9.793
e 15min	6.950
e 3h	13.457

On remarque que :

- La longueur de la trace d'usure est la même pour toutes les éprouvettes ;

- La largeur est plus importante dans le cas de l'alliage brut de coulée (a) et diminue pour les autres échantillons (c) et (e). ce qui engendre un volume d'usure moins important ;
- La largeur et la profondeur sont plus prononcées dans le cas de l'échantillon (e) pour un temps d'essai plus long (3h). Par la suite un plus grand volume d'usure ;

On remarque depuis les différentes traces d'usure que :

L'usure est de type abrasive intense avec production des grandes quantités des débris d'usure dans le cas de l'échantillon (b), (figures 46 et 47), contrairement au cas de l'échantillon (a), qui a été détruit par le frottement (figure 48) avec apparition de fissures (figure 49) autour des grains de céramique pour un temps d'exposition plus important. .

Les informations recueillies à partir des traces d'usure (type de dégradation, volume d'usure...etc.) concordent parfaitement avec nos attentes.

# Chapitre 7

## 7. Simulation numérique

### 7.1. Introduction

Cette partie a été réalisée dans le cadre d'une collaboration entre le Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux de l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger et des chercheurs de l'Ecole Supérieure des Techniques Aéronautique de Dar El-Beida.

Dans cette partie, nous allons valider notre méthode de simulation par les résultats de Ziou et al. [35] afin d'aborder la simulation de la poutre FGM à l'aide du logiciel de calcul par éléments finis ABAQUS.

### 7.2. Test de validation :

Dans cette section, nous allons évaluer les performances de cette méthode de modélisation et de simulation en termes de précision et de convergence, à travers une série de test de validation. Les résultats obtenus sont comparés avec les solutions obtenues analytiquement et ceux obtenus par d'autres modèles d'éléments finis disponibles dans la littérature.

Il s'agit d'une poutre en matériau FGM, soumise à une charge ponctuelle à l'extrémité libre ( $P = 1000 \text{ N}$ ). La poutre est composée de la céramique ( $E_c = 151 \text{ GPa}$ ) et de l'acier ( $E_m = 75.5 \text{ GPa}$ ). Le coefficient de Poisson est supposé varier à travers l'épaisseur de la poutre en fonction de la loi de puissance ( $\nu_c = 0.25$ ,  $\nu_m = 0.3$ ). Les caractéristiques géométriques et les propriétés de la poutre FGM sont présentées sur la figure 48 [4].

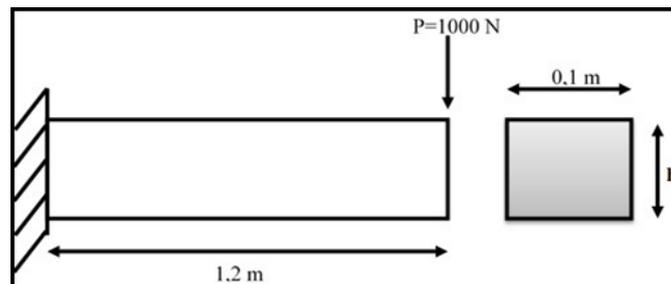


Figure 48: Caractéristiques géométriques de la poutre FGM (29).

On a utilisé l'élément CPS8R avec 60 éléments pour  $L/h = 100$ . Ainsi, les résultats du déplacement transversal ( $w$ ) pour différents paramètres du matériau « p » sont représentés sur la figure 49 et le tableau 20.

