

Université du 8 mai 1945 – Guelma
Faculté des Sciences et de la Technologie
Département de Génie Mécanique



Mémoire de Fin D'étude

Master

Présenté Par : Djeddi Nabil

Option : Maintenance Industriel

**Synthèse et caractérisation de composite
à matrice céramique et métallique par
synthèse combustion**

Sous la Direction de :

Pr : Bendjemil Badis

Année universitaire 2014/2015

Remerciement

Avant tout, je vous remercie mon dieu ALLAH le tout puissant de nous avoir donné la force, et le courage.

L'ensemble de ce travail a été réalisé au sein du Laboratoire de génie mécanique à l'université de Guelma et labo de génie mécanique et (métallurgie) à l'Université de Annaba (badji mokhtar).

Je tiens en premier lieu à remercier la direction de ce laboratoire, M. le Professeur benaldjeia azize dans un premier temps, qui m'a accueilli lors de mon travail pratique.

A travers ce modeste travail je veux remercier vivement mon encadreur

Pr. Bendjemil Badis

Nos remerciements vont aussi à mes parents qui ont marqués mon succès avec leur patient.

Pour son aide, ses conseils, son encouragement et ses critiques consécutives qui nous ont beaucoup aidé à parfaire ce travail est mieux éclairé nos perspectives.

Nous lui sommes reconnaissants particulièrement pour la confiance qu'il m'a donné

Reconnaissons particulièrement pour la confiance qu'il m'a donné la disponibilité qu'il nous accordée.

A mon père et ma mère, mes frères et mes sœurs.

A tous les enseignants de la filière génie mécanique.

Tous les étudiants de Master

En fin à tous les personnes ayant contribué de près ou de loin à accomplir ce travail.

DEDICACE

*A la fin de ce travail je le dédie
premièrement à Mon Père et Ma
Mère et aussi Ma grand Mère que
dieu les bénisses pour leurs
sacrifices, soutien, encouragement,
compréhension et que sans eux,
Je ne suis pas ce que je suis
aujourd'hui.*

*Je dédie également à Mes chers
frères Soufiane, Abd AL Halim,
Wadeh, et Mes soeurs pour leur
encouragement.*

*A tous Mes amis (es) et Mes
collègues de l'Université de Guelma.*

NABIL



Sommaire :

Résumé :

Introduction général

1. Les nano composites	1
Généralités sur les matériaux composites.....	1
Matrice.....	2
Le rôle de la matrice	2
Les Composites à matrice métallique (CMM)	3
Les composites à matrice céramique(CMC)	3
Les renforts	4
Méthode de caractérisation macroscopique	4
Métallurgie de poudres	6
Mélange de poudres	6
Caractérisations microstructurales	6
-Préparation des surfaces à analyser par polissage	7
-Analyse par microscopie optique(MO)	7
-Microscopie électronique a balayage à MEB	7
-Analyse par diffraction des rayons X(DRX)	7
Frittage SPS	7
Le broyage	7

Chapitr1 : Etude bibliographique

1.1. Résumé.....	8
1.2 L'objectif de cet article	9
1.3. Procédure expérimentale.....	10
1.4. Résultats et discussion	10
1.4.1. Caractérisation microstructurale	10
1.4.1.1. Effet de l'addition Fe sur les particules de Mg ₂ Si	11
1.4.1.2. Formation d'intermétalliques riche en Fe	12
1.4.2. Résultats de la dureté et propriétés de traction	12
1.4.3. Caractéristiques de la rupture	17
1.5. Conclusions.....	18
2.1. Résume	19
2.2. L'objectif de cet article	19
2.3. Les procédures expérimentales	19
2.4. Résultats et discussions.....	19
2.4.1. Morphologie des poudres.....	20
2.4.2. L'évaluation de l'épaisseur de revêtement.....	22
2.4.3. Propriétés de combustion.....	24
2.5. Conclusions.....	26
3.1. Résume.....	27
3.2. L'objectif de cet article	27
3.3. Caractéristiques des matériaux utilisés	27
3.4. Procédure expérimentale.....	27

3.5.1. Diffraction des rayons X.....	27
3.5.2. Microstructures au MEB	28
3.5.3. L'évolution de la densité	31
3.5.4. Propriétés mécaniques	32
3.6. Discussion.....	33
3.7. Conclusion	35
4.1. Résumé.....	36
4.2. L'objectif de ce travail	36
4.3. Les procédures expérimentales	36
4.4. Résultats et discussion	37
4.5. Conclusions	41

Chapitre 2 : Méthode de SHS

Procédé SHS	42
1.1 Définition : Le procédé SHS	42
1.2. Le principe du procédé	42
2.Méthode de SHS	43
3. Le processus de la SHS et sa caractérisation.....	43
5. La recherche en SHS	44
6.Les moyens de contrôle	44
7.Les applications de la SHS	45
7.1. Les produits de la SHS	45
7.2.Efficacité de la SHS	45
8. Histoire et l'état de l'art	46

Chapitre 3 : Technique Expérimental

1. Matières premières et techniques expérimentales	48
1.1. Les poudres utilisent	48
1.2. La balance	50
1.3. Le broyeur a billes	51
1.4. La pompe à vide	51
1.5. Le poste à souder	52
1.6 La chambre de SHS (système de production des poudres)	52
1.7.La diffraction des rayons X (DRX)	53
1.7.1. Définition de Rx	53
1.7.2. L'application de la diffraction de rayons RX	54
1.7.3. Production de rayons X	54
1.8. Microscope Optique	54
1.9. Dureté Vickers	55
2. Parti expérimentale	56
2.2. Elaboration Des Echantillons	56
2.3. Matériels Et Méthodes	56
2.4. Procédure expérimentale	57
2.5. Préparation des poudres	57

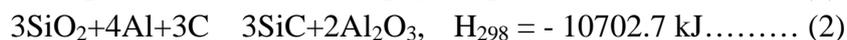
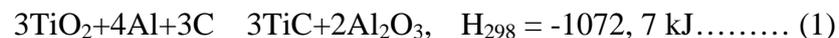
2.6. Mélange de poudres de chaque réaction.....	57
2.7. Compaction.....	58
2.8. Préparation de combustion des échantillons(réaction SHS).....	58
2.9. Observation du front de combustion de la réaction.....	61
2.10. L'enrobage.....	62
2.11. Polissage mécanique.....	63
3. Résultats.....	65
3.1. Caractéristiques de SHS	65
3.2. Analyse de phase	65
3.2.1. Analyse par DRX	65
3.3. L'analyse de la Microstructure	69
3.3.1. La Microscopie Optique.....	69
3.4. Propriétés mécanique (dureté Vickers)	71
3.5. Les calculs Thermodynamiques.....	71
4. Interprétations des résultats obtenus	74
5. Conclusion	76
Référence bibliographique	

Introduction générale :

Les composites à matrice métallique renforcés par des particules sont un groupe de matériaux qui peuvent être utilisés dans les applications tel que la résistance à l'usure et à la corrosion en raison de leur faible coût, leur facilité de fabrication, leur haute rigidité, leur module élastique et leurs propriétés isotrope [1,2]. En dépit de la densité supérieure de la base de fer composites, leurs coûts de sortie inférieur et plus isotropes propriétés rendent ces documents attrayants pour de nombreuses applications. Les types de renforts, leur compatibilité avec la matrice et la fraction du volume qu'ils ont des effets considérables sur les propriétés de ces composés [3]. Parmi toutes les particules de renforcement en céramique, en carbure de titane (TiC) en raison de ses propriétés remarquables dont le point de fusion élevé (3250 °C), dureté élevée (2890-3200 HV), faible densité (4.93 g/cm³), module d'élasticité élevé (269 GPa), excellente résistance à la corrosion et bonne stabilité thermodynamique avec le Fe fondu est un bon candidat pour la fabrication composites à base de fer [1,4]. Le procédé de synthèse par combustion est un processus rapide et à faible coût pour la production de céramiques différentes, à matrice céramique et métallique [5-8].

Cette procédure est généralement divisée en deux différentes catégories appelées Synthèse combustion en volume (VC) ou explosion électrothermique (ETE) et synthèse haute température auto propagation (SHS). Au cours de la VC, les échantillons sont chauffés uniformément à la température d'initiation de réaction. Ensuite, la réaction commence dans tous les matériaux de l'échantillon simultanément. Mais, en processus SHS, une petite partie d'un échantillon est chauffé par une source de chaleur localisée comme un filament de tungstène ou une plaque de graphite ou de molybdène. Une fois la réaction a démarré, la chaleur libérée de la réaction exothermique fournit la chaleur nécessaire pour sa propagation le long de l'ensemble de l'échantillon. Réduire les coûts et la simplicité sont les avantages de la SHS. La fabrication de TiC et le composite contenant ce composé par le processus SHS a été le principal sujet de nombreuses recherches [5-7,9-18].

Parmi les différentes réactions de combustion, la réduction de l'oxyde de titane (TiO₂) et de silicium (SiO₂) avec de l'aluminium en présence du carbone est une réaction exothermique qui va à la formation d'un composite qui forme des TiC, SiC et de l'oxyde d'aluminium (Al₂O₃). Cette réaction, qui est généralement appelée aluminothermique réduction de TiO₂ est comme suit :



Si un élément métallique est ajouté à cette réaction et il agit uniquement comme un agent diluant (Fe, Co et Ni), différents matériaux composites à matrice métallique contenant des particules de renforts TiC, SiC et Al₂O₃ peuvent être créés.

Certain chercheurs ont produit les composites Al-TiC-Al₂O₃ et Al-SiC-Al₂O₃ en ajoutant un excès de Al à la réaction [17]. Ils ont montré qu'à un le rapport molaire critique d'un excès de l'aluminium, la réaction de combustion peuvent s'auto-entretenir avec une température de préchauffage de 400-500 K [18] est par un

contrôle du rapport molaire C/TiO₂ pour fabriquer des différents composites y compris Al₃Ti-Al₂O₃, Al₃Ti-Al₂O₃-TiC un Al₃Ti-Al₂O₃-TiC et Al₂O₃-TiC.

Donc, dans le présent travail, nous avons ajouté diverses quantités du Fe et du Co pour la réaction et étudié l'effet de ce paramètre sur la vitesse de combustion, la microstructure des phases qui sont formées après SHS et ETE et leurs propriétés mécaniques.

Les nano composites :

⇒ Généralités sur les matériaux composites :

Un matériau composite est un assemblage d'au moins deux matériaux non miscibles (mais ayant une forte capacité d'adhésion). La combinaison de plusieurs matériaux à interfaces distinctes donne lieu à un matériau possédant des propriétés nouvelles [2]. La grande variété d'applications depuis l'industrie du sport à l'industrie aéronautique [3] indiquent que ces matériaux sont voués à évoluer. Cet éventail de propriétés est dû aux nombreuses combinaisons possibles entre renforts et matrices, ces dernières liant les renforts entre eux et assurant la cohésion du matériau final. Il en résulte des matériaux « sur mesure » dans des domaines d'applications particuliers où la géométrie autant que les contraintes mécaniques et de l'environnement jouent un rôle important sur la vie des pièces. Les modes de conception et de fabrication diffèrent des matériaux conventionnels car la qualité d'un composite dépend bien entendu de la nature des matériaux utilisés, mais aussi de la qualité de l'interface entre le renfort et la matrice. La maîtrise des procédés de mise en œuvre est donc tout aussi importante que le choix de la matrice et des renforts.

⇒ 1.2. Matrice :

Quand à la matrice, les métaux et alliages légers que le magnésium, le titane, l'aluminium et leurs alliages sont les matériaux les plus utilisés pour ces composites. D'autres métaux sont pour leur haut point de fusion. Les plus fréquents sont le cuivre et les superalliages à base de fer de nickel ou de cobalt.

⇒ 1.3. Le rôle de la matrice :

Le rôle de la matrice est de lier les renforts sous forme compacte et de donner la forme finale à la pièce. De plus elle permet de transférer les charges entre les fibres et de les protéger contre l'environnement. Les performances générales du composite sont très liées à la nature de la matrice, notamment pour la tenue à long terme.

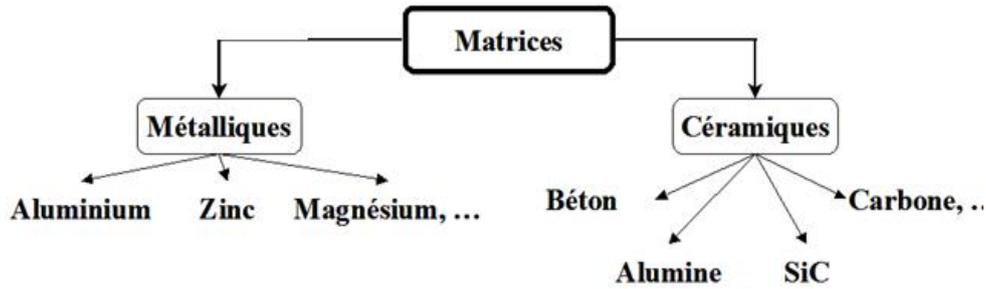


Figure 1 : Les différentes matrices des matériaux composites.

Comme pour l'ensemble des procédés de frittage sous charge, le frittage SPS ne permet de densifier que des échantillons de petite taille et de forme simple.

⇒ **Les composites à matrice céramique** ou **CMC** sont des [matériaux composites](#) faisant partie des [céramiques techniques](#). Ils sont caractérisés par un ensemble de [fibres](#) céramiques incorporées dans une [matrice](#) également céramique. Fibres et matrice peuvent en principe être constituées de toutes les céramiques connues, en y incluant même le [carbone](#). Et sont notamment utilisées pour des applications à haute température.

⇒ **Composites à matrice céramique (CMC) :**

Beaucoup moins répandus que leurs homologues à matrice organique en raison d'un coût élevé, les CMC s'adressent aux applications à très haute température. Ils sont principalement utilisés dans l'industrie spatiale et l'aéronautique militaire, ainsi que pour la conception d'organes haut de gamme comme des disques ou plaquettes de freins (Figure 2)

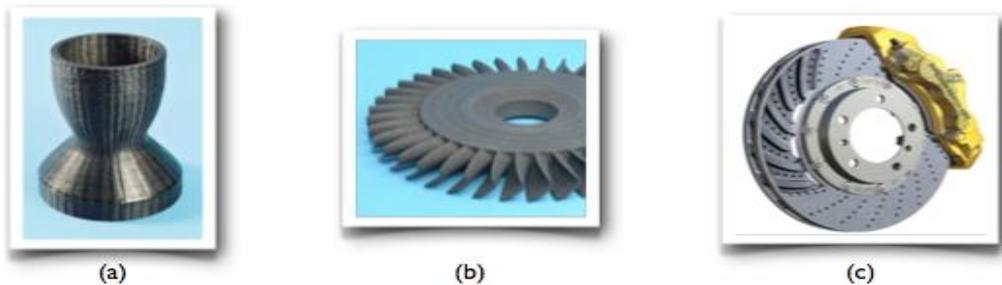


Figure 2 : Quelques applications des CMC : (a) la tuyère d'un moteur spatial (b) le disque à aubes d'une turbine (c) un disque de frein haut de gamme.

⇒ **Les céramiques** possèdent de nombreux atouts pour de telles applications : elles peuvent résister à des températures très élevées, sont plus légères que de nombreux métaux, et présentent une bonne stabilité chimique. Malheureusement, leur grande fragilité limite fortement leur domaine d'utilisation. Le principe des CMC est donc de rendre les céramiques moins cassantes en leur donnant une structure composite, c'est-à-dire en les façonnant sous forme de renforts et d'une matrice, cela conduit à une meilleure résistance à la rupture, pour deux raisons :

- les fibres ayant un diamètre microscopique, il est possible de les fabriquer avec très peu de défauts, ce qui conduit à des contraintes de rupture plus élevées ; lorsque le composite se dégrade, les fissures ont tendance à suivre les interfaces situées entre les fibres et la matrice au lieu de se propager dans les fibres ; au lieu de rompre brutalement, le matériau se "désassemble" donc progressivement

⇒ **Les Composites à matrice métallique (CMM) :**

Les composites à matrice métallique ont été élaborés pour tenter de concilier les qualités des métaux (ductilité, bonne tenue face au vieillissement et au feu...) avec la légèreté et les bonnes caractéristiques mécaniques propres aux structures composites. Ce sont des matériaux performants, mais pénalisés par un coût de revient encore élevé et réservés à des applications relativement exigeantes, dans divers domaines (comme le domaine de l'aéronautique)

(Figure 2.)



Figure 1: Exemples d'applications des composites à matrice métallique.

⇒ **Les CMM :** comportent une matrice en métal léger (aluminium et ses alliages, magnésium, titane...) et un renfort pouvant être, comme pour les CMO ou CMC, de deux types :

- soit des particules ou des fibres courtes céramiques ; les propriétés mécaniques sont alors légèrement supérieures à celle du métal formant la matrice, et les procédés traditionnels de mise en forme des métaux peuvent généralement être employés
- soit des fibres longues céramiques ou métalliques
- les propriétés sont alors bien supérieures à celles de la matrice, et les procédés de mise en forme sont plus coûteux (il s'agit typiquement d'infiltrer du métal fondu autour d'un tissu de fibres).

⇒ **Les renforts:**

Les renforts sont les éléments qui contribuent majoritairement à la réponse mécanique du composite. Ils requièrent donc d'excellentes propriétés de résistance mécaniques, mais aussi de bonnes propriétés thermiques, électriques ou encore chimiques suivant les applications. Malgré leur diversité il est possible de les classer suivant différentes catégories selon leur nature, comme le montre la figure (1)

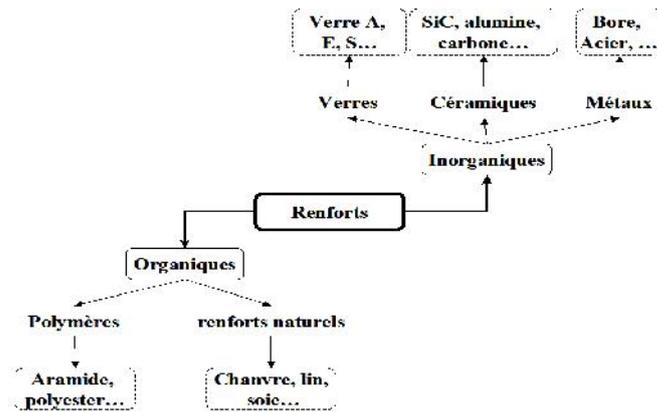


Figure 1 – Graphe non exhaustif des différents renforts

existants.

⇒ **Méthode de caractérisation macroscopique :**

Le LCMI a mis au point une méthode de caractérisation globale, à l'échelle macroscopique, des poudres composites NTC-M-Oxyde [123]. Elle est complémentaire de la caractérisation par microscopie électronique, qui donne une information locale. Cette méthode est basée sur l'analyse de la teneur en carbone des poudres (Cn), associée à des mesures de surfaces spécifiques.

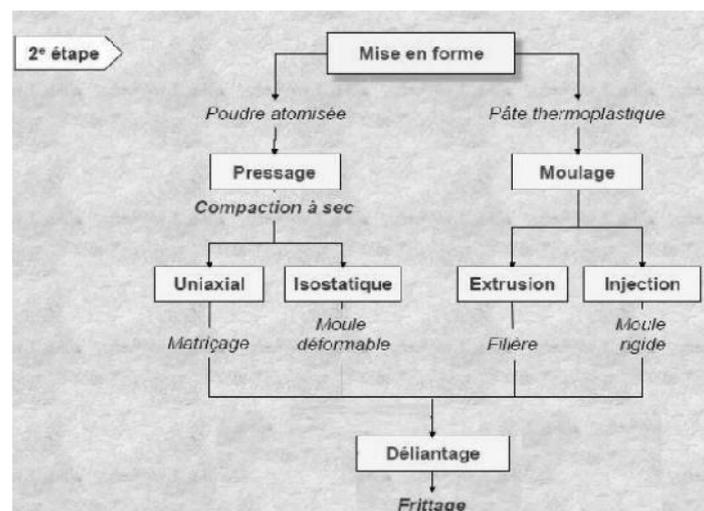
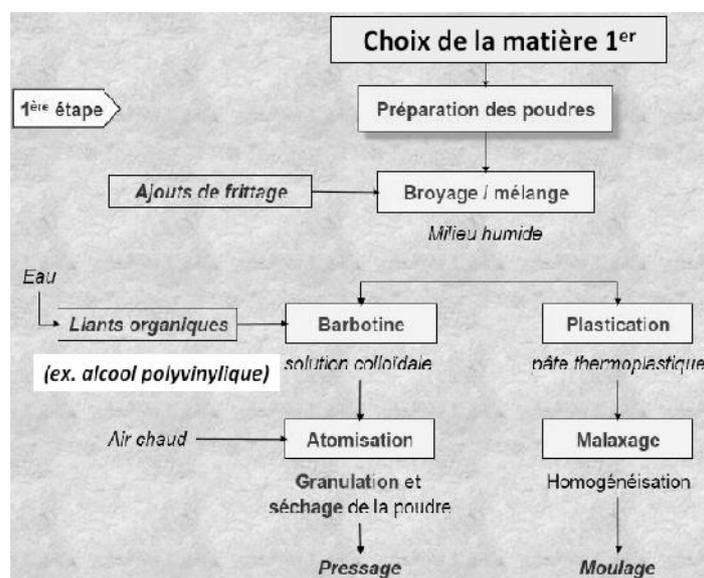
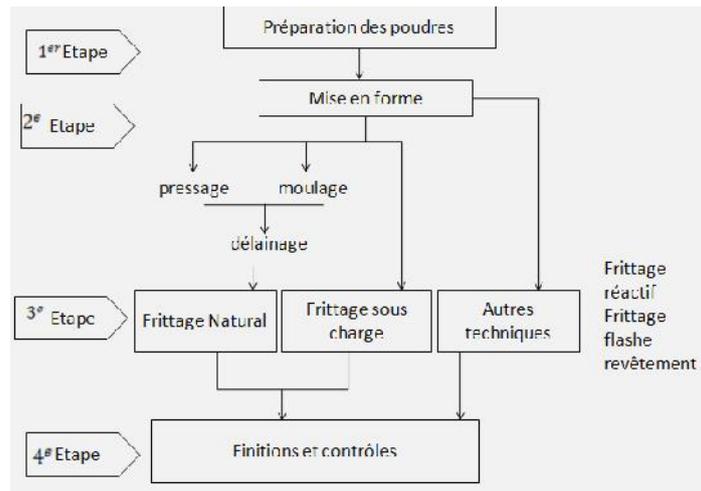
L'observation au MEB a permis de déterminer la taille des grains dans les composites massifs. Pour ce faire, le matériau a subi un polissage (fini "optique") suivi d'un traitement chimique ou thermique destiné à attaquer sélectivement les joints de grains.