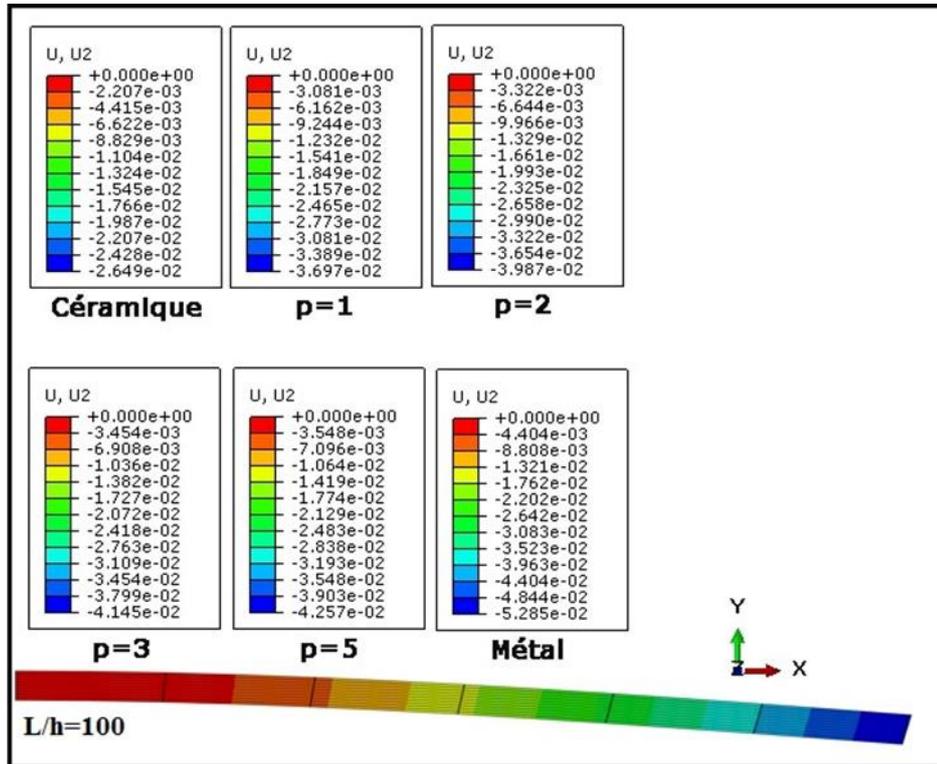


Figure 49: Résultats du déplacement transversal ( $w$ ) pour différents "p" pour  $L/h=100$  [36].

Tableau 20: Flèches des poutres FGM soumises à une charge ponctuelle à l'extrémité libre (29).

Méthode	W (mm)					
	Céramique	P=1	P=2	P=3	P=5	Métal
Ziou et al.	26.49	36.90	39.82	41.40	42.59	52.88
Présent	26.49	36.97	39.87	41.45	42.57	52.85

Notons que les résultats de Ziou et al. [35] sont évalués sur la base des solutions analytiques données en annexe B de la Réf [35]. Nous observons que les valeurs obtenues en utilisant notre méthode de modélisation et la simulation par ABAQUS sont en bon accord avec les valeurs données par Ziou et al. [35] pour tous les paramètres du matériau « p » et le rapport  $L/h=100$ .

### 7.3. Simulation

L'analyse mécanique est réalisée pour une poutre en FGM constituée de métal et de céramique qu'on a choisie, ces derniers sont respectivement l'A-U4G et l' $Al_2O_3$ . Le module de Young pour l'A-U4G ( $E_m$ ) est de 72.5 GPa et pour l' $Al_2O_3$  ( $E_c$ ), il est de 380 GPa.

Jin and Batra [37], Ziou et al. [35] ont indiqué que l'effet du coefficient de Poisson sur les déformations est négligeable comparativement à celui du module de Young. Par conséquent, le coefficient de Poisson peut être supposé comme constant est égal à 0,3.

Cependant, Le module de Young dans la direction de l'épaisseur de la poutre FGM varie en fonction de la loi de puissance (P- FGM).

L'analyse mécanique est effectuée en appliquant une charge ponctuelle  $P=10\text{ N}$  à l'extrémité libre.

### 1.3.1 Création de la géométrie

La géométrie de l'éprouvette de flexion (STM D790) (Figure 50) simulée sur ABAQUS.

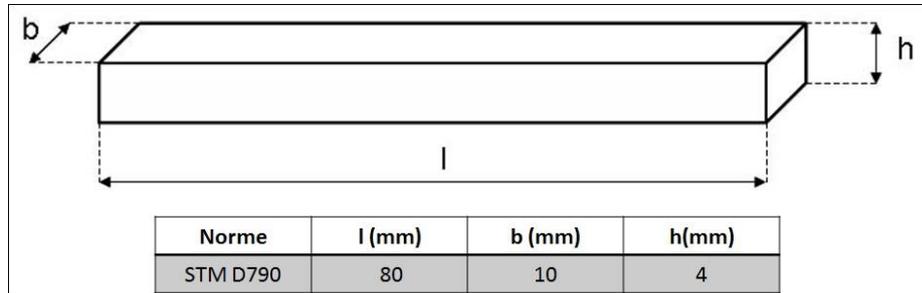


Figure 50: Dimensions de l'éprouvette plate FGM selon (STM D790).

Pour simplifier et minimiser le temps de calcul, les caractéristiques des FGM sous charges mécaniques étudiées sur l'éprouvette en FGM ont été modélisées en 2D car chaque couche est traitée comme des matériaux isotropes (Figure 51).

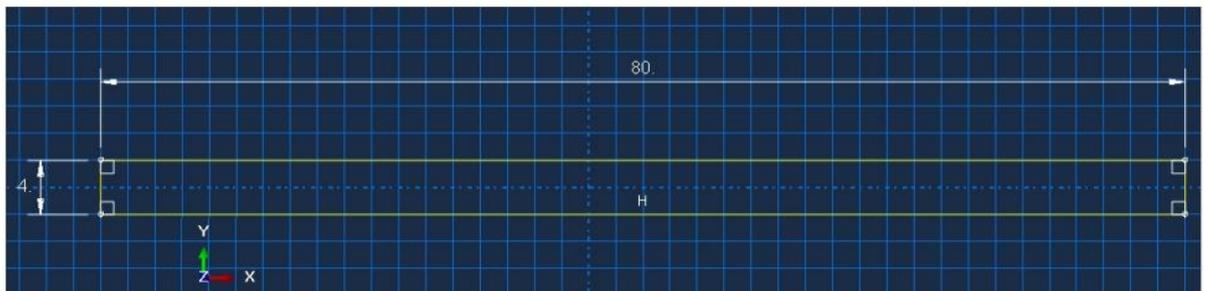


Figure 51: Dimensions de l'éprouvette de flexion en simulation.

### 1.3.2 Définition des propriétés mécaniques

Le comportement introduit est celui du modèle élasto-plastique ainsi que les propriétés effectives pour chaque couche (figure 52).

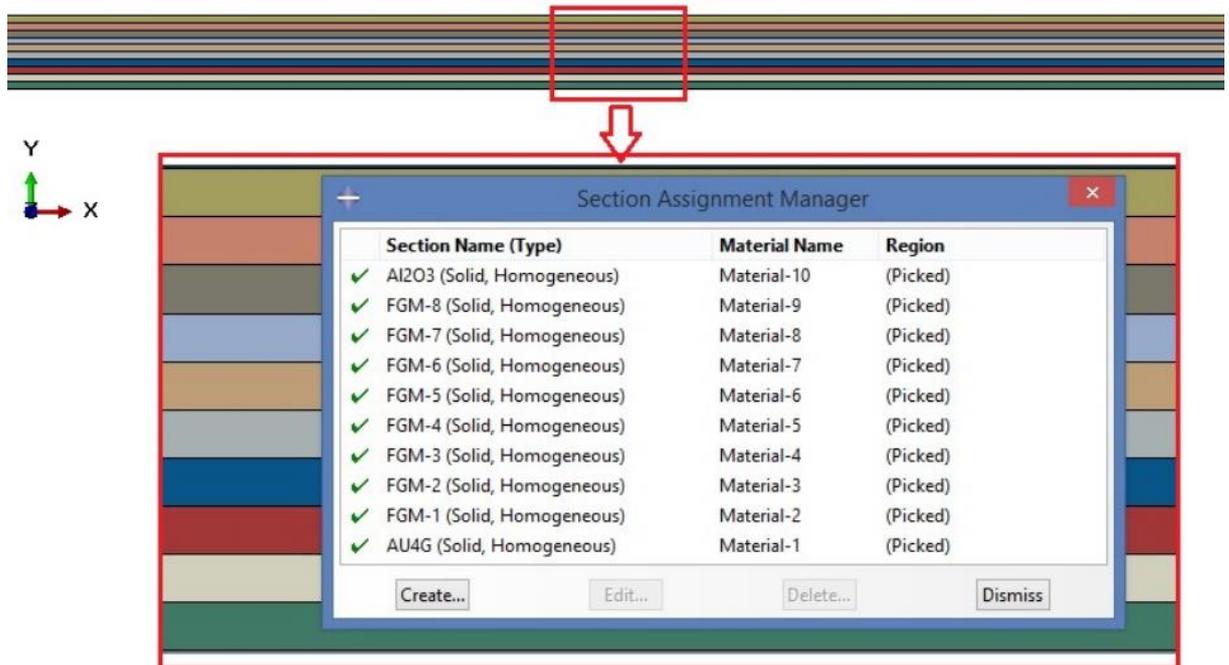


Figure 52: Définition des propriétés mécaniques.