⇒ **Métallurgie de poudres :**

La métallurgie de poudres (MDP) est un ensemble de procédés technologiques permettant la réalisation de composant de formes prédéterminées à partir de poudres dont la granulométrie et la constitution sont maîtrisées.

⇒ **Mélange de poudres :**

Afin d'assurer une répartition homogène des poudres du renfort et de la matrice, une opération de mélangeage semble être nécessaire.



⇒ **Caractérisations microstructurales :**

Pour mettre en évidence la structure et la morphologie de la matière première de notre composite et de déterminer et quantifier les composés formés, nos échantillons ont subi les opérations suivantes :

-Préparation des surfaces à analyser par polissage.

Le polissage est une opération qui consiste à rendre la surface à analyse plane, brillante et dénuée de toute rayure.

-Analyse par microscopie optique(MO).

Les analyses métallographiques ont été réalisées afin de mettre en évidence la structure de

Nos 'échantillons.

-Microscopie électronique à balayage (MEB).

Microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour Scanning Electron Microscopy en anglais) est une technique de microscopie utilisant les diverses interaction électrons- matière. Un faisceau d'électrons, produit par un filament en tungstène, balaie la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet des électrons et des rayons X figure (1).

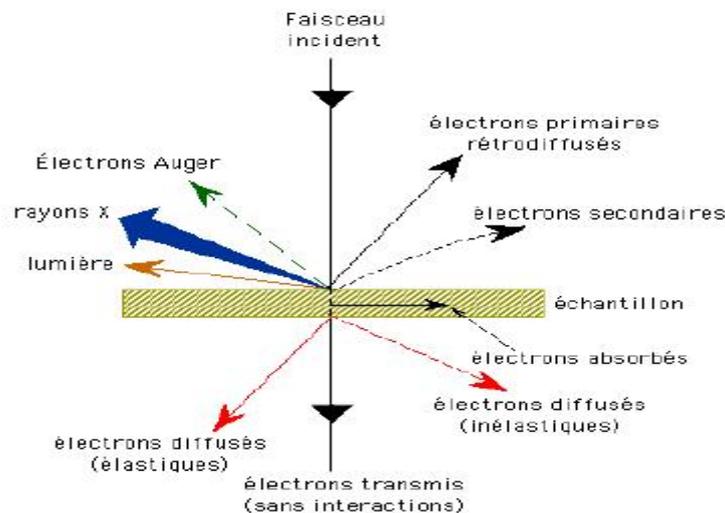


Figure 1 : différentes sortes de signaux émis les interactions entre les électrons incidents et l'échantillon.

-Analyse par diffraction des rayons X(DRX).

Les techniques de diffraction des rayons X sont des outils de prédilection pour l'analyse des problèmes de cristallographie. Celles-ci donnent deux types d'informations :

- Structurales : paramètres de maille, distribution des atomes....
- Microstructurales : taille de grains, contraintes, texture....

⇒ **Frittage SPS :**

Le frittage SPS (**S**park **P**lasma **S**intering) est un frittage sous charge uni-axial. Contrairement aux autres types de frittage sous charge, la montée en température est assurée par des pulses de courant de très forte intensité (typiquement 3000 A pour nos matériaux) qui traversent l'échantillon et la matrice de frittage qui le contient. L'appareillage utilisé (SPS-Syntex, Sumitomo) pour le frittage SPS est présenté figure 4. Cette méthode permet d'élever la température avec un minimum d'inertie calorifique et densifier une poudre métallique ou céramique en quelques minutes seulement (de 15 à 30 mn en moyenne).

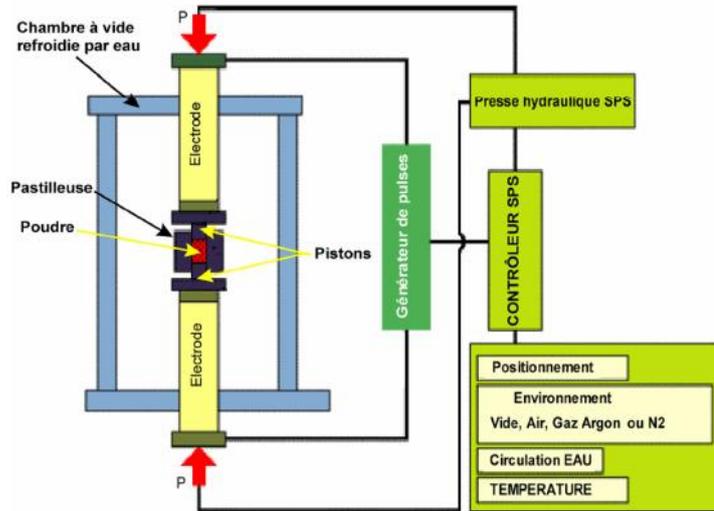
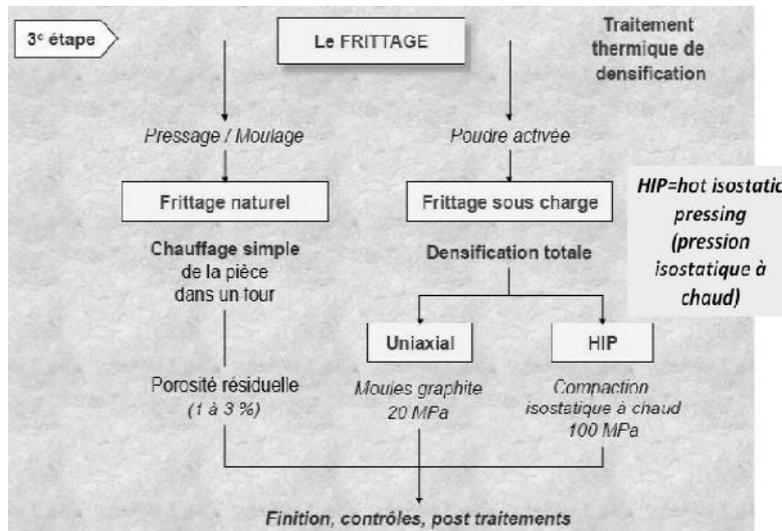


Figure 4 : Principe de fonctionnement du frittage SPS



Article 1: "The effect of Fe-rich intermetallics on the microstructure, hardness and tensile

Properties of Al–Mg₂Si die-cast composite"

"L'effet de l'intermétallique Fe-riche sur la microstructure, la dureté et les propriétés de tension d'Al-Mg₂Si ont coulé le composé sous pression "

Auteur: M. Emamy ^a, A.R. Emami ^b, R. Khorshidi ^c, M.R. Ghorbani

Revue : Composé de matrice en métal.

Année : 2012

1.1. Résumé :

En papier actuel, une tentative a été faite d'examiner l'effet de différentes concentrations de Fe (0.5, 1, 1.5, 2 et 3 % poids) sur la microstructure et les propriétés de tension d'un composé in situ de matrice en métal d'Al-15wt.%Mg₂Si (MMC). Le composé a été fait en moulant le processus et caractérisé par le microscope optique, le microscope électronique de balayage (SEM) équipé de la spectroscopie dispersive de rayon X d'énergie. Les résultats ont dépeint que l'addition de 2 Fe de % poids au MMC change la morphologie de Mg₂Si primaire d'irrégulier à la forme polyhedral et ramène sa dimension particulaire moyenne de 33 μm à 15 μm. Les études microstructurales ont également prouvé que l'addition du Fe mène à la formation de l'intermétalliques Fe-riche avec polyhedral, plat-comme et étoile-comme la morphologie. Les résultats de dureté ont démontré que l'addition de Fe au composé d'Al-15%Mg₂Si a un effet positif sur l'amélioration de dureté. D'autres investigations sur les essais de tension niveau indiqué de Fe d'optimum (1 % poids) pour améliorer les propriétés de tension. Dans le point de comportement de rupture du composé, Fe-contenir des spécimens a montré un mode d'échec fragile.

1.2. L'objectif de cet article :

Le but de la présente étude est :

- ↻ D'évaluer les propriétés microstructure, la dureté et de traction (de 15 % Al - Mg₂Si) caractéristiques composites et de rupture du composite en ajoutant différentes teneurs en Fe.
- ↻ Pour améliorées les performances mécaniques par certaines méthodes (traitement thermique ou modification). Par conséquent il est essentiel de bien comprendre les effets des principaux éléments d'alliage sur la microstructure et les propriétés mécaniques de MMC puis le comparer à ces solutions
- ↻ cette étude portait uniquement sur l'effet de différentes teneurs en Fe sur les propriétés microstructurales et mécaniques. (Al - Mg₂Si composite).
- ↻ Identifier les modes d'endommagement et de rupture du composite.

1.3. Procédure expérimentale :

Les enchantions utilisées sont les lingots MMC primaires ont été préparés par fusion de Al pur (99,9%), Mg (99,9 %) et Si (99,5 %) dans un four à résistance électrique. Après la fonte d'Al dans un creuset en graphite de 10 kg et en chauffant

jusqu'à 800°C, Si et Mg ont été ajoutés dans le Al fondu pour préparer Al - 5.5wt. % Si- 9.5wt. % Mg

Puis les lingots primaires ont été coupés en morceaux pour s'adapter dans un petit SiC creuset (1 kg capacité) et refondus dans un autre four à résistance électrique. Lorsque la température atteint 750°C, Al - 20% Fe alliage maître a été ajouté dans la masse fondue pour obtenir différentes quantités de Fe (0,5, 1, 1,5, 2 et 3 en poids %) Dans le composite

. Le tableau 1 montre les compositions chimiques des échantillons étudiés.

Composites	Al(%)	Mg(%)	Si(%)	Fe(%)
Al-15%Mg2Si (as-cast)	85.00	9.50	5.50	0.00
Al-15%Mg2Si-0.5%Fe	85.57	9.45	5.47	0.48
Al-15%Mg2Si-1%Fe	84.20	9.30	5.40	0.97
Al-15%Mg2Si-1.5%Fe	83.80	9.30	5.30	1.43
Al-15%Mg2Si-2%Fe	83.40	9.27	5.40	1.89
Al-15%Mg2Si-3%Fe	82.20	9.7	5.30	2.75

La Figure 1(a- b) montre Les éprouvettes de traction ont été préparées selon la norme ASTM B557M - 10 standard, et le moule a été fait selon la norme / B108M - 12E1 de ASTM B108

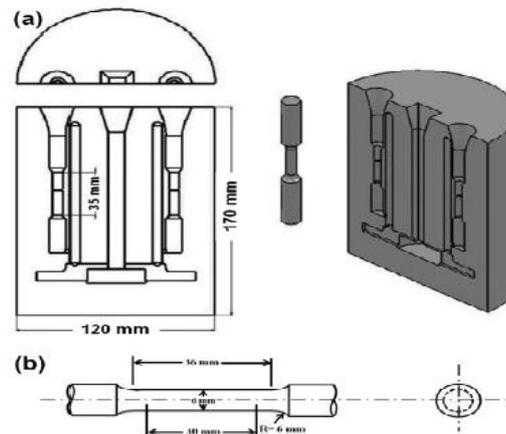


Figure 1 : (a) moule de fonte et échantillons (b) de traction dimensions.

1.4. Résultats et discussion

1.4.1. Caractérisation microstructurale :

Pseudo- binaire Al- diagramme de phase Mg₂Si [1]

La Figure 2 montre que les particules de Mg₂Si se forment en tant que phase primaire (Mg₂SiP) lors de l'étape initiale de la solidification. Ensuite, a- Al et secondaire Co- Mg₂Si se solidifient à partir de la MMC en fusion dans la zone de phase ternaire étroite. Le chemin de solidification de 15 % Al- Mg₂Si peut être indiqué par l'équation suivante [2],

Morphologie dendritique de particules est probablement liée au taux élevé de refroidissement appliquée dans ce travail.

Morphologie dendritique similaires de l'enseignement primaire dans Mg₂Si de coulée Al - 15 % Mg₂Si composite a été rapporté dans les enquêtes précédentes [3 - 4].

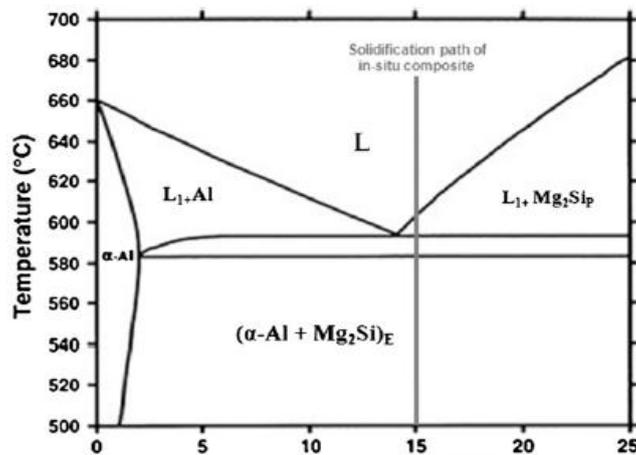
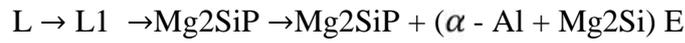


Figure 2 : équilibre diagramme de phase de l'article pseudo-binaire Al - Mg₂Si [1].

La figure 3 présente la morphologie du primaire les particules de Mg₂Si dans le composé Fe- libre est irrégulière (souvent dendritique).

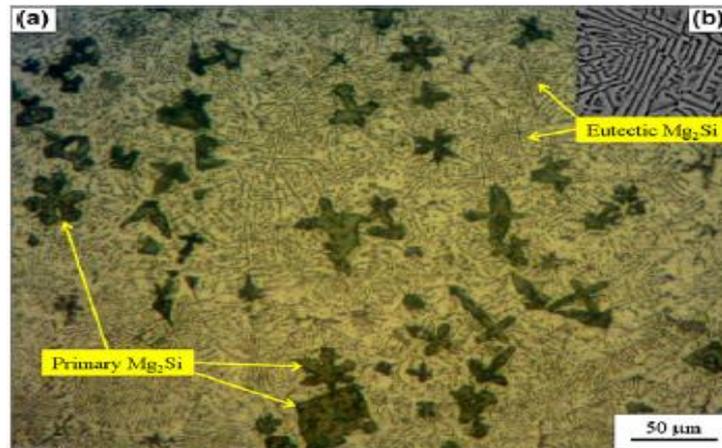


Figure 3 : micrographies optiques de Fe - Al - libre 15 % Mg₂Si démontrant composite, (a) microstructure typique de la MMC et (b) la structure eutectique.

La figure 4 révèle clairement les images d'électrons secondaires de morphologies en trois dimensions à la fois du primaire et eutectique Mg₂Si dans la matrice composite moulée a été trouvé pour le grand silicium primaire dans les alliages hyper eutectiques Al-Si [5,6].

La formation de composite des cristaux de Mg_2Si de Al - 25 % Mg_2Si moulé sous pression a été rapportée par Qin et al. [7]. Ils ont constaté que la formation de cristalline de Mg_2Si est due à une masse fondue non perturbée pendant le processus de croissance alors que la couverture riche en aluminium sur les facettes s'épaissit avec le temps. Par conséquent, les couches nucléées dans les coins sont privées de Mg_2Si et ne parviennent pas à atteindre les centres des faces.

Le phénomène se produit généralement dans la dernière étape de solidification en ce que la suspension devient plus visqueuse et son mouvement est réduit au minimum [7]. En fait, le trou est rempli d'Al pendant le processus de préparation des échantillons. Figure (3b) et (4b) montrent la structure pseudo-eutectique du Fe composite en état fondu. Comme on le voit clairement sur la Fig. 3b, l'eutectique présente une structure lamellaire de Al / Mg_2Si . Figure (4b) illustre les caractéristiques plus détaillées de la microstructure dans la zone eutectique. On observe que dans le composite Fe- Al- libre de Mg_2Si , la structure pseudo-eutectique est principalement fondue à l'intérieur de la cellule.

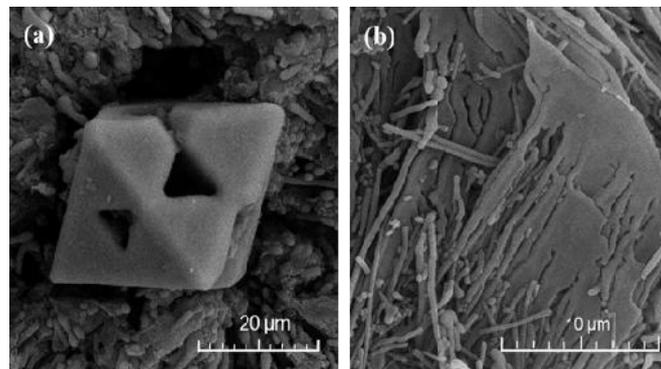


Figure 4 : Les morphologies en trois dimensions consistant à: (a) des particules primaires Mg_2Si et (b) structure eutectique dans l'état tel que coulé Al- 15 % Mg_2Si composite

1.4.1.1. Effet de l'addition Fe sur les particules de Mg_2Si :

La figure (5a - d) sont présentés les microstructures typiques du composite variant avec plus Fe. De Figure (5b - d) on peut voir que par l'addition de Fe (1.5 en poids%) . La morphologie des particules de Mg_2Si primaire dendritique des changements par rapport à la forme polygonale.

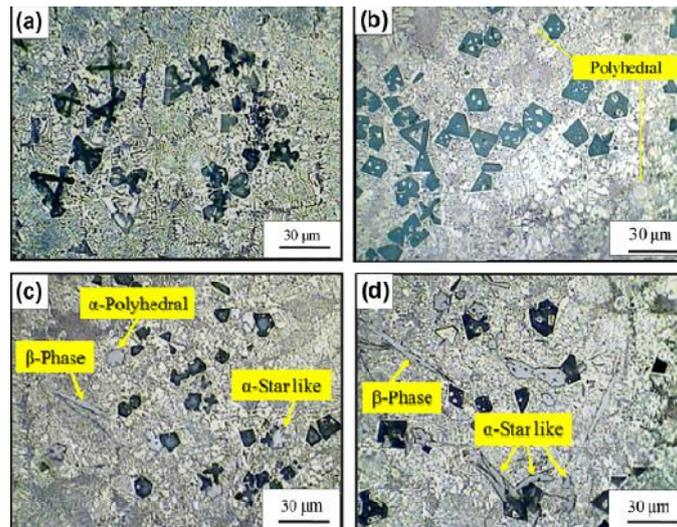


Figure 5 : microstructures au microscope optique in situ de 15% en poids Al- Mg₂Si composite avec différentes additions Fe : (A) 0,5 % en poids, (b) 1 % en poids, (c) 2 % en poids et (d) en poids 3%.

La figure 6 illustre également la variation de la taille des particules Mg₂Si avec différentes quantités de Fe ajoutées. De la Figure (6) on peut voir que, après l'ajout de 2 % de Fe, la morphologie de Mg₂Si primaire est modifiée par rapport à la forme dendritique plus polyédrique et diminue sa taille de 33 μm pour 15 μm. Selon les enquêtes précédentes, la modification de l'alliage se produit généralement à deux types : (1) nucléation hétérogène, ce qui signifie, les éléments modificateurs ou leurs composés agissent comme le noyau hétérogène : (2) Effet d'empoisonnement, des éléments ce qui signifie, la modification absorber le front de croissance et de limiter la croissance du cristal [8]. Les intermétalliques riches en Fe ont un point de fusion inférieur ($T_m < 900 \text{ °C}$) [9] en comparaison avec la phase primaire Mg₂Si ($T_m = 1,085 \text{ °C}$) [7]. Donc, il n'est pas prévu que la forme intermétallique du Fe comme phase primaire ou agir comme inoculant hétérogènes lors de la solidification. En conséquence, il peut conclure que le mécanisme principal de la modification est l'empoisonnement, semblable au mécanisme de modification observé par l'ajout de Mn [10]. Avec l'augmentation de la teneur en Fe, la ségrégation du Fe au cours de solidification et ce non seulement peuvent affecter la phase primaire Mg₂Si, mais aussi il encourage la formation de plus d'intermétalliques dans la microstructure. D'autres examens de microstructure de spécimens de MMC ont révélé que l'ajout de Fe ne modifie pas la structure lamellaire de la phase eutectique.