### 1.3.3 Etude de maillage

Une étude convergente est réalisée avec différents nombres d'éléments. A partir de 60 éléments, les résultats se révèlent donner des contraintes convergentes à la précision souhaitée comme a été indiqué sur la figure 53.

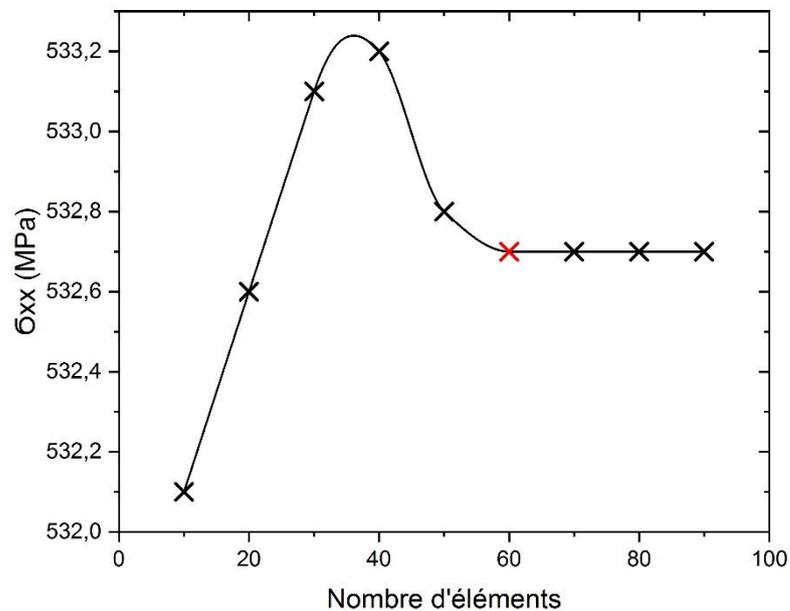


Figure 53: Test de convergence en maillage.

La figure 54 montre qu'à partir de 60 (480 nœuds) éléments, les résultats ne dépendent pas du nombre d'éléments.

#### 7.4. Résultats et discussions

La figure 54 montre les résultats de simulation des flèches ( $w$ ) pour divers paramètres du matériau «  $p$  » de la poutre en FGM encastée-libre soumise à une charge ponctuelle à l'extrémité  $P=10$  N.

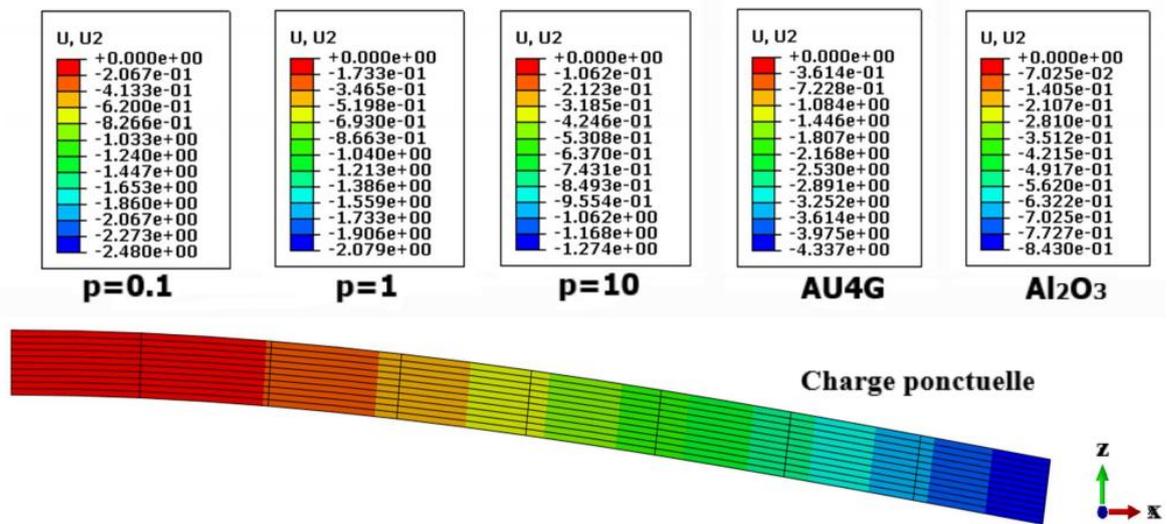


Figure 54: Flèches de la poutre en FGM soumise à une charge ponctuelle pour différents  $p$ .