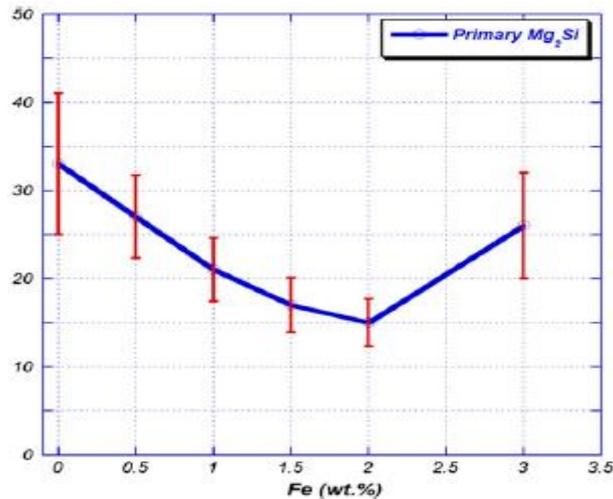


Figure 6 : La taille de particules primaires de Mg₂Si en fonction des additions de fer.

1.4.1.2. Formation d'intermétalliques riche en Fe :

Aucune nouvelle phase a été vu dans les observations de la microstructure du composite Fe libre Al- Mg₂Si figure (3a).

La Figure 7(zone la plus lumineuse) présenté L'étude de la microstructure des échantillons contenant un poids. Fe a révélé la formation d'une nouvelle phase. La micrographie SEM d' Al- 15 % Mg₂Si - 1 % Fe composite.

Figure (7a) et la dispersion d'énergie aux rayons X (EDX) d'analyse des points de la région de pseudo- eutectique

Figure (7b) indiquent la présence de Fe contenant un composé intermétallique.

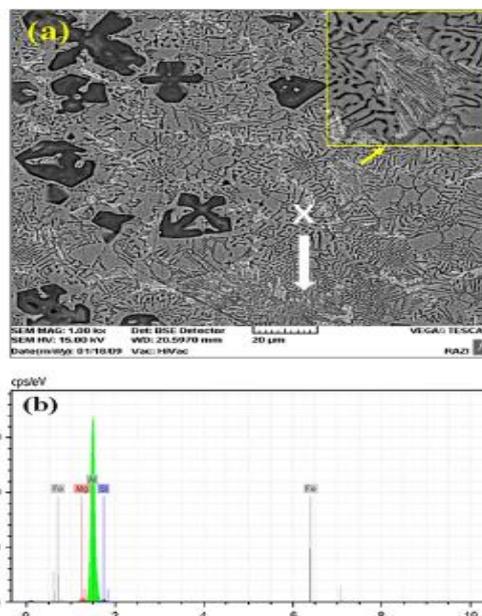


Figure 7 : (a) micrographie SEM d' Al - 15 % Mg₂Si - 1 % Fe composite et (b) le point EDX analyse de la matrice pseudo- eutectique.

La Figure 8(a - b) montre clairement les motifs de diffraction des rayons X du composite après l'ajout de deux poids. % Et 3 en poids. % Fe. La formation de

composés intermétalliques riches en Fe dans la région intercellulaire est dû au fait Fe a montré une faible solubilité solide dans des systèmes d'alliage Al-Si- Mg, et pendant la solidification, il peut être poussé dans les régions intercellulaires par l'avance du front de solidification [11].

Comptes

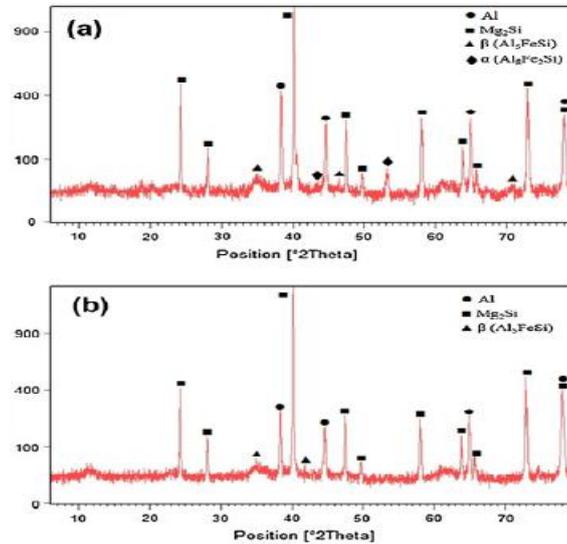


Figure 8 : diagrammes de XRD de Al - 15 % Mg₂Si composite avec différents ajouts Fe : (a) en poids 2 % Et en poids(b) 3%.

La Figure 9 présente les systèmes d'alliage Al - Si- Fe. Intermétalliques devraient être formé dans la microstructure à différentes morphologies tels que étoile, polyédrique et plaque, puis dans les spectacles. Tous les intermétalliques Fe - riches sont vus dans Al - 15 % Mg₂Si - 3 % Fe composite.

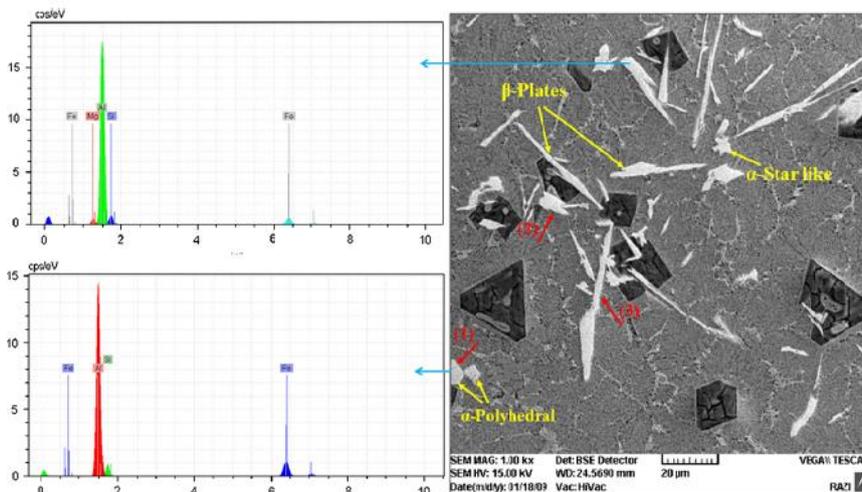


Figure 9 : image MEB et EDS analyse de point de Fe - intermétalliques, montrant (1) polyédrique, (2) comme une étoile et (3) plaque morphologie.

Composition chimique de Fe - intermétalliques avec différentes morphologies obtenues à partir de l'analyse des points EDX (comme indiqué dans la Figure 9)
Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau 2.

Tableau 2

Compositions chimiques des différentes phases dans le composite Al - 15 % Mg₂Si contenant poids. 3 % Fe.

phase	Al (%)	Mg (%)	Si (%)	Fe (%)
(1) α -Polyhedral	77.51	2.36	6.5	13.62
(2) α - L'étoile aiment	72.44	2.47	4.61	20.48
(3) β - Plat	72.88	2.67	4.89	19.57

La figure 10 montre également que la fraction volumique de nouveaux composés intermétalliques riches en Fe augmente avec l'ajout de la teneur en Fe.

Fraction de volume d'intermétallique riche de Fe (%)

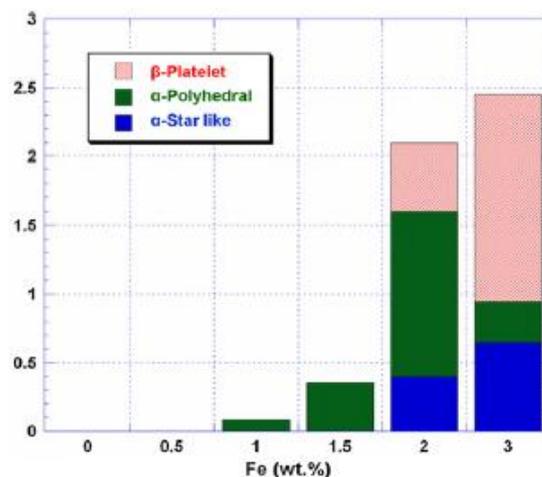


Figure 10 : La fraction en volume de composés intermétalliques riches en Fe en fonction de la teneur en Fe.

1.4.2. Résultats de la dureté et propriétés de traction

La Figure 11 montre la variation de la dureté avec Fe à Al 15 % Mg₂Si composite. Comme on le voit, l'addition de Fe a conduit à une augmentation de la dureté du composite de coulée d'environ 50%. La formation de Fe intermétallique durs dans la

microstructure est théorisée comme un facteur dominant sur l'amélioration de la dureté.

Dureté (BHN)

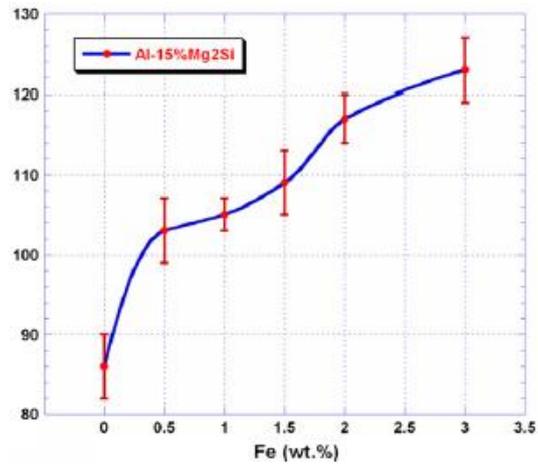


Figure 11 : dureté Brinell de 15 % Al- Mg₂Si composite en fonction de la concentration en Fe.

Les Figures (12 et 13) représentent l'influence de l'addition de Fe sur les propriétés de traction des éprouvettes MMC.

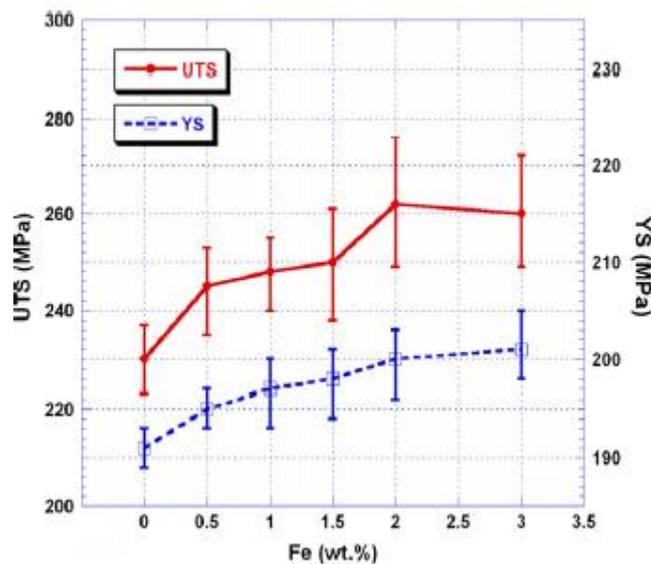


Figure 12 :L'influence de l'addition de Fe sur l'UTS et la limite d'élasticité des échantillons MMC en fonction des teneurs en Fe ajoutés.

Allongement(%)

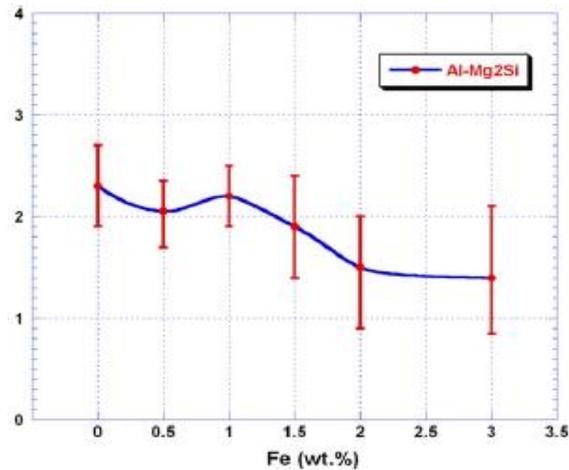


Figure 13 : Allongement valeurs en fonction de Fe ajouté.

Il ressort de la Figure (12) que l'addition de Fe améliore la traction et la limite d'élasticité de la MMC dans une certaine mesure. Semblable à la suite de la dureté, cette amélioration peut être liée à la formation de phases dures dans la microstructure. Comme les composés riches en fer peuvent agir comme des particules de renforcement et d'entraver le glissement de dislocation, la limite d'élasticité est également augmentée. Il a été signalé que, avec l'augmentation de la quantité de Fe des alliages Al-Si, à partir d'un pourcentage critique, avec le β intermétallique plaque morphologie inévitablement serait formé [12]. Les valeurs d'allongements inférieurs obtenus à partir du Fe ajouté des échantillons de MMC sont principalement dues à la formation de composés intermétalliques riches en Fe en particulier pour les grandes et fragiles intermétalliques Fe- β , tels que les plaquettes.

Pour quantifier les propriétés de traction d'un alliage d'ensemble, l'indice de qualité (Q) a été utilisé, ce qui est considéré comme plus descriptive des véritables propriétés de traction des pièces moulées que soit la résistance à la traction ou la valeur d'allongement seul. Q est défini comme une courbe semi-logarithmique de la résistance ultime à la traction en fonction de l'allongement à la rupture et il est exprimé comme suit [13]:

$$Q = UTS(\text{MPa}) + 150 \times \log (\%E)$$

Tableau 3 : Les propriétés de traction des composites expérimentaux.

Composites	UTS (MPa)	El. (%)	Q(MPa)
Al-15%Mg2Si (as-cast)	230	2.3	284
Al-15%Mg2Si-0.5%Fe	245	2.0	291
Al-15%Mg2Si-1%Fe	248	2.2	300
Al-15%Mg2Si-1.5%Fe	250	1.9	292
Al-15%Mg2Si-2%Fe	262	1.5	288
Al-15%Mg2Si-3%Fe	260	1.4	282

L'indice de qualité Q évalué pour chaque composite est également répertorié dans le tableau 3 :

Il est montré que l'indice de qualité est amélioré avec l'augmentation de la teneur en Fe. dans le composite de sorte que - MMC ne présente pas de β - plaquettes dans la microstructure. Bien intermétallique β - peut être si dommageable pour les propriétés de traction de Fe ajouté alliages Al-Si [13], intermétalliques de plaques similaires, comme on le voit dans la figure (9), sont de plus petite taille et ont probablement moins d'effet néfaste sur la ténacité de la MMC.

1.4.3. Caractéristiques de la rupture :

Dans ce travail, les surfaces de rupture des échantillons de traction ont été examinées par l'intermédiaire SEM pour comprendre le mécanisme de rupture du composite Al- Mg₂Si contenant intermétalliques Fe - riches.

La Figure 14 représentés les micrographies de rupture du composite avec différents niveaux de Fe. Où toutes les faces de rupture du composite ont montré un mode d'échec fragile.

La Figure (14 a), on voit clairement que la surface de rupture de la MMC Fe - libre représente la présence des deux particules decohered et craqués à quelques fossettes.

La Figure (14c) montre clairement la présence de fissures dans la phase intermétallique.

Une étude de l'amorce de fissuration indiquée que des fissures nucléées toujours à partir de défauts de coulée ou cassant phases [14].

La Figure (14b – d) sont représentés les caractéristiques de clivage de Fe - intermétalliques avec différentes morphologies (comme une étoile et polyédrique) dans Fe ajouté Al - Mg₂Si 15% (> 1 % de Fe). Il était intéressant de noter que dans Al-15%Mg₂Si -3%Fe MMC, une forte densité des composés intermétallique Fe-riches avec étoile-comme (figure 5d) et plat-comme les morphologies (figure 10) a été observée.

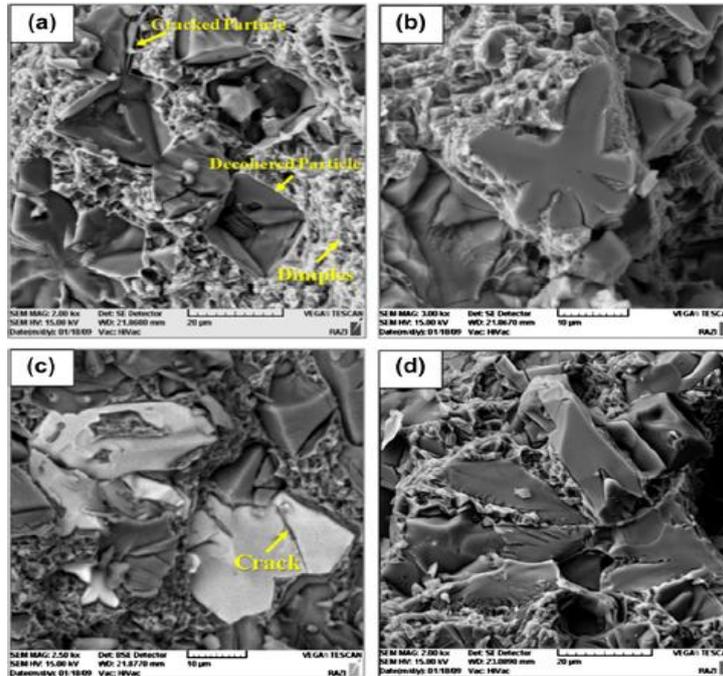


Figure 14 : micrographies MEB de surfaces fracturées de Al-15% Mg₂Si composite avec différentes teneurs en Fe (A) 0%, (b) 1,5% en poids de (c) 2% en poids et 3% en poids de (d).

1.5. Conclusions:

On a étudié l'effet de différentes teneurs en Fe sur les propriétés microstructurales et mécaniques (de 15% Al - Mg₂Si composite). Les conclusions suivantes peuvent être tirées :

- l'addition jusqu'à 2 Fe en poids. % Non seulement modifié la morphologie de Mg₂Si primaire de forme polyédrique irrégulière, mais également de réduire la taille moyenne de particule de 33 μm à 15 μm .
- L'ajout de Fe à des concentrations plus élevées Fe provoque la précipitation d'intermétalliques Fe avec différentes morphologies.
- Ajout Fe au composite Al - Mg₂Si amélioré sa dureté, UTS, YS et les valeurs de l'indice de la qualité avec une légère réduction de la ductilité (allongement)
- micrographies rupture a révélé un mode apparemment fragile d'échec avec de grandes facettes de Fe - riche intermétallique à des niveaux plus élevés Fe

Article 2: "Study on the structure and properties of core-shell Fe/Al composite Powder synthesized by MOCVD in fluidized bed"

" Etude sur la structure et de propriétés de noyau enveloppé du composite Fe/Al synthétisé par MOCVD"

Auteur: Zhenye Wang, Mulin Hu , Zhian Chen, Zhengxin Lu, Chang sheng Xie

Revue : Poudre composé de Fe/Al structure de Noyau-coquille

Année : 25 (2014) 676–681

2.1. Résumé :

La poudre composée de Noyau-coquille Fe/Al avec différentes épaisseurs d'une couche de Fe a été préparée par MOCVD de dans un réacteur à lit fluidisé. Les produits ont été caractérisés en microscopie électronique à balayage (MEB), spectromètre rayon X à énergie dispersif (EDX) et calorimétrie thermogravimétrie-différentiel (DSC).

Les résultats prouvent qu'une couche nanométrique de Fe compacte est couverte sur la surface d'Al pour former une poudre de composé noyau-coquille Fe/Al. L'épaisseur de la couche nanométrique de Fe peut être commandée en ajustant le temps du dépôt. L'épaisseur de couche de Fe est évaluée en poids. L'augmentation de la courbe de TG à la température ambiante de 350-550 °C en atmosphère d'air a été signalée. Les propriétés de combustion de la poudre composée de Fe/Al ont une grande amélioration comparée avec l'Al brut.

2.2. L'objectif de cet article:

L'objectif principal de cet article sur la base de les expériences dans la synthèse de poudre de noyau-coquille [15, 16] .La poudre composite Fe / Al à été fabriqué par MOCVD par la décomposition de Fe carbonyle [Fe (CO)₅] [17 , 18]. Avec la poudre d'Al comme matrice. Fe(CO)₅ a été choisi comme source de Fe pour l'amélioration du surface de particules est nécessaire pour éviter l'oxydation des particules ultrafines.

2.3. Les procédures expérimentales :

Shanxi Xinghua a utilisé le précurseur de Fe dans le processus MOCVD. La poudre de Al (Zunye nanomatériaux Co., Ltd., Chine) avec la taille de 25 microns, a été utilisé comme matrice Un diagramme schématique de l'appareil est représenté sur la Figure1 et a été utilisé gaz argon comme gaz de fluidisation. Pendant l'expérience différentes vitesses de gaz ont été testés pour faire la poudre Al ont un bon effet de fluidification.

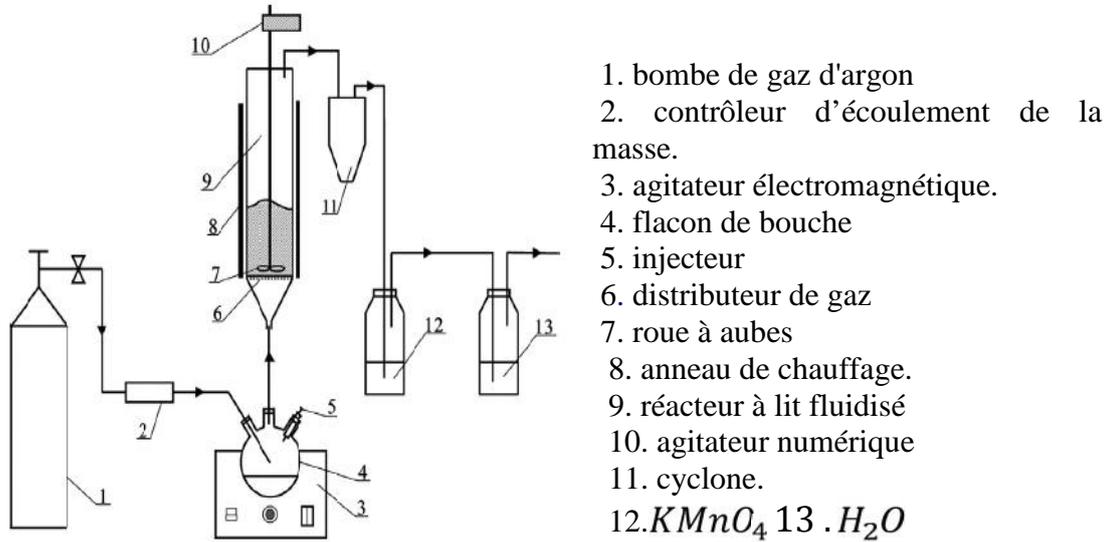


Figure 1 : Diagramme schématique de l'installation expérimentale

2.4. Résultats et discussions

2.4.1. Morphologie des poudres

Les images **MEB** des particules d'Al avant et après le revêtement sont présentées dans la Figure 2.