La figure 55 montre un histogramme comparatif de la flèche maximale ( $w$ ) pour divers paramètres du matériau «  $p$  » de la poutre en FGM encastée-libre soumise à une charge ponctuelle.

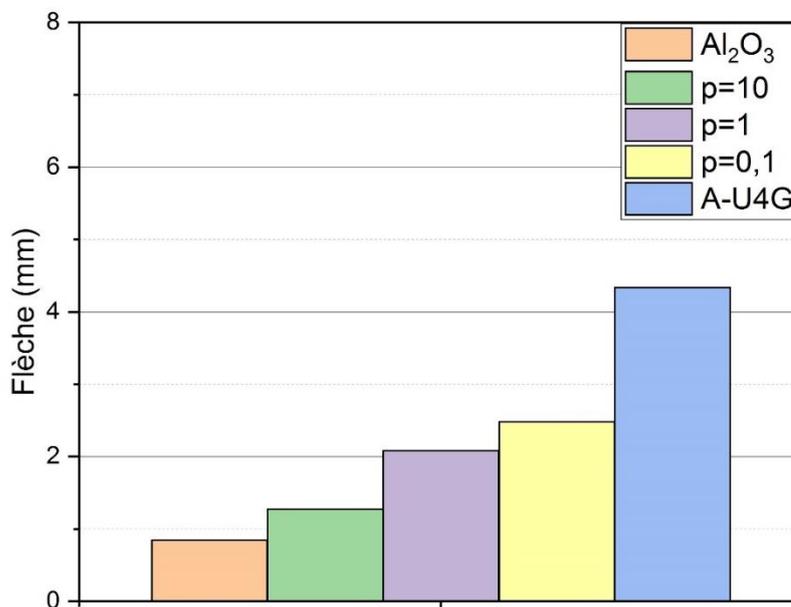


Figure 55: Histogramme comparatif de la flèche non dimensionnelle ( $w$ ) pour la poutre en FGM encastée-libre soumise à une charge ponctuelle pour différents  $p$ .

On peut observer que la poutre en céramique isotrope présente la plus faible flèche et que la poutre métallique isotrope a la plus grande flèche. Les flèches diminuent avec «  $p$  », cela est dû au fait que la rigidité à la flexion est maximale pour les poutres de céramique, tandis que minimale pour les poutres métalliques, et se dégrade de manière continue à mesure que «  $p$  » diminue.

## Conclusion générale

Dans cette étude, une élaboration de différentes éprouvettes en FGM par le procédé de coulée en moule en sable a été réalisée. Cette technique de fonderie, nous a permis d'obtenir des matériaux avec une bonne liaison à l'interface Métal/Céramique et dont l'adhérence est assurée grâce au retrait de l'alliage coulé permettant d'envelopper les grains de céramique et assurer ainsi une liaison forte entre les antagonistes.

L'analyse chimique de la poudre nous a permis de confirmer la pureté de notre alumine recyclée, même s'il y a présence de certains éléments tels que le cuivre, ces derniers n'ont aucune influence car ils font partie des éléments d'alliages de notre matériau A-U4G.

Le contrôle non destructif par radiographie à rayon X nous a permis de confirmer la présence de la céramique en volume de notre FGM élaboré et de cibler les zones à caractériser avec précision. De plus c'était un moyen de vérifier l'absence des défauts de fonderie et la qualité de nos produits.

Le retrait de l'A-U4G lors de la solidification a assuré une bonne liaison avec les grains de la céramique et donc a eu une influence positive sur le comportement de nos éprouvettes lors de la caractérisation mécanique. Ainsi, ce comportement a engendré une augmentation de la dureté de notre matériau de façon graduelle, valeurs proches à la dureté de l' $Al_2O_3$  en surface et diminuant d'une manière graduelle en fonction de l'épaisseur jusqu'à atteindre la dureté de l'A-U4G.

La présence de céramique dans notre FGM a fragilisé notre matériau de manière remarquable résultats constatés lors des essais de traction et à travers l'allongement qui diminue lorsque la quantité de la céramique en volume augmente.

L'essai de flexion encastrée libre a été effectué pour la validation des résultats de simulation numérique. En effet, les éprouvettes contenant plus de céramique en surface et en volume fléchissent de moins en moins ceci est dû au comportement de la céramique en compression.

Les essais de tribologie en frottement-usure confirment et concordent parfaitement avec les autres résultats s'agissant de la présence de la céramique et de son influence sur les propriétés et le comportement de nos FGM ainsi élaborés.

L'usure obtenue correspond à une usure abrasive avec arrachement de matière et donc notre matériau est plutôt dur en surface. Aussi, la présence de la céramique dans cette zone perturbe le frottement en créant une zone de contact hétérogène tout en diminuant la surface d'usure. Enfin, on constate l'apparition de fissures lorsqu'on augmente le temps de l'essai.

ABAQUS offre les meilleures solutions aux problèmes linéaires, non linéaires statiques et dynamiques, pour analyser les différents comportements de nos échantillons par la méthode des éléments finis.

Les résultats obtenus ont été comparés avec des solutions analytiques de références, et ceux obtenus par des modèles d'éléments finis. Pour l'analyse statique, les exemples numériques montrent que la méthode de modélisation par ABAQUS est capable de donner d'excellents résultats.

Les flèches diminuent avec le paramètre de matériau « p » car la rigidité à la flexion est maximale pour les poutres de céramique et minimale pour les poutres métalliques. A cause de la propriété de la céramique en compression.

## Perspectives

- Etudier l'influence de la taille des grains de la céramique sur les propriétés physicochimiques et mécaniques des produits FGM ;
- Automatiser certaines opérations relatives à l'élaboration pour mieux suivre et maîtriser les différents paramètres permettant d'assurer la précision des résultats et la qualité des matériaux à élaborer.

## Bibliographie

- [1] MIYAMOTO, Yoshinari, KAYSSER, W. A, RABIN, B. H, *et al.*(ed.). *Functionally graded materials: design, processing and applications*. Springer Science & Business Media, 2013.
- [2] MAHAMOOD, Rasheedat Modupe et AKINLABI, Esther Titilayo. *Functionally graded materials*. New York : Springer, 2017.
- [3] SOBCZAK, Jerzy J. et DRENCHEV, Ludmil. Metallic functionally graded materials: a specific class of advanced composites. *Journal of Materials Science & Technology*, 2013, vol. 29, no 4, p. 297-316.
- [4] NOURI, H. et RAVELET, F. Introduction à la simulation numérique des écoulements. Application au transfert thermique sur plaque plane avec StarCCM+. *DynFluid-Arts et Metiers ParisTech*, 2012.
- [5] KOIZUMI, M. The concept of FGM, ceramic transaction, functionally graded materials 34. 1993.
- [6] KIEBACK, B., NEUBRAND, A., et RIEDEL, H. Processing techniques for functionally graded materials. *Materials Science and Engineering: A*, 2003, vol. 362, no 1-2, p. 81-106.
- [7] FIORI, C. et DE PORTU, G. Tape casting: a technique for preparing and studying new materials. In: *Br. Ceram. Proc.*1986. p. 213-225.
- [8] BOCH, Philippe, CHARTIER, Thierry, et HUTTEPAIN, Muriel. Tape casting of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ZrO<sub>2</sub> laminated composites. *Journal of the American Ceramic Society*, 1986, vol. 69, no 8, p. C-191-C-192.
- [9] ADAIR, James H., TOUSE, Sara A., et MELLING, Peter J. CHEMICALLY DERIVED MULTILAYER CERAMICS. 1987.
- [10] SHIOTA, Ichiro et MIYAMOTO, Yoshinari (ed.). *Functionally graded materials 1996*. Elsevier, 1997.
- [11] SHEN, Hui-Shen. *Functionally graded materials: nonlinear analysis of plates and shells*. CRC press, 2016.
- [12] SURESH, Subra et MORTENSEN, Andreas. *Fundamentals of functionally graded materials*. The Institut of Materials, 1998.
- [13] TABURDAGITAN, Murat et AKKOK, Metin. Determination of surface temperature rise with thermo-elastic analysis of spur gears. *Wear*, 2006, vol. 261, no 5-6, p. 656-665.
- [14] BARRAND, M. Pierre et GADEAU, M. Robert. L'Aluminium. t. 2, mise en oeuvre et utilisation de l'aluminium et de ses alliages. 1964.
- [15] CHAUSSIN, C. et HILLY, G. Alliages Métalliques, Tome II, 2<sup>eme</sup> édition. *Dunod (Paris, 1978)*, p. 203-212.
- [16] DEVILLE, Henri Sainte-Claire. *De l'aluminium: ses propriétés, sa fabrication et ses applications*. Mallet-Bachelier, 1859.
- [17] VARGEL, Christian. *Le comportement de l'aluminium et de ses alliages*. Dunod, 1979.
- [18] DIN-STIRBU, Elena Luminita. *Comportement à la corrosion des alliages d'aluminium utilisés dans l'industrie automobile pour la fabrication de radiateur de chauffage*. 2005. Thèse de doctorat. Lyon, INSA.
- [19] IRMANN, Roland. *La fonderie d'aluminium en sable et en coquille*. Paris : Dunod, 1957.
- [20] DUBOST, Bruno et SAINFORT, Pierre. Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium. *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques*, 1991, no M240, p. M240. 1-M240. 24.