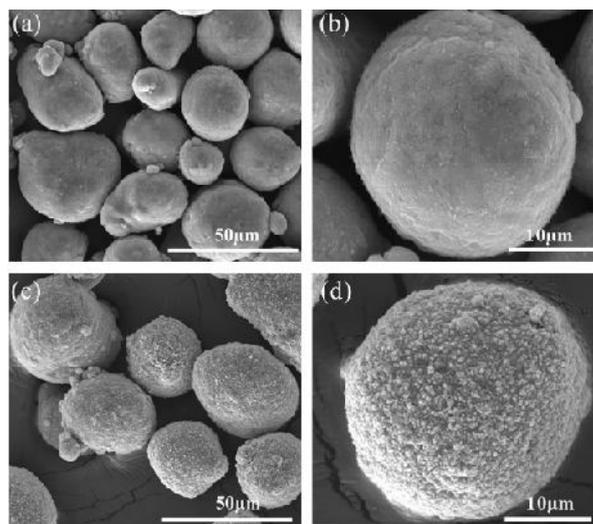


Figure 2 : Images MEB de poudre pure en microns - Al (a et b) et les images MEB faible et fort grossissement de poudre prête du composite Fe / Al (temps de dépôt : 1,5 h) (c et d).

La Figure 2 (a et b) il est évident que la première surface de la poudre d'Al est très lisse et propre.

Après le procédé de revêtement.

La Figure 2 (c et d) montre la surface de la poudre d'Al en microns après le procédé de revêtement. Que n'est plus pas lisse et de taille nanométrique entourée de Fe est uniformément dense et fixée à la surface.

Afin de révéler la structure détaillée du composite de poudre (section de poudre du composite Fe / Al (temps de dépôt =1,5 h) a été observée la Figure 3.

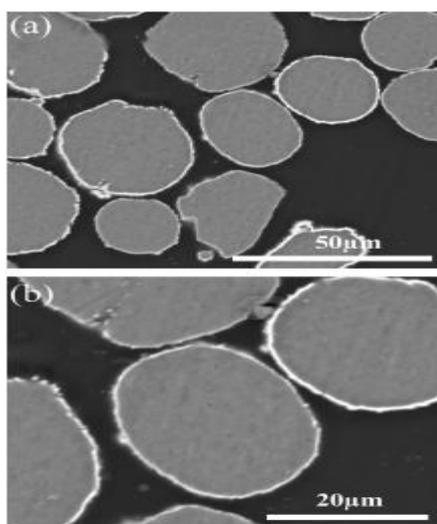


Figure 3 : l'image MEB de la poudre composée croix-en coupe de Fe/Al (a) et l'image du MEB haut de la croix ont sectionné la poudre composée de Fe/Al (temps de dépôt : 1.5 h) (b).

La Figure 3 (a) montre presque tous les particules d'Al est revêtues d'une couche de substance.

La Figure 3 (b) en grandissement élevé que représente la couche externe de poudre composite Fe / Al avec une épaisseur d'environ 200 nm, est très uniforme et compact. La cartographie EDS a été réalisée pour affirmer la substance de cette structure noyau-enveloppe.

Le résultat montre que la substance de base est l'Al Figure 4 (c) et la substance de coque extérieure est le Fe Figure 4 (d).

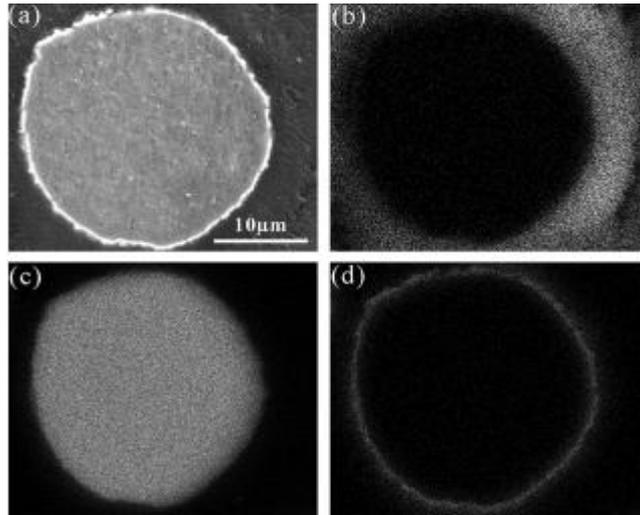


Figure 4: Image du Haut- MEB de poudre composée croix-en coupe de Fe/Al (temps de dépôt :1.5 h) (a), carte élémentaire de carbone dans la poudre composée de Fe/Al (b), carte élémentaire d'aluminium dans la poudre composée de Fe/Al (c), et carte élémentaire du fer dans la poudre composée de Fe/Al (d).

2.4.2. L'évaluation de l'épaisseur de revêtement :

Comparaison de la courbe de DSC (dans une atmosphère d'air) de brut Al il existe un pic exothermique dans la courbe de DSC de la poudre composite Fe / Al compris entre 350 °C et 550 °C (Figure 5).

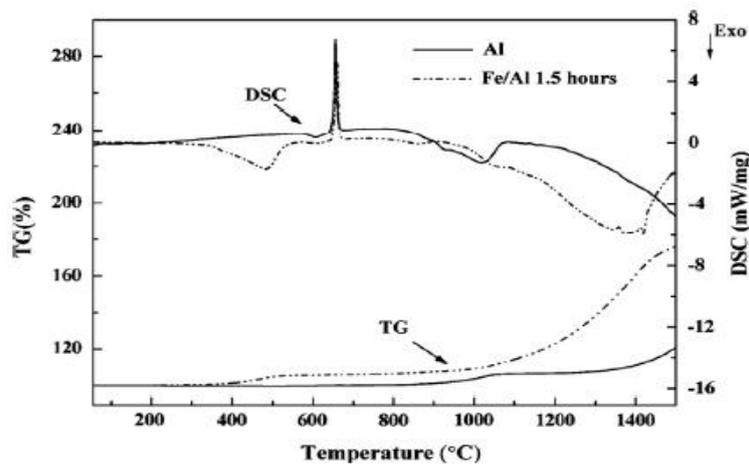


Figure 5 : Courbes de TG et de DSC d'Al cru et de poudre composée préparée de Fe/Al (temps de dépôt : 1.5 h).

Tandis que l'Al brut n'a pas ce pic exothermique. C'est en raison de l'existence du Fe dans la poudre composite Fe / Al. Il apparaît une augmentation du poids à cette plage de température correspondant à la courbe de DSC. Afin de confirmer l'augmentation de poids est due à l'oxydation de Fe, une DRX a été effectuée sur la poudre composite Fe / Al, avant et après recuit à 550 °C dans une atmosphère d'air

La Figure 6 montre les résultats de la DRX de la poudre composite avant recuit Fe / Al et révèle les pics de diffraction correspondant à des phases pures de Al et de Fe, pas de pics supplémentaires correspondant aux phases secondaires.

Intensité (a, u)

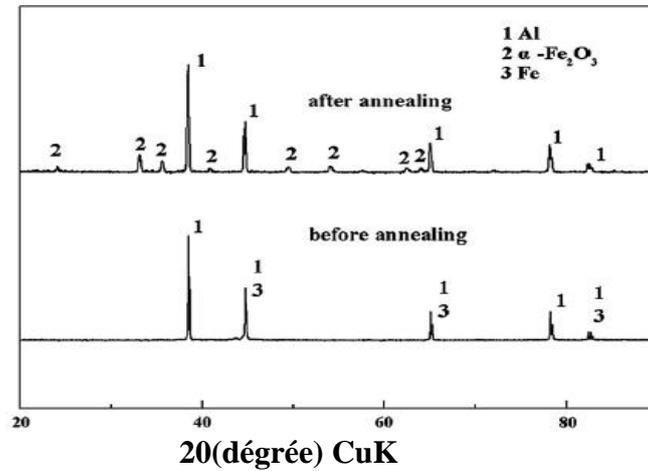


Figure 6: Spectre de XRD de poudre composée de Fe/Al et de poudre composée de Fe/Al après recuit à 550 C.

La poudre d'Al peut former naturellement couche de Al_2O_3 amorphe sur la surface, mais la couche Al_2O_3 est trop mince et la XRD ne peut pas détecter ses pics. Après recuit, pics de diffraction de Fe_2O_3 sont observés. L'apparition des pics de diffraction de Fe_2O_3 confirme que l'augmentation de poids et le pic exothermique apparaît à 350 à 550 °C sont dus à l'oxydation de Fe.

L'oxydation de Fe peut en outre être identifiée par un simple calcul basé sur le gain de poids dans la courbe TG à la plage de température de 350 à 550 °C (Figure 5). De la courbe TG, le gain de masse de poudre composite Fe / Al de 350 à 550 °C est d'environ 5,48 %.

La fraction massique de Fe peut être déterminée comme étant 12,79 % par l'équation suivante:



Avec la fraction massique de Fe (12,79%), le diamètre moyen d'Al (25 nm), la densité d'Al et de Fe, l'épaisseur de la couche de Fe, s'élève à 206,48 nm. L'épaisseur calculée ci-dessus correspond à l'épaisseur de la couche représentée sur la Fig. 4 (a) (environ 200 nm). Cette correspondance encore prouve que l'augmentation de poids apparaît à 350-550 °C est due à l'oxydation du Fe. Basé sur la préparation réussie de noyau-enveloppe du composite Fe / Al poudre, différents temps de dépôt a été adoptée pour modifier l'épaisseur de la couche du Fe, la variation de l'épaisseur de la couche de Fe peut être révélée par l'augmentation du différent poids de 350 à 550 °C dans les courbes TGDSC.

La Figure 7 (a). Composite Fe / Al (temps de dépôt: 1 h) a également été préparé et l'augmentation de poids est d'environ 3,34% à la gamme de température de 350 à 550 °C.

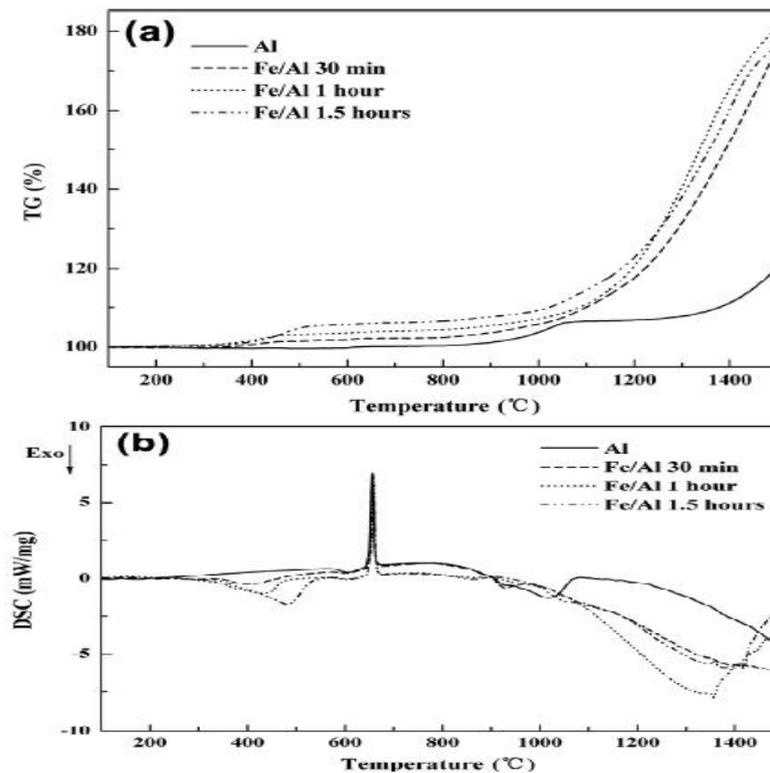


Figure 7 : Les courbes de TG d'Al pur ont préparé de la poudre composée de Fe/Al avec un temps différent de dépôt (a) et les courbes de DSC d'Al pur et ont été préparé la poudre composée de Fe/Al avec un temps différent de dépôt (b).

La fraction massique de Fe peut être déterminée comme étant de 7,79% et l'épaisseur de couche de Fe est estimée à 119,77 nm. Quant la poudre du composite Fe / Al (temps de dépôt: 30 min) dans la plage de température de 350 à 550 °C, le gain de masse de poudre composite Fe / Al est d'environ 1,74% et la fraction massique de Fe peut être déterminée comme étant 4,06%. L'épaisseur de la couche de Fe est estimée à 60,28 nm. Nous pouvons déduire des analyses ci-dessus que Fe / Al poudre composite a été préparé dans le réacteur à lit fluidisé. L'épaisseur de la couche de Fe peut être contrôlée en ajustant le temps de dépôt. Les différentes épaisseurs de couche Fe peuvent être révélées par le gain de poids à la plage de température de 350 à 550 °C dans la courbe TG.

2.4.3. Propriétés de combustion :

La Figure 5 révèle les courbes TG-DSC de la poudre composite Al et Fe / Al (temps de dépôt: 1,5 h). À la plage de température de 300 à 550 °C, nous avons discuté que l'augmentation de poids et de dégagement de chaleur sont en raison de l'oxydation de Fe.

Pendant 600 à 640°C, un petit pic exothermique apparaît, mais la courbe TG correspondant ne révèle pas l'augmentation de poids. Cela est dû à la transformation d' Al_2O_3 amorphe en $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ [19]. A environ 660°C, il semble un pic endothermique à cause de la fusion de Al, à la plage de température de 660 à 1500°C, un pic exothermique apparaît et la courbe TG correspondant révèle une augmentation relativement importante du poids. Selon la recherche précédente [15], ce pic exothermique est dû à l'oxydation de Al. Le brut Al a petit pic exothermique et l'augmentation du poids à cette plage de température, parce que l'Al est revêtu d' Al_2O_3 lors du processus de combustion. L' Al_2O_3 peut empêcher la poursuite de l'oxydation d'Al. L'augmentation du poids total de l'Al est d'environ 20%. La surface du pic exothermique (Fig. 5) à la plage de température de 660 à 1500°C est relativement faible par rapport à la poudre composite Fe / Al. Pour Fe / Al (temps de dépôt: 1,5 h) la poudre composite dans la figure. 5, ont déterminé, d'après ce qui précède, que le pourcentage de Fe et Al sont environ 12,79% et 87,21%. Le gain de poids total théorique est d'environ 83% lorsque se produit une combustion complète, et l'augmentation de poids pratique est d'environ 76% (Fig. 5). La petite différence entre la valeur théorique et la valeur pratique indique que les propriétés de combustion sont bonnes. En outre, la poudre composite Fe / Al a plus grande augmentation de poids et de dégagement de chaleur par rapport à l'Al. Ceux révèlent les propriétés de combustion de l'Al ont une grande amélioration après revêtement de Fe.

La grande amélioration des propriétés de combustion de l'Al peut être attribuée à différents mécanismes de réaction thermique [15]. Pour la poudre d'Al est non enrobée, car l' Al_2O_3 formé sur la surface de la poudre d'Al Al peut empêcher l'oxydation, les propriétés de combustion sont très pauvres. Cependant, après avoir revêtu avec Fe, la quantité d' Al_2O_3 n'aura pas un augment évident en raison de la couche de revêtement Fe. Au-dessus de la température d'oxydation de Fe, d'Al de la surface est revêtue par la couche composée principalement d'oxyde de fer (Fe_2O_3).

Lorsque la température augmente, Al et Fe_2O_3 vont réagir pour former réaction aluminothermique. Le Fe nouvellement formé dans la réaction aluminothermique peut réagir avec l'oxygène et de générer Fe_2O_3 , qui peut réagir avec l'Al. Avec une telle circulation, Al peut avoir des propriétés très élevées de combustion.

Afin d'avoir une observation directe de l'impact du Fe / Al structure de poudre composite sur les propriétés de combustion, le pourcentage de Fe, augmentation de poids total, l'augmentation du poids causée par l'oxydation d'Al et l'efficacité de combustion ont été énumérés dans le tableau 1. Poids augmentation provoquée par l'oxydation d'Al est la différence entre l'augmentation de poids total pratique et l'augmentation de poids due à l'oxydation de Fe. L'efficacité de la combustion d'Al est définie comme le rapport de la masse de combustion à celle d'Al initiale.

Tableau 1 :

- ✓ Poids augmentation et l'efficacité de la combustion de matières premières et de la poudre composite d'Al et de Fe / Al avec différents temps de dépôt.

	Cru Al	Fe/Al (déposition time: 30min	Fe/Al (déposition time: 1 h	Fe/Al (déposition time: 1.5 h
Pourcentage de Fe Augmentation totale de poids	0	4.06%	7.79%	12.79%
Valeur pratique	20%	75%	81%	76%
Valeur théorique	88.89%	87.02%	85.30%	83%
Augmentation de poids causé par oxydation d'Al	20%	73.26%	77.66%	70.52%
Combustion efficacité d'Al	22.5%	85.9%	94.75%	90.97%

La poudre composite Fe / Al a une efficacité de combustion très élevée de Al et de l'augmentation de poids. La petite différence entre la valeur pratique et la valeur théorique révèle que les propriétés de combustion sont bonnes. Cependant, il existe des différences dans la poudre composite Fe / Al avec différents temps de dépôt. Fe / Al de la poudre composite (temps de dépôt: 1 h) a une plus grande efficacité de la combustion et de Al plus de gain de poids par rapport à l'autre deuxième poudre composite.

En outre, l'augmentation du poids due à l'oxydation d'Al est relativement élevée. De plus, la poudre de Fe / Al composite (temps de dépôt: 1 h) en plus de dégagement de chaleur et la chaleur peut être libéré plus concentrée (figure 7 (b)). Sur la base des analyses ci-dessus, la poudre de Fe / Al composite (temps de dépôt: 1 h) a une épaisseur de couche de Fe optimale parmi les échantillons qui ont été préparé, à partir des analyses ci-dessus, nous pouvons conclure que les différentes épaisseurs de couche de Fe ont été fabriquées, la variation d'épaisseur est révélée dans les courbes TG, augmentation de poids dans la gamme de température de 350 à 550 °C est due à l'oxydation du Fe. Comme la couche de Fe devient plus épaisse, le gain de poids est plus élevé et plus la chaleur ne peut être libérée à cette plage de température. Le revêtement Al Fe peut entraîner la libération d'énergie plus élevé et plus d'augmentation de masse. Avec un temps de dépôt plus, l'épaisseur de couche de Fe ne devient plus épaisse. Après le processus de revêtement, propriétés de combustion d'Al ont été améliorées.

2.5. Conclusions :

Noyau-coquille de poudre composite du Fe / Al a été préparé avec succès par MOCVD dans un réacteur à lit fluidisé.

- La couche externe de poudre composite Fe / Al est très uniforme et la couche de Fe a été appliquée totalement.

- ↻ Différentes épaisseurs de couche de Fe ont été fabriquées par le contrôle de temps de dépôt.
- ↻ La variation de l'épaisseur de couche de Fe peut être révélée dans les courbes TG à la plage de température de 350 à 550 . Comme les épaisseurs de la couche de Fe de la couche augmentent, le gain de poids devient plus élevé.
- ↻ Un calcul simple de la prise de poids peut obtenir l'épaisseur de couche de Fe, ce qui correspond à l'épaisseur de couche de à l'image MEB. Sans la couche de revêtement des Fe, Al brut ne peut pas avoir un bon effet de combustion due à la formation d' Al_2O_3 pendant le processus de combustion.
- ↻ Après le processus de revêtement, la poudre composite Fe / Al à une grande amélioration sur les propriétés de combustion. Cette amélioration peut être déduite de grand gain de poids et le dégagement de chaleur dans les courbes TG-DSC.

Article 3: "Fabrication, microstructure and mechanical properties of Al-Fe Intermetallic particle reinforced Al-based composites "

" Fabrication, la microstructure et les propriétés mécaniques d'Al-Fe

Intermétallique particules composites renforcés à base d'Al ''

Auteur : Yang Xue, Rujuan Shen, Song Ni, Min Song, Daihong Xiao

Revue : Métallurgie de poudre.

Année : 2014

3.1. Résumé:

Les composites à base d'Al renforcés par des composés intermétalliques Al-Fe ont été fabriqués avec succès par la technique de métallurgie des poudres. Les renforts ont été générés dans la matrice d'aluminium par réaction sur place à l'état solide entre Al pur commercial et des poudres de Fe pur. Les effets de la température de frittage et la teneur en Fe sur la microstructure et les propriétés mécaniques des composites ont été systématiquement étudié par microscopie électronique à balayage, la spectroscopie des rayons X à dispersion d'énergie, l'analyse de diffraction des rayons X et des testes de compression. Nouveaux particules structurées cœur-coquille étaient dominantes dans les renforts composites après frittage à 560 °C pendant 5 h. Il a été montré que la limite d'élasticité des composites reste à peu près la même, tandis que la résistance et la ductilité ont une diminution ultime à la compression avec l'augmentation de la température de frittage et la teneur en Fe.

3.2. L'objectif de cet article :

Cette étude de recherche étudiée une comparaison qualitative grâce à la technique de métallurgie entre les différentes configurations de renforts composites entre l'Al pur et les poudres de Fe pur, et plus particulièrement sur leurs ductilités

3.3. Caractéristiques des matériaux utilisés :

La poudres d'Al atomisée au gaz (99,8% en pureté moyenne taille de 40 à 60 µm) et la poudre commercialement pur de Fe (99,5% dans la pureté, taille moyenne de 40 à 60 µm), avec des teneurs en Fe étant de 1, 3 ou 5% en vol. (Notée Al-1Fe, Al-3Fe, et Al-5Fe).

3.4. Procédure expérimentale:

Les matériaux de départ sont les poudres commerciales Al, Fe pur puis les poudres sont mélangées, pendant 10 h en utilisant un mélangeur de poudre planétaire avec la vitesse de rotation de 300 tr/m.

3.5. Résultats

3.5.1. Diffraction des rayons X

La figure 1 montre les diagrammes de diffraction des rayons X des composites avec

5 % Fe en volume du contenu du fritté à (a) 560 et (b) 570 °C

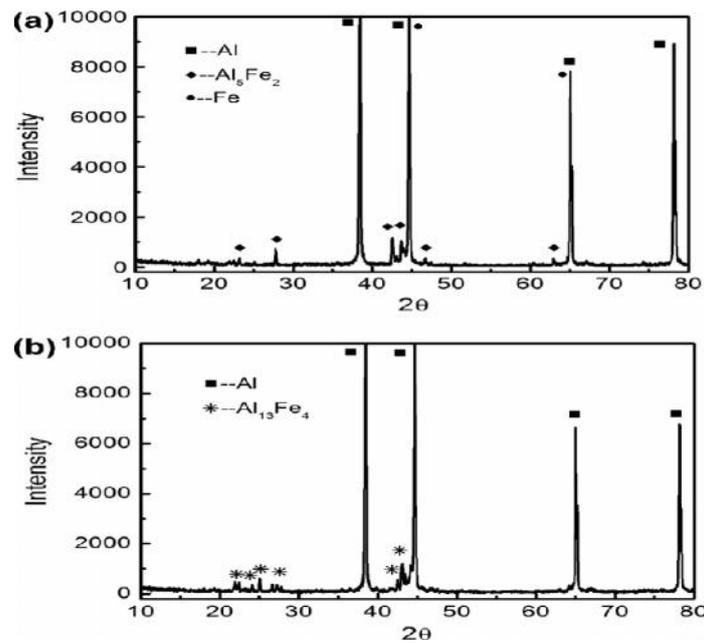


Figure 1: Les spectres de DRX pour le composé d'Al-5Fe ont été aggloméré respectivement à (a) 560 et (b) 570 [x] pour 5 h

On observe qu'il existe trois phases (Al, Fe) Al_5Fe_2 et dans les composites frittés à 560 [x] alors que seulement deux phases (Al et $Al_{13}Fe_4$) existent dans les composites fritté à 570 [x]. En comparant la Figure (1a et b), il montre que l'intensité des pics d'Al diminue, les sommets pics de $Al_{13}Fe_4$ et Al_5Fe_2 apparaissent lorsque la température de frittage augmente de 560 à 570 [x].

Les résultats de diffraction des rayons X des échantillons frittés à la même température ne sont pas similaires à n'importe quelle teneur en Fe est à l'exception de la différence de l'intensité.

En outre, lorsque les variations de température de frittage de 570 à 580 [x], le type des phases ne change pas.

3.5.2. Microstructures au MEB :

La Figure 2 montre les microstructures au MEB des composites respectivement Al-1Fe, Al-3Fe et Al-5Fe frittées à 560, 570 et 580 [x].

La Figure 2 présentes trois phases différentes, en revanche, il existe dans trois différents contenus du composites frittées à 560 [x].

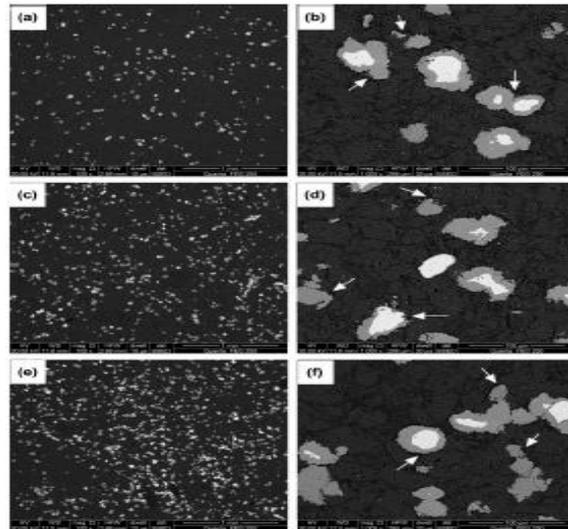


Figure 2 : Microstructures de MEB respectivement de (a et b) Al-1Fe, (c et d) Al-3Fe et (e et f) composite d'Al-5Fe agglomérés à 560 pour à 5h.

En utilisant l'analyse EDS (comme montré dans la figure 5b.), La matrice distribuée est identifié comme l'Al, la phase lumineuse est le Fe et la phase gris clair entourant le noyau du Fe ou dispersion dans la matrice d'Al est le composé intermétallique Al-Fe.

De la Figure 2 on peut voir que les particules noyau-enveloppe sont les structures des renforts dominants, bien que certaine particule intermétallique complète peut également être observé dans la matrice. Il convient de noter que quelques petits pores de taille sont présentés dans la matrice et à l'interface entre la matrice et l'intermétalliques lorsque les composites Al ont été frittées à 560 comme le montre la Figure 2b, d et f (par la flèche).

La figure 3 montre que deux phases principales qui diffèrent en revanche.

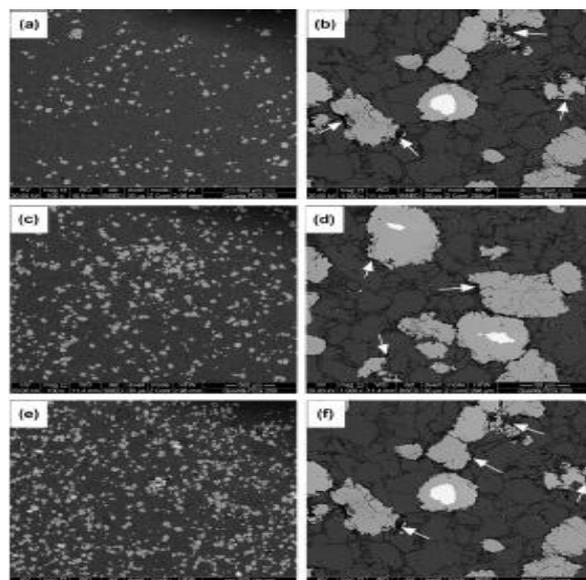


Figure 3 : Microstructures du MEB respectivement de (a et b) Al-1Fe, (c et d) Al-3Fe et (e et f) composés d'Al-5Fe agglomérés à 570 °C pour 5 h.

Il existe dans trois différents contenus de Fe du composites frittés à 570 °C. Par EDS on analyse, la matrice sombre distribuée en continu est identifié comme Al et la phase gris clair dispersion dans la matrice Al et Al-Fe composé intermétallique. La petite phase de lumineux entouré de la particule est au cœur de l'intermétallique de Fe.

On peut voir d'après la Figure (3a, c et e) que les particules intermétallique se dispersent d'une façon homogène dans la matrice lorsque la teneur en Fe est de 1 vol.%.

Lorsque la teneur en Fe augmente à 3 % en vol., les particules intermétalliques commencent à se regrouper et ce phénomène est plus accentué dans le composite Al-5Fe. Similaire, les composites frittés à 560 °C et frittés à 570 °C contiennent également des pores dans la matrice et à l'interface entre les particules intermétallique de Al et la matrice. Cela devrait être noté que des microfissures existent au sein des particules intermétallique (comme montré dans la figure. 3b, d et f). Lorsque la teneur en Fe augmente.

La Figure. 4 montre que les composites incluant principalement deux phases (Al et le composé intermétallique Al-Fe).

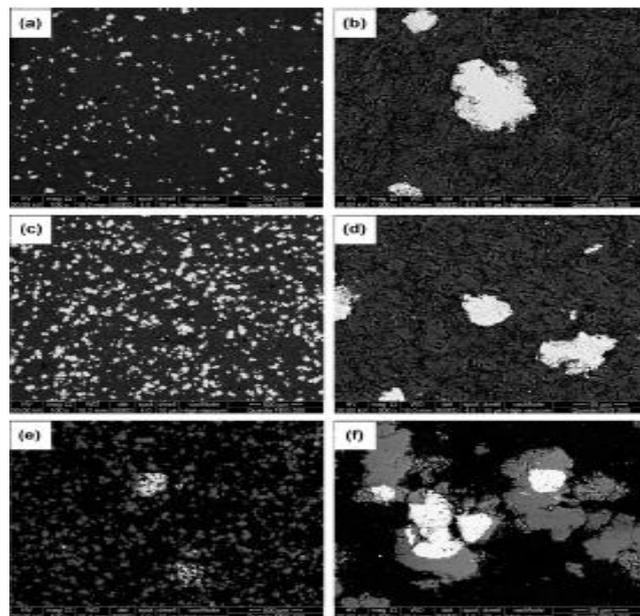


Figure 4: Microstructures du MEB respectivement de (a et b) Al-1Fe, (c et d) Al-3Fe et (e et f) composés d'Al-5Fe agglomérés à 580 °C pour 5 h.

Lorsqu'il est fritté à 580 °C sauf pour Al-5Fe composite, dont certaines particules sous forme de cluster montrent une structure complexe y compris le noyau du Fe et composé intermétallique Al-Fe.

La dispersion des particules intermétallique, les pores et les fissures ont une telle évolution tendance similaire aux composites frittés à 570 C.

La Figure 5 montre l'analyse EDS d'Al-3Fe composites frittés à 560 

La Figure (5a) montre que la particule est un composé intermétallique Al-Fe composé. Le rapport de l'Al et du Fe est proche de 13: 4. Combiné avec les résultats de la diffraction des rayons X représenté à la Figure 1 il peut être conclu que le composé intermétallique est $Al_{13}Fe_4$.

La figure (5b) montre que la particule comprend un noyau Fe entouré par une coquille intermétallique du rapport l'Al et de la coquille Fe est proche de 5: 2

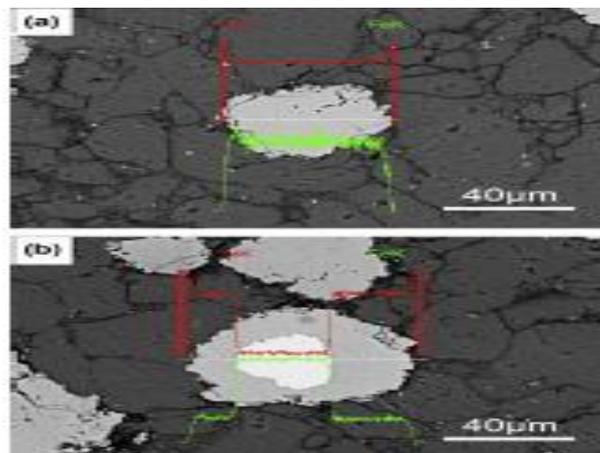


Figure 5 : La ligne balayage EDS des particules dans le composé d'Al-3Fe aggloméré à 560  pour 5 h.

3.5.3. L'évolution de la densité :

La figure 6 montre que la masse volumique des composites diminue avec l'augmentation de la température de frittage de 560 à 580  à n'importe quelle teneur en Fe.

Densité (g/cm^3)

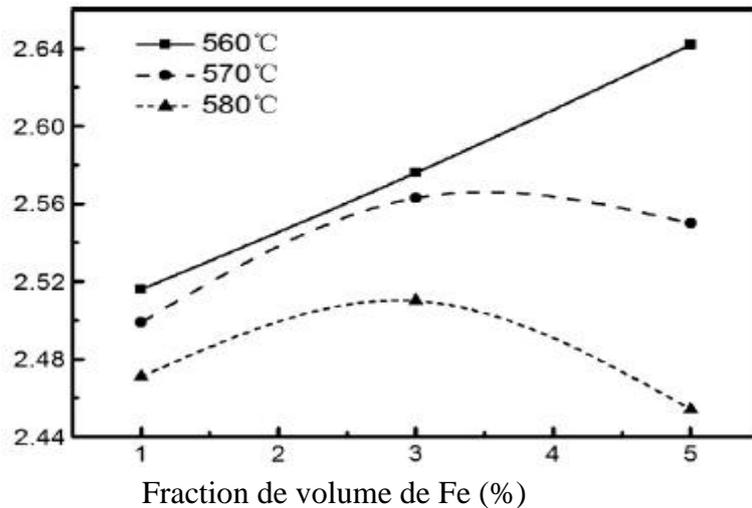


Figure 6 : La densité des composés agglomérés aux différentes températures en fonction du contenu de Fe.

En général, l'augmentation de la température frittage est bonne pour les éléments de diffusion et donc améliore la capacité à une phase solide et le frittage réduit le volume de fraction des pores. Cependant, ce n'est pas le cas en présence étudié, ce qui pourrait être dû à la grande différence de coefficients de diffusion entre Al et Fe.

Lorsque la température de frittage augmente 560-580 [?]

L'épaisseur des intermétalliques augmente en raison de l'augmentation de vitesse de diffusion, ce qui entraîne l'augmentation des pores et des fissures. En comparant les Figure (2 et 3), les pores à l'interface entre la matrice et de composés intermétalliques Al, composites frittés à 570 [x] sont plus évidentes à ceux des composites frittés à 560 [x]. Les pores sont la principale raison de la diminution de la densité avec l'augmentation de la température.

La figure 6 montre également que la masse volumique des composites frittés à 560 [x] pendant 5 h augmente avec la teneur en Fe de 1% vol. à 5% en vol. Bien que les densités des matériaux composites frittés à 570 et 580 [x] ont les valeurs maximales lorsque la teneur en Fe est de 3% en vol. En comparant les Figure (3 et 4), on peut voir que le regroupement de particules quand la teneur en Fe augmente de 3% vol. À 5% vol. Au cours de la réaction à l'état solide entre Al et Fe, les poudres d'Al entourées par les poudres du Fe ont été consommées par le cluster les poudres de Fe, ce qui entraîne la génération des pores, qui diminue la densité des matériaux composites lorsque la teneur en Fe augmente de 3% vol. à 5% vol Une autre raison importante est que la densité de l'intermétallique est inférieur à celle du Fe. Lorsque le contenu du Fe augmente de 3% vol. à 5% vol. L'intermétalliques précipitent dans la matrice et ainsi de diminuer la densité des composites.

3.5.4. Propriétés mécaniques :

La figure 7 représente les courbes de contrainte-déformation à la compression des composites avec différentes teneurs en Fe et fritté à des températures différentes.

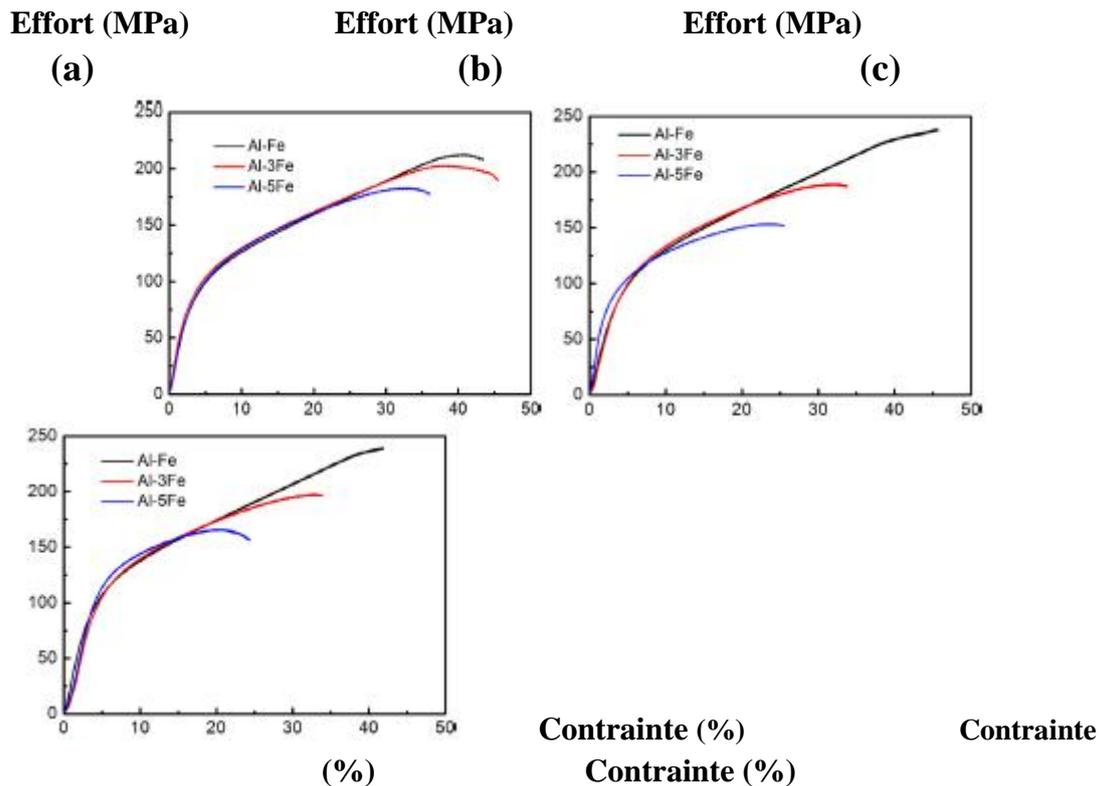


Figure 7 : Les courbes d'essai de compression des composés aggloméré à (a) 560, (b) 570 et (c) 580 [1].

La Figure (7a) présente la contrainte de compression de tous les composites frittés à 560 [1]. La même valeur (74 MPa), tandis que la contrainte de compression ultime diminue de 219 MPa à 176 MPa lorsque la teneur en Fe augmente de 1% vol. à 5% vol.

La Figure (7b) montre que la limite d'élasticité de l'ensemble des composites frittés à 570 [1] a également la même valeur (82 MPa). Et la contrainte de compression finale diminue également de 231 MPa et 152 MPa lorsque la teneur en Fe augmente de 1% vol. À 5% vol.

L'augmentation de 83 MPa à 92 MPa lorsque la teneur en Fe augmente de 1% vol. à 5% vol., tandis que la contrainte de compression finale diminue à partir de 248 MPa à 162 MPa. En d'autres termes, quelle que soit la température de frittage, la résistance à la compression finale diminue avec l'augmentation de la teneur en Fe.

En comparant la Figure 7a-c, on peut voir qu'une étape de durcissement existe pour tous les composites, ce qui indique que les composites ont une capacité de déformation plastique. Comme le frittage d'augmentations de température de 560 à 580 [1] la ductilité des composite Al-1Fe, 3Fe et Al-Al-5Fe diminue, respectivement de 44% à 42%, de 37% à 33% et de 30% à 20%. La ductilité des composites diminue avec l'augmentation des teneurs en Fe. Quand la teneur en Fe des composites augmente de 1% en vol. De 5 vol.%, La ductilité diminue, respectivement de 14%, 22% et 22% lorsque les composites ont été frittées à 560, 570 et 580 [1].

Les résultats montrent que les composites frittés à 560 °C ont une meilleure ductilité que les matériaux composites frittés à 570 et 580 °C.

3.6. Discussion:

Des études antérieures [20, 21] ont montré que la résistance des composites augmente au fur et à mesure que la fraction en volume des renforts augmente. Cela est dû à deux raisons principales. Tout d'abord, la zone interfaciale entre la matrice et des particules augmente avec la fraction volumique des particules. Ainsi plus de charge peut être transformé à partir de la matrice de particules dures.

Deuxièmement, plusieurs dislocations peuvent être nucléés dans la matrice en raison de la différence de le coefficient de dilatation thermique entre la matrice et les renforts en augmentant la fraction volumique des particules [22, 23].

Dans ce travail, la limite d'élasticité reste presque constante, tandis que la résistance à la compression finale et de ductilité des composites diminuent avec l'augmentation de la fraction volumique des particules dures.

De la Figure (2-4), présente l'augmentation du contenu du Fe signifie que plus d'intermétallique à formation de particules dans la matrice l'Al, accompagné par plus de nucléation de microfissures et montrent aussi le nombre de pores entre la matrice et les particules intermétallique augmente avec l'augmentation de la fraction volumique intermétallique des particules. De plus, quand un composite subit chargement élastique, une fraction importante de contrainte est d'abord pris en charge par les renforts, et les composites subit une micro plastique rendement [24]. Micro plasticité se produit à des concentrations de contraintes dans la matrice et les pores des armatures ou aux angles vifs des renforcements [25]. La concentration de contrainte augmente avec l'augmentation de la contrainte appliquée. Ainsi, les particules commencent habituellement à se fracturer avant d'atteindre la résistance à la rupture des composites. Tous les facteurs mentionnés ci-dessus contribuent à la diminution des propriétés mécaniques des composites.