- [21] KURZ, W., MERCIER, J. P., et ZAMBELLI, G. Introduction à la Science Des Matériaux, 2eme édition, Presse Polytechnique et universitaires Romandes. Suisse (Lausanne, 1995), vol. 191.
- [22] HAUSSONNE, Jean-Marie. *Céramiques et verres: principes et techniques d'élaboration*. PPUR presses polytechniques, 2005.
- [23] PEREZ, Jo. *Matériaux non cristallins et science du désordre*. PPUR presses polytechniques, 2001.
- [24] ABDIZADEH, Hossein. *Elaboration et caractérisation de composites duplex" Composites laminaires tri-couches à base d'alumine"*. 1997. Thèse de doctorat. Lyon, INSA.
- [25] THOMAS, Matthieu. *Propriétés thermiques de matériaux composites: caractérisation expérimentale et approche microstructurale*. 2008. Thèse de doctorat. Nantes.
- [26] FACY, Gérard et POMPIDOU, Michel. *Précis de fonderie: méthodologie, production et normalisation*. 1983.
- [27] BELLILI, Toufik, BELAMRI, A., et al. *Etude et fabrication d'un moule métallique de fonderie d'aluminium*. 2016. Thèse de doctorat. Université Abderrahmane Mira-Bejaia.
- [28] ROSIER, Pascal. *Le moulage*. Pascal Rosier, 1990.
- [29] DHERS, J. Usure, avaries et corrosion. Facteur de destruction des matériels industriels. Ed 1978.
- [30] GEORGES, Jean-Marie. *Frottement, usure et lubrification*. Paris : CNRS ed., 2000.
- [31] SPINNLER, Georges. *Conception des machines: principes et applications. Dimensionnement*. PPUR presses polytechniques, 1998.
- [32] DEVILLE, Jean-Paul et CORNET, Alain. *Physique et ingénierie des surfaces*. EDP Sciences, 2012.
- [33] ZOUAOU, Rafik. *Conception et réalisation d'un tribomètre bille/plan à mouvement alternatif*. 2012. Thèse de magister. Ecole Nationale Polytechnique.
- [34] ARTHUR, G. et COULSON, J. A. Physical properties of uranium dioxide-stainless steel cermets. *Journal of Nuclear Materials*, 1964, vol. 13, no 2, p. 242-253.
- [35] ZIOU, Hassina, GUENFOUD, Hamza, et GUENFOUD, Mohamed. Numerical modelling of a Timoshenko FGM beam using the finite element method. *International Journal of Structural engineering*, 2016, vol. 7, no 3, p. 239-261.
- [36] BENYOUCEF, Abderrahmane. *Etude et simulation des parametres d'elaboration des materiaux a gradient fonctionnel (FGM)*.111 p. Master : Aéronautique Alger, ESTA : 2019.
- [37] JIN, Z.-H. et DODDS JR, R. H. Crack growth resistance behavior of a functionally graded material: computational studies. *Engineering Fracture Mechanics*, 2004, vol. 71, no 12, p. 1651-1672.