Fig. 2-4 montrer que la température de frittage a u effet important sur la microstructure et les propriétés mécaniques des composites. La figure 2 montre que la morphologie des renforts

dans les composites frittés à 560 °C avoir structure core-shell, y compris un noyau mou (Fe commercial pur) et un disque coquille intermétallique est formé par la réaction entre la matrice solide Al et le noyau du Fe. Quelques petites fissures dans les particules intermétalliques et des défauts peuvent être vus à l'interface entre l'intermétallique et les particules et la matrice d'Al (Fig. 2b, d et f). Quand la température de frittage s'élève à 570 ou 580 °C, la morphologie des renforts se modifie sensiblement, et l'intermétallique à particules sont les renforts dominantes dans la matrice Al, malgré l'existence d'une petite quantité de structure noyau-enveloppe à l'intérieur des particules de cluster intermétalliques. En d'autres termes, la température de frittage a des effets significatifs sur la formation des structures du noyau-enveloppe. Les expériences parallèles (non montrer ici) ont

indiqué qu'une température de frittage de 610 °C même pour seulement une heure dans les résultats de la formation de composés intermétalliques complets, au lieu de la structure noyau-enveloppe. Ainsi, une température de frittage comprise dans l'intervalle de 550 à 600 °C

devrait être favorisée pour former structure noyau-enveloppe. Le frittage à 600 °C formera l'intermétalliques en dessous de 550 °C laissera de nombreux pores dans la matrice. Il est à noter que le temps de frittage aussi a un effet significatif sur la formation de la structure noyau-enveloppe, en particulier l'épaisseur de la coque, car elle affecte significativement l'élément de diffusion. Lorsque le temps de frittage augmente, l'épaisseur de l'enveloppe augmente et la taille du noyau du Fe diminue en raison de l'inter diffusion de l'Al et le Fe. Si le temps de frittage est assez long, la structure noyau-enveloppe finira par changer à un stable intermétalliques. En outre, le nombre des microfissures au sein de l'intermétallique à des particules et des pores entre les particules intermétalliques et l'augmentation sensiblement de matrice d'Al (Fig. 3b, d et f). Cela pourrait être dû aux raisons suivantes. Tout d'abord, la diffusion déséquilibré entre les éléments Al et du Fe et la super-saturation dans la face avant de la matrice d'Al générerait des pores, un phénomène appelé l'effet Kirkendall [26 - 27]. De Kirkendall les pores se réunissent et se développent pour former des microfissures à la zone d'interface entre les particules intermétallique de l'Al et la matrice. Deuxièmement, formation des intermétalliques est toujours accompagnée d'un considérable changement du volume. Pour détendre la contrainte interne générée par le changement de volume, des pores ou des fissures seront donc nucléés. Troisièmement, les poudres de Fe regroupés apportent une contribution à la diminution de la densité du composite. En raison de la réaction solide entre l'Al et le Fe, des poudres de l'Al entouré par les poudres de Fe ont été consommés par les poudres de clusters du Fe, résultant dans la génération des pores.

En général, la température a un effet significatif sur l'élément de diffusion. Lorsque la température augmente, les atomes ont une plus grande probabilité statistique de l'actionner. Cependant, non seulement l'épaisseur de composés intermétalliques augmente en raison de l'augmentation de vitesse de diffusion, mais aussi les pores et les fissures de Kirkendall augmentent. En outre Le réaction exothermique entre les poudres Al et Fe peut aggraver ce phénomène. Tous ces facteurs mentionnés ci-dessus dans le résultat diminution de la densité des matériaux composites comme la température de frittage augmente de 560 à 580 °C et donc de diminuer l'ultime résistance à la compression et la ductilité des matériaux composites. Il convient de noter que les nouveaux composites conçus ont des limites d'application spécialement à la température la plus élevée. Au cours de la déformation, la contrainte appliquée à l'extérieur peut être transféré de la matrice Al doux pour la coquille intermétallique dur, quand la concentration de contrainte atteint une valeur critique, il y'a nucléation des fissures. Comme la longueur de la fissure est inhibée dans l'épaisseur de la coque, chaque fissure devient émoussée à la grande ductilité de la matrice et le noyau Al Fe.

Il est largement accepté que la fissure ne peut se propager une fois sa longueur atteint une valeur critique sous une certaine contrainte [28]. Cela signifie que la structure des renforts core-shell peuvent améliorer la ductilité de la matrice, étant donné que la longueur de la fissure est déterminée par l'épaisseur de la coquille intermétallique. En comparant la Fig. 7a-c, la ductilité des composites frittés à 560 °C a un avantage évident sur les autres. Cependant, les fissures sont sorties dans les particules intermétalliques et le faible liaison interfaciale entre les particules intermétalliques et la matrice d'Al contre l'effet de la structure core-shell. D'une part, les particules intermétalliques avec des fissures ne peut pas supporter la charge transférée de la matrice et empêcher ainsi l'augmentation de la force.

3.7. Conclusion :

Dans cet article, les composites à base d'Al renforcés par les composés intermétalliques Al-Fe ont été fabriqués avec succès par la technique de la métallurgie des poudres. Les conclusions comme les suivantes:

- ⇒ Les composites frittés à 560 °C ont des structures noyau-coquille renforts, qui peuvent apporter une contribution à l'amélioration de ductilité des matériaux composites, en limitant la longueur de la fissure à l'épaisseur de la coque lors de la déformation plastique.
- ⇒ La masse volumique des composites frittée à 560 °C augmente lorsque la teneur en Fe augmente de 1 % vol. à 5% vol., la densité des composites frittés à 570 et 580 °C a la valeur maximale lorsque la teneur en Fe est de 3% vol.
- ⇒ Comme la fraction volumique des renforts et frittage augmentent en fonction de la température, des fissures dans les intermétallique à particules et les pores à l'interface entre les intermétallique à particules et l'augmentation de la matrice Al. Ces deux raisons compte de la diminution de la résistance et la ductilité des composites.

**Article 4: ” A TiCx reinforced Fe (Al) matrix composite using in-situ reaction ”
” Un composite à matrice Fe (Al) renforcé par TiCx en utilisant la réaction in situ ”**

Auteurs : Xinhua Chen, Hong xiang Zhai , Wenjuan Wang , Shibo Li, Zhenying Huang

Revue : Progress in Natural Science: Materials International.

Année : 2013

4.1. Résumé :

Un nouveau matériau composite à matrice Fe renforcé par in situ par des grains TiCx a été préparé en utilisant le Fe et la poudre de Ti_3AlC_2 comme matériaux de départ. Plusieurs températures de pressage à chaud ont été jugées pour explorer le comportement de transformation de phase de Ti_3AlC_2 au TiCx. La Microstructure du produit pressé à chaud a été observée et analysée.

Un essai de traction a été réalisé pour le nouveau matériau composite, et la face de fracture a été analysée. Les résultats ont montré que Ti_3AlC_2 du départ a été complètement décomposée et transformée en grains submicroniques de TiCx à la température de pressage à chaud au-dessus de 1100 °C. La plupart des ions Al échappé de Ti_3AlC_2 ont été agrégées à la coupure de grain des grains de Fe, mais une petite quantité d'ions Al pourrait être absorbé par le Fe et forme le Fe (Al) autour de la surface d'alliage de grains Fe . Le matériau préparé présente une résistance à la traction plus élevée d'environ 660 MPa et une déformation uniforme d'environ 7 %.

4.2. L'objectif de ce travail :

- ↻ Etude de l'efficacité de diverses types de composite à base de Fe renforcé par les grains de (TiCx / Fe) à partir de Fe et Ti_3AlC_2 dans le but principal est d'étudier et contrôle la déformation.
- ↻ Pour optimiser l'augmentation de la résistance (résistance à l'usure, résistance à l'oxydation, résistance à la corrosion et des propriétés de résistance spécifiques).
- ↻ Pour évaluer l'effet des paramètres suivants sur le comportement en traction de composite renforcées par des grains (TiCx) :
 - (i) le taux du Fe/ Ti_3AlC_2
 - (ii) le type de composés intermétalliques.

4.3. Les procédures expérimentales :

Réduction des poudres de fer (purity 99.5 %, la taille 74 micrometres (Beijing Chemical Company) et la poudres Ti_3AlC_2 (purity 97%, la taille 4.834 micrometres, les détails peuvent être trouvés dans [29] ont été mélangés par fractions .Le volume de

Ti₃AlC₂ et 20% vol et 80%vol. Le mélange a été compacté dans un moule en graphite de moins de 10 mm, puis pressé à chaud (HP) à une température de 700°C à 1400 °C sous une pression de 30 MPa pendant 30 minutes dans une atmosphère d'Ar. Les analyses thermiques pour le système Fe-Ti₃AlC₂ ont été faites par analyse thermique différentielle (TG-DTA; STA 409 C131F, Allemagne). Les constitutions de phase des échantillons frittés ont été identifiés par une diffractométrie aux rayons X (XRD) avec rayonnement Cu K α (D / max2200PC, Rigaku Corporation, Japon). Les paramètres de maille et tailles des cristallites des échantillons ont été calculés par affinement de Rietveld avec les spectres XRD, en utilisant le logiciel [30]. Micrographie des échantillons frittés ont été observés par un microscope électronique à balayage (MEB, JSM-6460, Japon) équipé d'une spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS). Les observations METHR ont été réalisées dans un JEM-2010 de haute résolution avec une résolution de points de 0,914 nm sous 200 kV. La résistance à la traction a été testée dans (CMT4105, Allemagne) sous une vitesse de traverse de 0,5 mm / min.

Basé sur la norme ISO 6892: 1998, des spécimens de poutres en I avec largeur de 4 mm, épaisseur de 3 mm, la longueur initiale entre repères de 15 mm et la longueur de l'extensomètre de 10 mm ont été utilisés pour l'essai de traction.

4.4. Résultats et discussion :

La figure 1 montre les spectres de diffraction des rayons X des matériaux de départ comme-mixtes et le produit pressé à chaud à 700 °C, 1100 °C et 1300 °C. Il peut être trouvé qu'il y avait évidente transformation de phase se produisant avec le changement de la température de pressage à chaud. En comparant avec les matières premières, deux nouvelles phases sont générées, TiCx et Al, ont été détectés à 700 °C. Lorsque la température a augmenté à 1100 °C, les pics de diffraction de TiCx devenus distincte, et en outre jusqu'à 1300 °C, les pics de diffraction des phases de Ti₃AlC₂ et Al totalement disparu, tandis que les pics de diffraction de TiCx sont devenus plus distincts.

D'autre part, on a vu que les pics de diffraction de Fe ont été déplacés vers l'angle de diffraction réduit.

Par exemple, l'angle de diffraction correspondant au plan (110) de Fe 0,3981 réduite dans le cas de 1300 °C par rapport à celle du Fe pur. Les évidences ci-dessus indiquent que Ti₃AlC₂ a été partiellement décomposé et les grains TiCx sont initialement générés à environ 700°C. Lorsque la température a été augmentée jusqu'à 1100 °C, la phase Ti₃AlC₂ entièrement décomposé, et la phase TiCx a été complètement formé. L'augmentation de la température en outre à 1300 °C, il n'y avait que deux phases, TiCx et Fe (Al), qui existe dans le produit à chaud, et aucune autre nouvelle phase n'apparus.

D'autre part, même si la température est inférieure au point de fusion du Fe pur, une petite quantité de Fe (Al) phase formée autour des surfaces des particules de Fe en raison de la fusion des ions Al diffus échappé de Ti₃AlC₂. Avec l'augmentation de la température, Ti₃AlC₂ entièrement décomposé, plusieurs ions Al diffusés sur les

surfaces des particules de Fe, plus de quantité de Fe (Al) peuvent être formés de phase, et donc des pics de diffraction de Fe déviation sont apparus plus apparente.

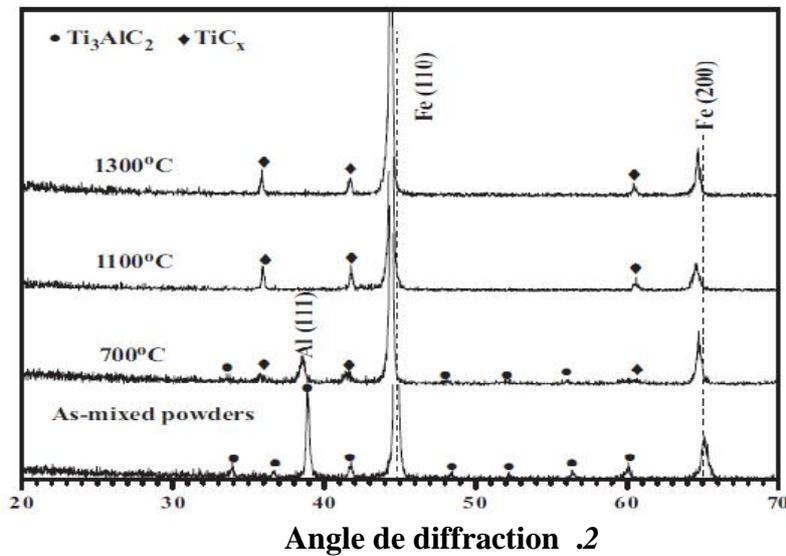


Figure 1: Spectre de XRD après HP à 700 °C- 1300 °C sous 30 MPa pendant 30 min.

La figure 2 montre une distribution des éléments contenus dans le produit pressé à chaud à 1300 °C de surface, où la couleur verte, la couleur rouge et le bleu sont pour l'élément Al, Ti élément et l'élément Fe. On peut observer que la plupart des ions Al ont échappé à la particule initiale de Ti_3AlC_2 , et de diffuser uniformément dans tout l'espace. Toutefois, il convient de noter que les ions Al associés principalement à l'interface des particules de Fe.

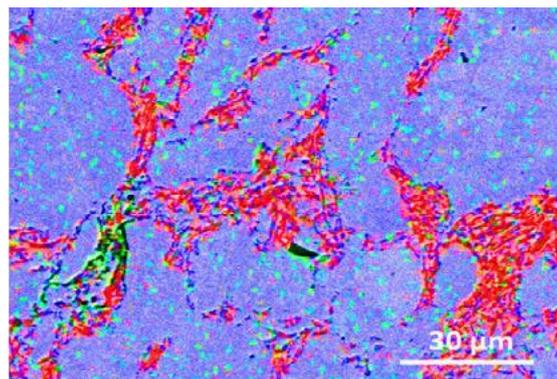


Figure 2 : Répartition élément dans le produit pressé à chaud à 1300 °C, et des taches rouges reposer pendant la distribution Ti , les verts pour Al et les bleus pour Fe .

La figure 3 montre une image typique de l'ESB du produit pressé à chaud à 1300 °C pendant 30 min sous 30 MPa.

Dans la Figure (3) les zones sombres sont des grains TiC_x et les régions grises sont Fe (Al) alliage selon l'analyse EDS. Il peut être observé que les particules initiales de Ti_3AlC_2 ont été brisées dans une grande quantité de petits grains TiC_x , si les grains ne sont pas complètement disjoints, mais regroupés dans une région délimitée par le contour de la particule initiale de Ti_3AlC_2 . Les particules Fe ont été conglutinante les uns des autres et les grains TiC_x , et aucun n'espace de pores évidente ou une interface dissocié entre les grains et les particules TiC_x Fe a été trouvé.

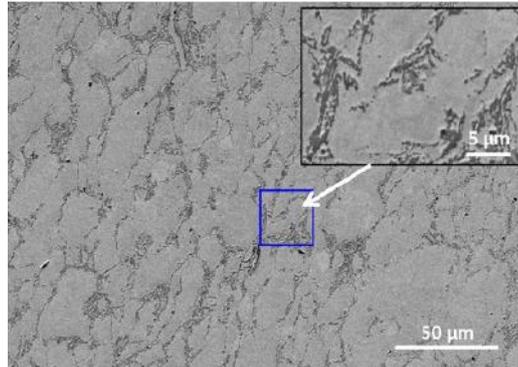


Figure 3 : Images ESB typiques de surface polies des échantillons frittés à 1300 ° C sous 30 MPa for 30 min.

La figure (4) présente une image de la limite des grains entre les grains TiC_x et la matrice d'alliage Fe (Al). Elle montre que la limite de phase est claire et aucune phase d'interface ne peut être trouvée. La relation d'orientation entre Fe et TiC_x a été déterminée comme étant le plan (110) Fe parallèle plan(210) de TiC_x , l'orientation de cristal TiC_x est normal au plan.

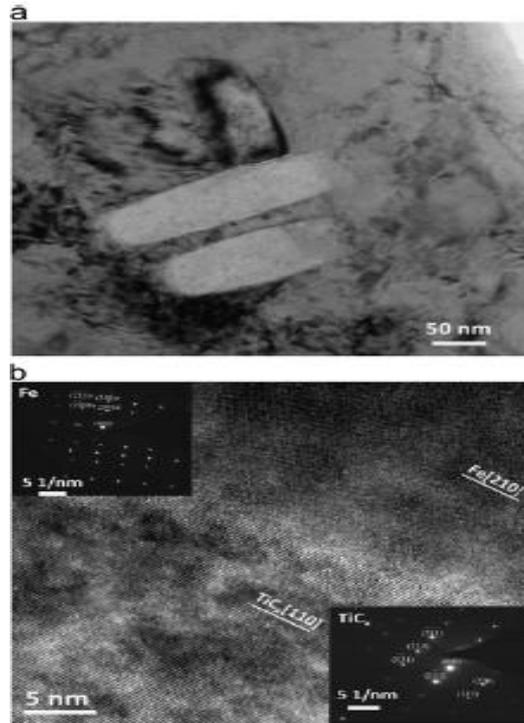


Figure 4: (a) : Bright champ image TEM de l'échantillon après pressage à chaud à 1300 °C sous 30MPa pendant 30 min. Figure. 4 (b) : image de l'échantillon HRTEM à 1300 °C fritté sous 30MPa pendant 30min.

Ces preuves indiquent que les particules à partir Ti_3AlC_2 ont un effet de transfert en grains TiC_x , et l'interface claire suggère qu'il devrait y avoir une interface-de liaison chimique entre les grains et la matrice d'alliage Fe (Al). En ce qui concerne la formation de la forme en forme de plaque ainsi que le comportement d'agrégation des grains TiC_x , il est probablement lié à des effets génétiques dans la structure lamellaire spécifique de cellule à cristaux Ti_3AlC_2 ainsi que la configuration initiale des particules de départ Ti_3AlC_2 . D'autres investigations sont nécessaires. Le mécanisme détaillé de l'interface et la détermination de la valeur d'indice C.

La figure 5 représente la caractéristique courbe contrainte-déformation du composite $TiC_x / Fe (Al)$. Les photographies optiques de l'échantillon en traction avant et après l'essai de traction.

Effort (MPa)

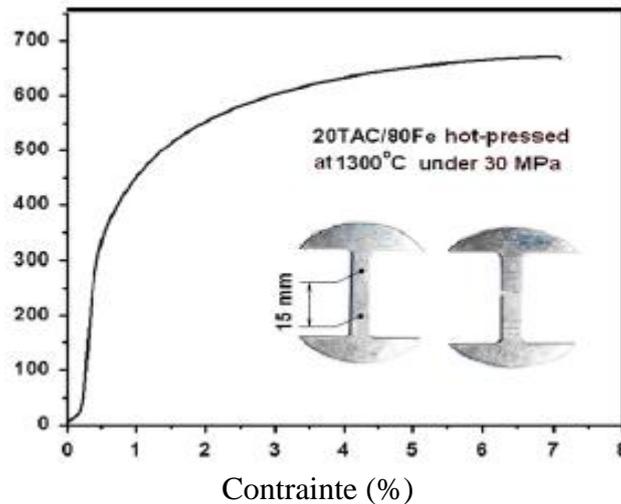


Figure 5: Courbe contrainte-déformation typique de l'échantillon à 1300 C / 30 MPa pendant 30 min.

Puis on peut observer que l'échantillon présentait une plus grande résistance à la rupture d'environ 660 MPa et une déformation maximale d'environ 7% à la température ambiante. D'autres échantillons de traction ont montré le comportement contrainte-déformation similaire. Il est intéressant de noter que, l'échantillon n'est pas apparu un phénomène d'étranglement près de la région de l'échec de rupture, que celui apparu dans un matériau ductile, même si à l'état de la plus grande déformation de 7%. Un tel phénomène présentait une capacité de déformation uniforme rare du composite TiC_x / Fe (Al) [31-32].

La figure 6 (a) et (b) présentes un fractographie typique de l'échantillon à la traction et une vue agrandie local. Les grains sont bien visibles TiC_x dans les fossettes vérifiées à nouveau l'existante de grains TiC_x, et exposés leur forme et leur taille. On a vu que la plupart des cupules de TiC_x et les trous résiduels sur la surface de rupture montre la face plane de grains TiC_x d'être perpendiculaire à la direction de la traction. Cela donne à penser que la liaison d'interface entre les grains et la matrice TiC_x est plus faible dans la direction axiale que le bord de la plaque comme grain TiC_x, de sorte qu'ils sont plus faciles à être décollée dans la direction axiale. D'autre part, on peut également constater que bien qu'il n'y ait pas un phénomène de striction macroscopique près de la région de rupture, la matrice de Fe (Al) a présenté effectivement une caractéristique de la fracture ductile une plus grande quantité de fossettes et déchirement de nervures. C' est pourquoi le matériau TiC_x / Fe (Al) a une capacité de déformation uniforme peu ordinaire à la température ambiante.

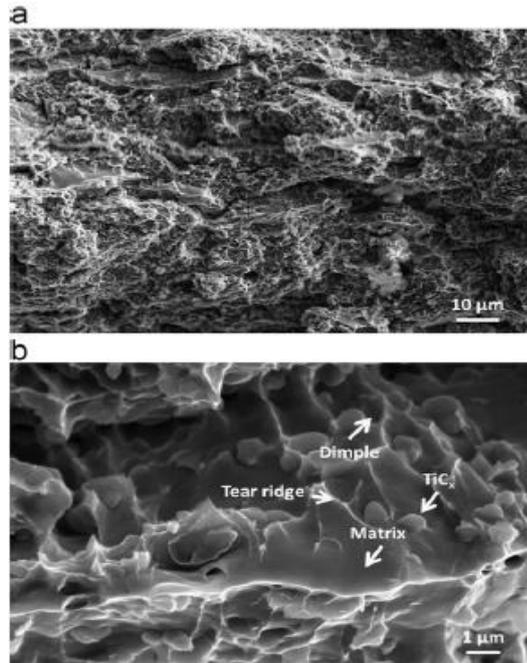


Figure 6: Surfaces de rupture typiques du composites TiCx / Fe (Al) échantillons après des essais de traction.

4.5. Conclusions :

- ⇒ Fe - Al matrice composite renforcé par la taille nanométrique de TiCx peut être préparé en utilisant Fe et Ti_3AlC_2 poudres comme matériaux de départ à une température de pressage à chaud appropriée.
- ⇒ Ti_3AlC_2 est entièrement décomposé et transformé en grains TiCx, tandis que les ions Al échappés de Ti_3AlC_2 est uniformément diffusé dans tout l'espace, à la température de pressage à chaud de 1300 °C.
- ⇒ La plupart des ions Al à la limite des grains de Fe, mais une petite quantité d'ions Al pourrait être absorbé par Fe et formé de Fe (Al) autour de la surface d'alliage de grains Fe
- ⇒ Le composite TiCx / Fe (Al) présente une résistance à la traction plus élevée et une capacité de déformation ordinaire uniforme.

- **1. Procédé SHS :**

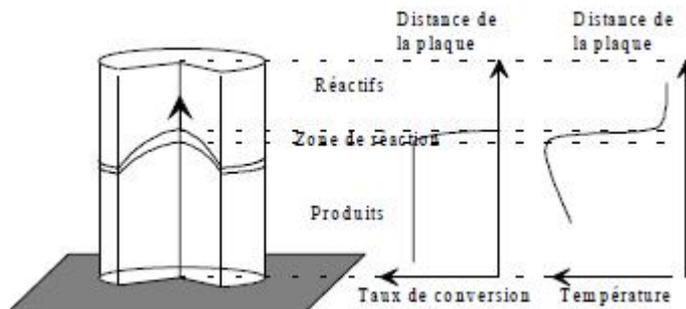
La synthèse par combustion auto-propagée à haute température (self propagating High – température synthesis) est une réaction de combustion qui se produit dans certains mélanges de poudres comprimés et portés à une température favorable au déclenchement d’une réaction chimique de synthèse entre les éléments en présence.

- **1.1. Définition : Le procédé SHS** (Self-propagating High temperature Synthesis) est une méthode de synthèse rapide représentant une alternative intéressante pour la production de certains composés, notamment réfractaires. La méthode consiste à amorcer la réaction par un chauffage local d’un mélange de poudres éventuellement compacté. La réaction a lieu avec dégagement de chaleur qui augmente considérablement la température au voisinage de la zone réactionnelle et enclenche de nouveau la réaction. Cette dernière se propage alors sous forme de front de combustion avec consommation rapide des réactifs initiaux et formation d’un ou plusieurs produits. La réaction est souvent assistée d’une pression extérieure qui améliore la densification.

- **1.2. Le principe du procédé SHS**

(Acronyme anglo-saxon pour Self propagating High-temperature Synthesis), nom le plus souvent donné au procédé) est connu depuis longtemps. Une réaction de type SHS consiste à mélanger intimement les réactifs (généralement sous forme de poudres), éventuellement à les compacter, puis à amorcer la réaction par un apport brutal et local d’énergie. Du fait de son caractère fortement exothermique, la réaction se propage jusqu’à consommation complète des réactifs (figure 1).

⇒ Il existe donc une analogie avec la description de la combustion classique, la différence la plus sensible étant la nature solide du produit final. C’est la valeur ajoutée de ce produit, et non la production de chaleur, qui justifie la réaction. Le procédé est d’ailleurs souvent appelé "synthèse par combustion" (combustion synthesis) et parfois "flamme solide" (solid flame).



⇒ **Figure 1:** schéma de la propagation d'une réaction de type SHS et profils du taux de conversion des réactifs et de la température.

Trois types de propagations ont été recensés expérimentalement (figure 2). Dans les cas du carbure de titane, la propagation du front de réaction est stable, c'est à dire que la vitesse d'avancée est constante, quelles que soient les valeurs choisies des paramètres (taux de compaction, diamètre des poudres, etc.). Pour d'autres réactions (comme $\text{Si} + \text{C} \rightarrow \text{SiC}$), la propagation est pulsée. Enfin il existe un troisième mode de propagation, dit de type spin, qui se caractérise par la propagation hélicoïdale d'un point chaud en surface de l'échantillon. Un tel type de propagation est plutôt constaté pour des réactions faisant intervenir la phase gaz (nitruration, oxydation, hydruration), donnant à la surface un rôle

privilegié, mais a cependant été observé dans des réactions solidesolide [1]. Ce troisième mode existe également sous une forme multiple, où plusieurs points chauds se propagent simultanément en surface [2].

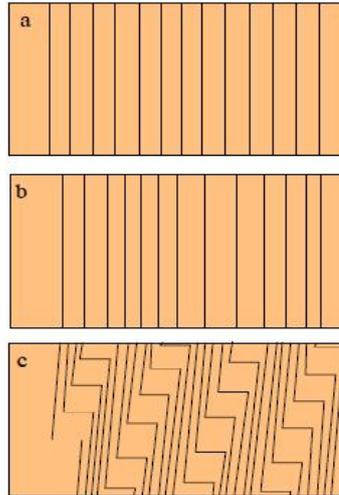


Figure 1.2 : Position du front de réaction à intervalles de temps réguliers pour les différents types de propagation : (a) propagation stable ; (b) propagation pulsée ; (c) propagation dite de type spin

2. Méthode de SHS :

2.1. Systèmes de démarrage de la synthèse par combustion SHS (Self Propagating High Temperature Synthesis) :

1.1. Les Réactifs de départ et leur morphologie :

SHS peut être effectuée dans les poudres fines, films minces, les liquides et les gaz.

Les plus populaires sont :

- mélanges en poudre (en vrac ou granulés).

- Poudre (pastille) - systèmes à gaz.

SHS peut également être effectuée en :

- poudre-liquide des systèmes.

-Suspensions à gaz.

- les systèmes de couches.

- les systèmes gaz-gaz.

A partir morphologie de l'échantillon doit favoriser une réaction chimique.

Mélange vert peut brûler dans :

- vide

- en plein air

-gaz inerte ou réactive.

3. Le processus de la SHS et sa caractérisation :

3.1. Combustion dans des procédés SHS (également appelée flamme solide ou solide-flamme de combustion) :

Pour les systèmes de SHS, les plus populaires sont les modes suivants de combustion:

- Combustion sans gaz (dans les mélanges de poudre avec dégagement peu de gaz ou pas)

-infiltration assistée par combustion (dans les systèmes solide-gaz avec un gaz réactif)

- Filtration contrôlée par combustion dans des procédés SHS

- L'effet Aldushin-Seplyarskii

-Les multiphase de combustion dans les systèmes multi-composants (départ ou nouvellement créées)

3.2.

Initiation

Réaction est normalement initiée à partir de la surface de l'échantillon avec un flux thermique (fil chauffé, par étincelle électrique, faisceau laser, etc.).

Après l'initiation de la réaction, le produit dans le mode d'auto-propagation. La durée de chauffage est nettement plus courte que le temps de réaction (combustion). Dans certains cas (par exemple, réactions à bas caloriques), la réaction peut être déclenchée par chauffage dans un four et réalisé dans le mode d'explosion thermique.

3.3. Les modes de propagation du front de combustion :

Dans le cas le plus simple et le plus important de la propagation stable (photoregistrogram de la combustion est fixe), tous les points d'ondes se déplacent à une vitesse constante et identique. Lorsque la stabilité est rompu, le système peut subir :

- auto oscillations planes de la vitesse du front de combustion pulsatile ;
- la localisation de réaction dans une ou plusieurs des points chauds qui se déplacent le long de la trajectoire en spirale (ondes de filage) ;
- Le mouvement chaotique de nombreux points chauds (chaotiques flammes solides). En cas de fortes pertes de chaleur (échantillon à petit diamètre, à basse température adiabatique), la propagation des ondes n'est pas soutenue.

3.4. Avant l'onde de chaleur et après le processus de la SHS :

En plus de dégagement de chaleur, une réaction chimique dans l'onde de combustion donne lieu à un certain nombre de processus physico-chimiques. L'onde de combustion est augmentée et constitué de plusieurs zones :

- la chaleur affectée, ou préflame, zone (également zone de chauffage)
- zone de réaction
- zone de post-combustion

-la zone de l'enseignement secondaire (ou post-) processus (refroidissement et la formation des structures dans les produits de réaction). L'onde de combustion est une zone de multiplication des réactions chimiques. La face avant est une surface imaginaire qui sépare les zones affectées par la chaleur et la réaction. Propagation de l'onde de combustion est la première étape de SHS.

-Les transformations physico-chimiques secondaires font la deuxième étape de la SHS.

-Température d'inflammation 800-1200 K

-Dans cette perspective, la SHS peut être considérée comme un processus chimique extrême.

4. Les produits de la SHS :

4.1. La Morphologie et la structure macroscopique

Solides produits SHS peut apparaître sous la forme de poudres, de conglomerats de particules, mousses, gâteaux, lingots, des films, des moustaches, des fibres, et des cristaux. Le poids de lot dépend de la charge et du type de processus. En cas de mélanges pré mélanges verts, la macrostructure du produit est normalement uniforme. Pour les systèmes gaz-solide, la composition du produit peut être différente sur la section transversale de l'échantillon. Dans certains cas, la macrostructure produit est intentionnellement non uniforme, par exemple, multicouches et matériaux à gradient fonctionnel.

4.2. La composition du produit

La composition chimique et la phase de produit de combustion dépend de la composition

verte, taux de conversion, et les conditions de refroidissement. Contamination du produit dépend non seulement de la pureté des réactifs de départ, mais aussi de la mesure de l'auto-purification lors de la combustion. Produits synthétisés dans des conditions optimisées présentent une faible teneur en composants n'ayant pas réagi et des contaminants.

4.3. La microstructure des produits

SHS produits ont normalement une structure polycristalline avec une taille de grain de 1-5 mm. SHS peuvent également produire nanophase, produits amorphes ou à grains grossiers. La granulométrie dépend de la vitesse de refroidissement et de la cinétique de cristallisation et recristallisation. La porosité des gammes de produits entre zéro (compacts matériaux) et 90-95% (mousses).

5. La recherche en SHS

5.1. Les trois niveaux de diagnostics expérimentaux

Niveau I: Phénoménologie

Détecter un mode de propagation de l'onde (fixe, animée, filage) et la mesure des paramètres facilement mesurables suivants:

- Température et vitesse de combustion et la combustion (pour la combustion régulière)
- combustion moyenne fréquence et la vitesse de pulsation (pour la combustion instationnaire)
- la vitesse moyenne et la vitesse de gravure hot spot (pour la filature à combustion)
- composition chimique de la phase de produits finis.

Les techniques expérimentales: photos motions et l'enregistrement vidéo, thermomètres, pyrométrie, analyse chimique, diffraction des rayons X, métallographie.

Niveau II: Structure de la zone de l'onde de combustion et techniques expérimentales

la thermographie est résolue en temps pyrométrie. Les profils de température obtenus font la lumière sur le mécanisme de transformations physico-chimiques à l'intérieur et la structure de l'onde de combustion ou de chaleur

Niveau III: Mécanisme et la dynamique des phases / structure des transformations derrière le front de combustion et techniques expérimentales

- Temps résolu de diffraction des rayons X. Par exemple: résolution temporelle des diagrammes de diffraction des rayons X pour le système Ni-Al;
- Trempe (arrêter) la propagation des ondes.

6.. Les moyens de contrôle

Objectif de travail:

Le contrôle

- vitesse de combustion, la température de combustion, et l'étendue de la conversion
 - la composition, la structure et les propriétés des produits de la SHS
- Modes de contrôle:
- Les paramètres écologiques (composition de la charge, la taille des particules, la densité, le volume de charge, la température initiale, le type et la quantité d'additifs et de charges, etc...)
 - les conditions de combustion (composition et la pression des gaz ambiants, les influences extérieures).

7. Les applications de la SHS:

7.1. Produits de la SHS

Les produits de la SHS trouvent leur application dans la construction mécanique, la

métallurgie, l'industrie chimique, génie électrique et électronique, l'industrie aérospatiale, industrie du bâtiment, etc... , produits de la SHS sont également utilisés en médecine.

- Matériaux à mémoire de forme SHS pour une utilisation en chirurgie,
- Implants SHS,

Instruments scientifiques des expériences spatiales

- Première expérience en microgravité de la SHS

- La formation du produit de combustion dans le système NiO-Ni-Al

7.3. Efficacité de la SHS

Le rapport coût-efficacité de la SHS est normalement associée à :

- (1) l'utilisation de la chaleur de réaction à la place de l'énergie électrique ;
- (2) la température de combustion élevée et la vitesse de combustion ;
- (3) la simplicité des installations ;
- (4) de haute qualité des produits ;

- La cinétique de frittage de poudres Si_3N_4 ,
- AlN le conducteur de chaleur.

SHS est souvent un processus matériel d'économie. Il peut également être utilisé pour plusieurs formes de production de pièces de machines finies. Un inconvénient est une gamme limitée de réactifs peu coûteux et accessible qui réagissent avec un dégagement de chaleur suffisant.

8. Histoire et l'état de l'art :

8.1. Découverte

SHS naturellement volé hors de la découverte du phénomène de la flamme solide. Cette découverte (officiellement nommé «Le phénomène de la localisation vague de réactions Autoretarding Solid-State») a été faite en 1967 par AG Merzhanov, IP Borovinskaya, et V.M. Shkiro au Centre de recherche de l'Académie des sciences d'URSS (canton de Chernogolovka, à 30 miles au nord-est de Moscou).

Le document de toute première auto-propagation synthèse à haute température. La découverte a été faite lors d'une recherche d'un modèle de la combustion soit-disant sans gaz (fer-aluminium aluminothermique avec l'alumine ajoutée comme ballast). Un autre axe de cette recherche été la synthèse du acetylenides cuivre et d'argent qui pourraient être attendus pour brûler sans dégagement de gaz.

De l'avis de l'auteur, les précurseurs de la SHS sont Beketov-Goldschmidt dans le four de métallothermie et la théorie de Semenov-Zel'dovich combustion.

1. Matières premières et techniques expérimentales:

Le présent chapitre est consacré à la pratique, nous y appliquons la méthode SHS et ETE. pour cela ,nous utiliserons des produit chimiques (Fe(Co), et d'aluminium Al, Si, titane Ti, C(graphite), la pompe à vide, le poste à soudure, la balance, et la chambre de SHS(système de production de poudre),machine du polissage mécanique manuelle à deux disque , la presse (matrice cylindrique Ø13),générateur de courant de 6000 A,). Pour produire les aluminures de fer et de titane et de carbone des mélanges (teneure Fe%) et ont été préparés et homogénéisés dans un turbulent pendant 30 minutes.

1.1. Les poudres utilisent :

1.2. Cobalt :

1.2.1. Identification du produit :

- Nom du produit chimique : cobalt.
- Formule chimique : Co.
- Usage du produit : produit chimique de laboratoire.
- Nom et adresse du fabricant : caledon laboratoires Ltd. 40 Armstrong avenue georgetown, Ontario L7G 4R9.

1.2.2. Caractéristiques :

- Chimiques :le cobalt est un métal gris, brillant et ferromagnétique. Il ne réagit ni avec l'eau, ni avec l'air à température ambiante. Les sels de cobalt forment des complexes et sont des oxydants.

1.2.3. Utilisation industrielles et médicales :

- La principale utilisation du cobalt à l'heure actuelle est dans les domaines du type médical (radiothérapie, Alliage prothèse dentaire), et industriel (stérilisation de matériel, les pièces de moteur d'avion, comme les pales et les déflecteurs de turbine.
- Dans les [alliages](#) :
- Les [superalliages](#), pour certaines pièces dans les [turbines](#) à gaz.
- Les alliages résistants à la corrosion et l'usure, dont les stellites, utilisés entre autre pour fabriquer des outils de coupe et pour le surfaçage de renfort.
- Utilisé sous forme de poudre comme agent liant pour les métaux durs, et en recherche (métrologie et irradiation).

1.3. Fer :

1.3.1. Identification du produit :

- Nom du produit chimique : fer.
- Formule chimique : Fe.
- Couleur : Gris.
- Date de la découverte : les preuves de l'utilisation du fer remontent à 8000 ans av J.C. et on le rencontre plus généralement vers 4000 av J-C chez les égyptiens et les sumériens.
- Usage du produit : produit chimique de laboratoire.
- C'est le [métal](#) et le matériau [ferromagnétique](#) le plus courant dans la vie quotidienne, sous forme pure ou d'[alliages](#).

1.3.2. Principales utilisations :

Le fer est largement utilisé dans la technologie et l'industrie généralement sous forme d'acier. On le trouve dans la construction métallique (sous forme de barres dans les charpentes ou d'armatures dans le béton armé), dans l'outillage, dans la construction automobile (carrosserie de voiture).

1.3.3. Quelques métiers liés à ce métal :

- **Métallurgiste** : il dirige l'ensemble des procédés et des techniques d'extraction, d'élaboration, de formage et de traitement des métaux et alliages.

1.4. L'aluminium :

1.4.1. Identification du produit :

- Nom du produit chimique : l'aluminium.
- Formule chimique : Al
- Date de la découverte : l'aluminium est isolé en 1827 par le chimiste allemand Friedrich Wöhler. En 1854, le chimiste français Henri Sainte Claire Deville invente un procédé de fabrication de l'aluminium à partir de son minerai.

1.4.2. Caractéristiques :

- Apparence : Poudre/ Couleur blanc-gris argenté.
- Il est très léger, mais ductile et malléable et aussi résistant que l'acier. Il est aussi très conducteur de l'électricité et de très grande longévité. Usinage facile, Haute résistance à la corrosion, facile à fraiser, percer, couper, cintrer, souder, liaisonner, fondre...
- Comportement à l'air : l'aluminium s'altère peu à l'air. En effet, quand il est à l'air, il se recouvre d'une fine couche de quelques micromètres d'alumine (oxyde d'aluminium) qui est imperméable et sert donc à le protéger.
- Masse volumique : l'aluminium est un métal peu dense soit $2,7\text{g/cm}^3$
- Température de fusion : 660°C

1.4.3. Principales utilisations :

L'aluminium est le métal le plus utilisé après le fer grâce à sa légèreté et sa bonne conductivité électrique et thermique. Il est utilisé dans les transports (avions, wagons de chemin de fer, automobiles), dans l'industrie électrique (pour des conducteurs qui servent à transporter l'électricité), dans le bâtiment (fenêtres, portes, portails et vérandas), dans l'architecture ornementale, dans les ustensiles ménagers (casseroles, couverts...), dans l'emballage (papier aluminium, canettes). Principaux alliages : ses principaux alliages sont formés avec le cuivre, le magnésium, le manganèse et le silicium (Alpax).

1.5. Le silicium : est un élément chimique de la famille des cristallogènes, de symbole **Si** et de numéro atomique 14.

1.6. Le carbure de titane : symbole **Ti** est le matériau le plus cité dans toute la littérature du procédé SHS.

1.2. La balance :

Nous avons pesé les produits de la réaction de départ

$TiO_2 + Al + C + x \% Fe$ avant synthèse combustion comme suit :

TiO_2	62.5%	1.25g	+	Al	28.12%	0.56g	+	C	9.37%	0.18g	+	Fe Co	(10%)	(0.2g)
TiO_2	62.5%	1.25g	+	Al	28.12%	0.56g	+	C	9.37%	0.18g	+	Fe Co	(20%)	(0.4g)
TiO_2	62.5%	1.25g	+	Al	28.12%	0.56g	+	C	9.37%	0.18g	+	Fe Co	(30%)	(0.6g)
TiO_2	62.5%	1.25g	+	Al	28.12%	0.56g	+	C	9.37%	0.18g	+	Fe Co	(40%)	(0.8g)
SiO_2	55.55%	3.33g	+	Al	33.33%	1.99g	+	C	11.11%	0.66g	+	Co	(10%)	(0.6g)
SiO_2	55.55%	3.33g	+	Al	33.33%	1.99g	+	C	11.11%	0.66g	+	Co	(20%)	(1.2g)
SiO_2	55.55%	3.33g	+	Al	33.33%	1.99g	+	C	11.11%	0.66g	+	Co	(30%)	(1.8g)
SiO_2	55.55%	3.33g	+	Al	33.33%	1.99g	+	C	11.11%	0.66g	+	Co	(40%)	(2.4g)



Figure 1.1: Balance de type KERN

1.3. Le broyeur a billes :

La chambre des broyeurs à billes agités est généralement une cuve cylindrique, au centre de laquelle se trouve un agitateur de géométrie variable, formé soit d'hélices, d'anneaux, de disque pleins, crantés ou troués. La paroi interne de la chambre de broyage peut également comporter des chicanes. A la figure 1.2 est schématisé un broyeur à billes agité de laboratoire (Drais perl Mill PML V/H). Sur ce dispositif, l'agitateur est composé de quatre disques perforés montés sur un arbre d'agitation et la chambre est dépourvue de chicanes. Grace à un jeu de poulies, plusieurs vitesses de rotation sont possibles entre 2000 et 4000 tr/min. L'agitateur met un mouvement des billes de broyage qui occupent entre 70 et 85% du volume apparent de la chambre de broyage ainsi que la suspension à traiter. Les billes de broyage peuvent être en verre, en alumine ou en céramique.



Figure1.2: Broyeur planétaire à billes

1.4. La pompe à vide :

L'utilisation du vide industriel est de plus en plus répandue dans l'industrie en général et plus particulièrement dans les industries de procédés tels que la chimie. Que ce soit en laboratoire, au niveau d'un processus pilote ou de procédé en grandeur réelle en continu, en batch ou encore en péri-processus, les applications du vide sont nombreuses distillation, concentration, condensation, extraction, polymérisation, désodorisation, mélange, transe-estérification, dégazage, imprégnation, aspiration, séchage, emballage la pompe à vide suer la figure (1.3).



Figure1.3 : Pompe à vide.

1.5. Le poste à souder :

Le poste à souder est un transformateur électrique alimenté par un réseau en courant (220 volts ou 380volts monophasé). Il fournit un courant de voltage plus faible (45 à50 volts) mais avec une fort intensité (100 à170A). L'une des bornes du poste est reliée à la pièce à souder par la pince de masse. L'autre est constituée d'une électrode fixée sur le porte- électrode. Le poste à souder sur la figure(1.4).



Figure1.4 : poste à souder avec une intensité de soudage maximale de 400Ampère.

1.6. La chambre de SHS (système de production des poudres) :

On appelle réacteur tout appareillage permettant de réaliser une réaction chimique ou biochimique, Néanmoins, cette appellation est limitée aux cas où la transformation (ou conversion) est effectuée dans le but de produire une ou plusieurs espèces chimique déterminées ou d'éliminer d'un mélange un ou plusieurs composé. Par contre, cette définition exclut les systèmes qui réalisent une ou réaction chimique a d'autres fins, par exemple la production d'énergie.

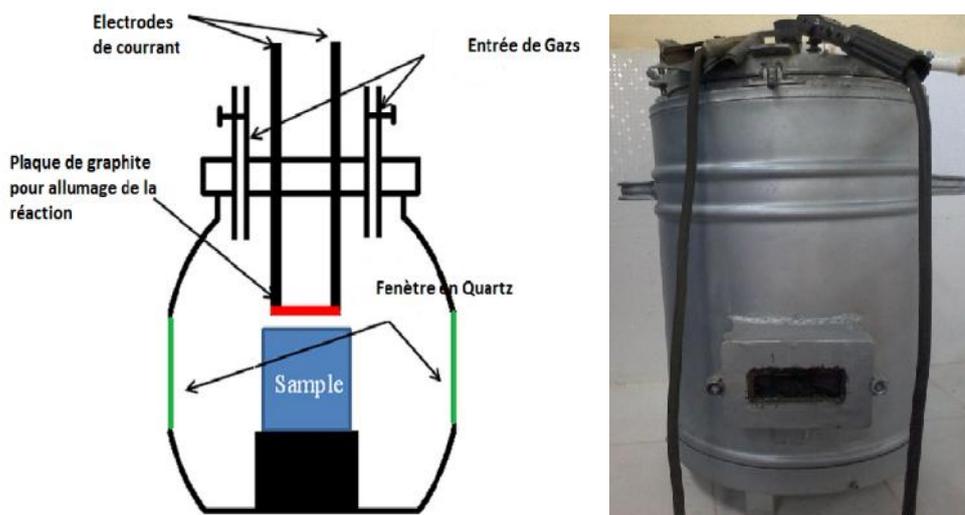


Figure1.5 : Représentation schématique de la chambre SHS.

1.7. La diffraction des rayons X (DRX) :

Complément indispensable de l'analyse chimique élémentaire dans le cadre des les identifications de composé, la diffraction X permet la caractérisation fine des matériaux cristallise massifs ou sous forme de poudre métaux minéraux céramiques, composé pharmaceutique, complexes organométallique mâtereaux métallo-organique.

1.7.1. Définition de Rx :

On appelle rayon X les radiations électromagnétique comprise entre 0.1 et 50 Å environ (les radiations électromagnétique peuvent avoir une longueur d'onde variant entre 0.001 Å et plusieurs kilomètre). ces limites ne sont pas précises et les rayons sont, en fait, plutôt définis par leur mode de production. ils sont émis par le bombardement de la surface d'un solide par de rayon cathodique qui sont des faisceaux d'électrons accélérer par des tension variant entre 10³ et 10⁶ V. le domaine de rayon X est limité des cotes des grande longueur d'onde car l'absorption de rayon X par la matière augmente proportionnellement la longueur d'onde . Ainsi ces rayons, dits rayons mous, deviennent très difficile à utiliser et à très haut tension deviennent nécessaire a la production de rayon X.

Appelés rayon dur. La limitation est donc des aux difficultés technique de réalisation .le domaine de rayon X recouvre celui des rayons gamma, qui sont dits radiation électromagnétique émise par certain atome radio actif .il y a bien entendu, une grand différence dans la production de rayon gamma et de rayon X. l'émission de rayon gamma est faite depuis le noyau de l'atome tandis que le rayon Xx viennent des processus qui ce produise dans les orbitale des électrons.

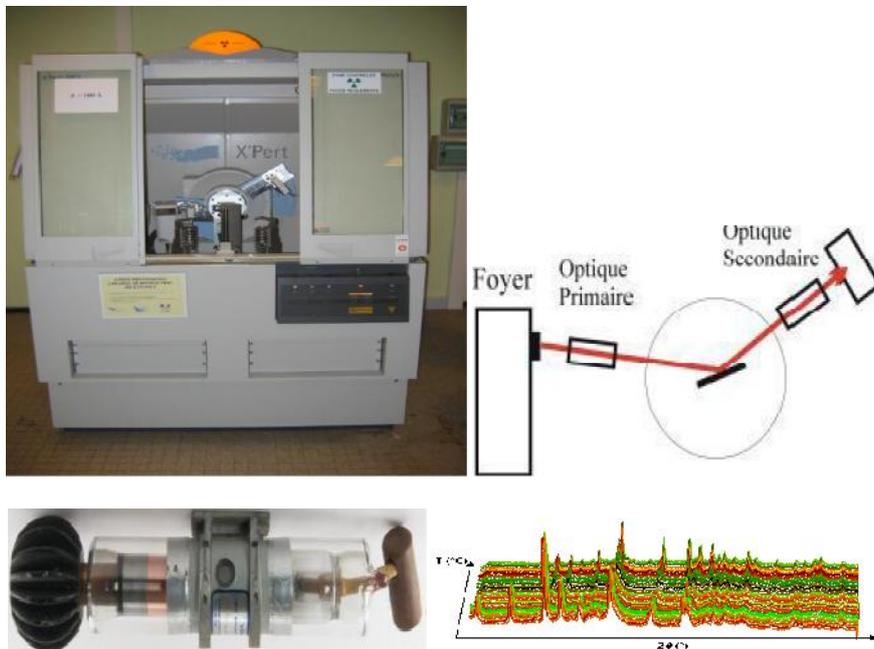


Figure 1.6 : Diffractomètre de marque Philips.

1.7.2. L'application de la diffraction de rayons RX :

La diffraction de rayon x des composés réduits en poudre est utilisée couramment pour la caractérisation de solide, en voici des exemples d'utilisations assez courantes de la diffraction X sur poudre :

- mise en évidence de caractère cristallin (structure périodique). Ou amorphe (structure désordonnée).
- identification d'une phase cristalline :
 - ⇒ comparaison entre des composés isoformulaires mais de structure différente.
 - ⇒ Situation dans une série d'isoformes (structure type rutile pérovskites, spinelle).
- mise en évidence de distorsions cristallographiques :
 - ⇒ Effets de taille des ions.
 - ⇒ Effet de température.

1.7.3. Production de rayons X :

En pratique, on utilise deux sources de rayons X en spectrométrie de fluorescence X

- ⇒ **les tubes à rayons X** utilisent le bombardement électronique.
- ⇒ **les éléments radioactifs** utilisent le rayonnement gamma émis par les noyaux de ces éléments. Il existe aussi d'autres moyens de production comme le rayonnement synchrotron ou l'émission X induite par protons. Cependant, elles nécessitent des installations lourdes peu courantes dans les laboratoires d'analyses.

1.8. Microscope Optique :

Dans la microscopie photonique à fond clair l'image formée par la lumière déviée est vue sur un fond de lumière non déviée des objets opaques; et fournie par réflexion (épi-scopie) une image réelle 3 située classiquement dans une gamme de grossissement allant de $\times 2$ à $\times 50$.

Dans un microscope optique (composé) l'association de lentilles convergentes (objectif puis oculaire) permet d'observer : par transparence (diascopie) des objets très petits (le plus souvent invisibles à l'œil nu) grâce à une distance objet.

- ⇒ Objectif (1^{ère} lentille convergente) très faible (inférieure à la distance focale de l'objectif); et fournit une image réelle située classiquement dans une gamme de grossissement allant de $\times 100$ à $\times 1000$.

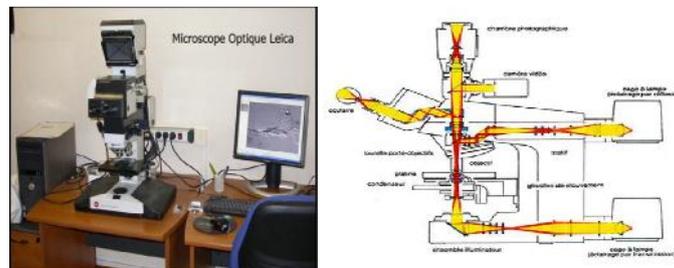


Figure 1.7: Microscope Optique Leica

1.9. Dureté Vickers :

La mesure de dureté Vickers se fait avec une pointe pyramidale normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet entre faces égal à 136° . L'empreinte a donc la forme d'un carré ; on mesure les deux diagonales d_1 et d_2 de ce carré à l'aide d'un appareil optique. On obtient la valeur d en effectuant la moyenne de d_1 et d_2 . C'est d qui sera utilisé pour le calcul de la dureté. La force et la durée de l'appui sont également normalisées.

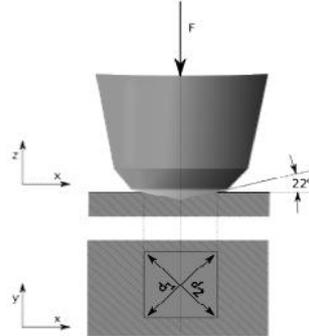


Figure 1.8 : Principe de la dureté Vickers

$$HV \cong 0,189 \cdot \frac{F}{d^2}$$

$$HV = \frac{2F \cdot \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{g \cdot d^2}$$

HV = Dureté Vickers

F = Force appliquée [N]

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

g = 9.80665¹

Le degré de dureté, noté Hv

⇒ Duromètre Vickers

Afin de déterminer les propriétés mécaniques du composite à matrice métallique renforcé par des particules dures TiC , Fe_3Al et Al_2O_3 nous avons utilisé le duromètre de type Figure (1.9).



Figure1.9 :Duromètre Vickers

2. Parti expérimentale :

2.1. Préparation les réactions suivant :

TiO_2 62.5% 1.25g + Al 28.12% 0.56g + C 9.37% 0.18g + Fe Co (10%) (0.2g)

TiO_2 62.5% 1.25g + Al 28.12% 0.56g + C 9.37% 0.18g + Fe Co (20%) (0.4g)

TiO_2 62.5% 1.25g + Al 28.12% 0.56g + C 9.37% 0.18g + Fe Co (30%) (0.6g)

TiO_2 62.5% 1.25g + Al 28.12% 0.56g + C 9.37% 0.18g + Fe Co (40%) (0.8g)

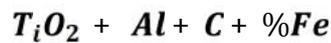
SiO_2 55.55% 3.33g + Al 33.33% 1.99g + C 11.11% 0.66g + Co (10%) (0.6g)

SiO_2 55.55% 3.33g + Al 33.33% 1.99g + C 11.11% 0.66g + Co (20%) (1.2g)

SiO_2 55.55% 3.33g + Al 33.33% 1.99g + C 11.11% 0.66g + Co (30%) (1.8g)

SiO_2 55.55% 3.33g + Al 33.33% 1.99g + C 11.11% 0.66g + Co (40%) (2.4g)

La Réaction :



2.2. Elaboration Des Echantillons :

- ↻ La procédure d'élaboration des échantillons a été établie de manière à assurer la reproductibilité, et la préparation se fait simultanément pour un lot de 4 à 8 échantillons. Au cours de la préparation, le maximum de paramètres est fixé afin d'avoir le maximum de données comparables sur le milieu réactif.
- ↻ préparation des poudres : la procédure utilisée, décrite ci dessous, a été établie pour fixer et contrôler la composition, la compaction des échantillons.

2.3. Matériels Et Méthodes :

Les matériaux bruts utilisés pour la synthèse par combustion été l'oxyde de titane (TiO_2 , de pureté supérieure à 99,5 %, 45 μm), charbon activé (Merck), poudre d'aluminium Rankem, et de la poudre de fer (d'une pureté supérieure à 99 % par poids, 100 μm). Selon les calculs ci-dessus, les pourcentages du fer ajoutés à la réaction été entre 0 et 40% en poids. Avant la synthèse SHS, ces matières premières ont été mélangées dans un broyeur à boulets planétaire pendant 30 min avec une balle à poudre selon un rapport de 10:1 à l'aide de billes en acier inoxydable pour produire un mélange homogène. Puis, les mélanges ont été compacté dans une matrice en acier à outils avec un cylindriques de diamètre de 13mm.

2.4. Procédure expérimentale :

Le processus de synthèse de combustion a été effectué dans une atmosphère d'argon avec pureté supérieure à 99 % (poids) et sous vide. La Figure (1.5) montre une

représentation schématique de la chambre de la SHS. Avant la synthèse SHS, le gaz argon a été purgé dans la chambre avec un débit de 6 l/min pendant 3-4 min pour s'assurer que l'air à l'intérieur du récipient est minimisé. En outre, au cours de la synthèse et de refroidissement des échantillons, le débit de gaz a été maintenu constant à 4 l/min. La chaleur nécessaire pour l'allumage de la réaction a été fournie en passant un courant de 170 ampères électriques à travers une plaque de graphite avec 1,5 mm de diamètre placée en contact des compacts (échantillons). Au cours de la synthèse la progression du front de combustion a été enregistrée par une caméra numérique avec une vitesse de 20 images/s et la vitesse de combustion a été calculée en divisant le haut de l'échantillon réagit à son temps de synthèse. Pour caractériser les produits de réaction, la diffraction des rayons-X (XRD) analyse a été réalisée avec du rayonnement K α du Cu.

2.5. Préparation des poudres :

Avec une balance on pèse le poids de chaque échantillon de l'équivalence, on doit bien nettoyer la balance par l'alcool après chaque réaction pour éviter des réactions secondaire indésirables.

2.6. Mélange de poudres de chaque réaction :

Les poudres sont pesées de manière à former un mélange équimolaire, et homogénéisées dans un broyeur à bille car le broyeur fait tous les particules de poudre en mouvement aléatoire et obtention de ce mélange sera dans un intervalle de temps (environ 1 heures). Le nettoyage après chaque réaction est toujours nécessaire la figure suivante montre les poudres pesées :



Figure 2.1 : les poudres pesées après broyage.

2.7. Compaction :

Le mélange est compacté uniaxialement ou isostatiquement. La presse uniaxiale permet d'obtenir rapidement des échantillons avec de fortes masses volumiques initiales (de l'ordre de 2700 kg.m⁻³ et leurs dimensions, est placée la

poudre broyé dans un moule possède la même matière (matrice 13Ø) est fermé le moule par un capuchon, et le tout est placé dans un préservatif assurant l'étanchéité. Puis on applique une charge de pression à partir de la presse pour obtenir des échantillons avec leurs propriétés initiales.

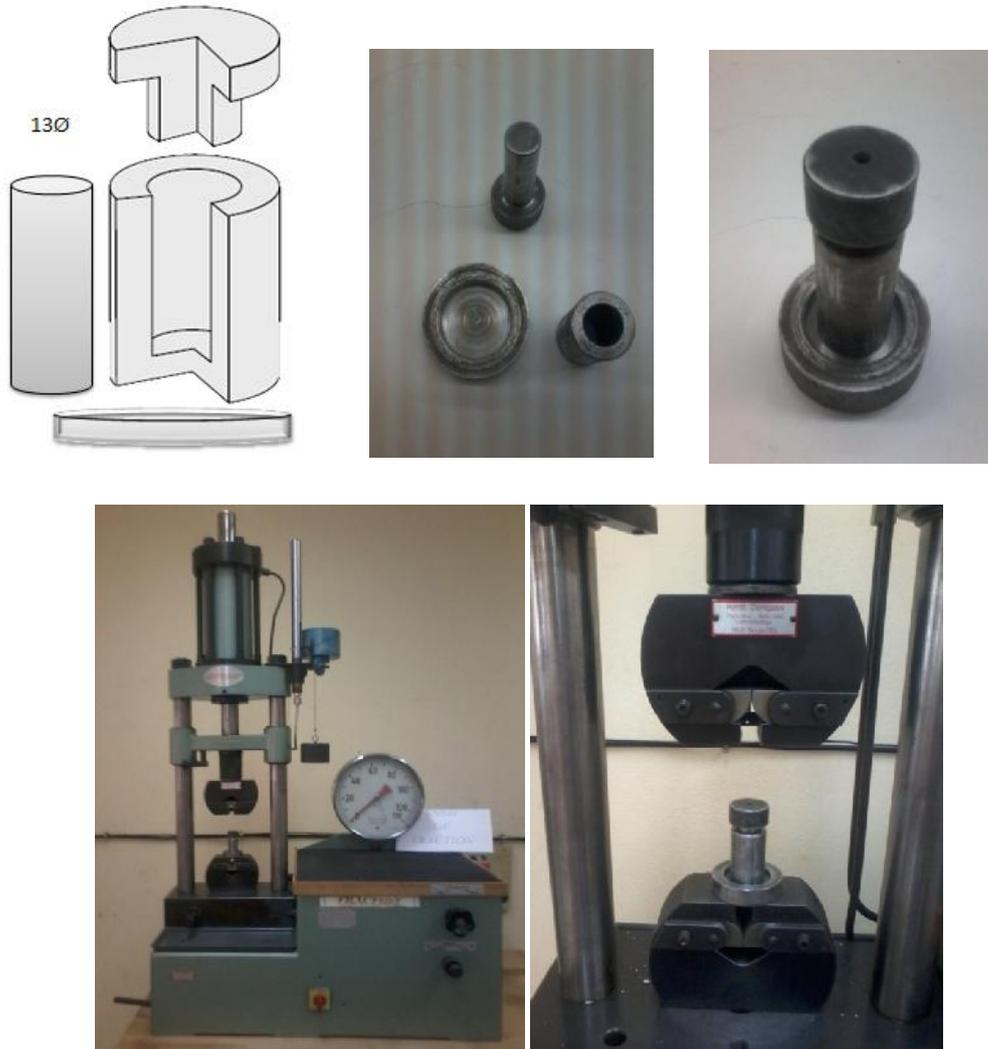


Figure 2.2: la presse et matrice (13Ø) d'utilisé pour effectuer les compactions.

2.8. Préparation de combustion des échantillons (réaction SHS) :

Le banc expérimental utilisé permet de fixer les conditions opératoires, telles que l'atmosphère environnante, et la puissance électrique dissipée par le dispositif d'amorçage. Le système de combustion doit être bien nettoyé après chaque

utilisation par l'alcool. La figure suivante présente les parties qui composent le système de combustion.



Figure 2.3: les parties qui composent le système de combustion en Mode SHS

- Nous avons choisi d'amorcer la réaction par un papier de graphite comme une source de flamme grâce à ces caractéristiques particulières (la résistance, la conductivité électrique). Et dont la géométrie était plus simple à modéliser. L'échantillon était soit posé dessus, Ce type de configuration permet d'avoir un échauffement de l'échantillon qui se fait essentiellement par rayonnement, et donc plus brutal. Ce système présente en outre l'avantage d'être facilement contrôlable et donc reproductible, puisque la température de la plaque de graphite tangente à l'échantillon est directement liée à la puissance électrique injectée. La position de la plaque de graphite avant la réaction est représentée dans la figure (2.4).



Figure 2.4: Position de la plaque de graphite avant la réaction SHS

2.9. Position de l'échantillon :

Un système de fixation maintenant l'échantillon qui repose sur le banc, figure 2.5 est à tangente parallèlement au papier de graphite. Avec un bon réglage en

hauteur de l'échantillon par rapport la plaque de graphite. Le plaque de graphite doit être au fond de creuse pour permettre la combustion de toute la quantité de poudre.



Figure 2.5 : l'échantillon est mise dans le creuse avant la réaction.

Après la mise en place d'échantillon dans creuse, on ferme bien le système pour éviter les fuites de l'air.

- la mise en marche de la pompe à vide pour une période de 2 heures pour vider l'oxydation de la poudre dans le système lors de la combustion en mode SHS. Pour initier la réaction en utilise un poste à souder pour la combustion de poudre figure (2.6). Avec une intensité de soudage $i=40$ Ampère. La figure montre une vue générale des différent équipements utilisés pour l'amorçage et la propagation d'une réaction en mode SHS.



Figure 2.6: vue générale des différents équipements utilisés pour l'amorçage et la propagation d'une réaction en mode SHS.

- Après les 2 heures de vide, on arrête la pompe à vide, et on applique une intensité de soudage de 160 Ampère.

2.9. Observation du front de combustion de la réaction :

Pour mettre en évidence l'effet de la réaction dans le mélange, la poudre est placée dans un banc en métaux. L'amorçage de la réaction est initié par une résistance électrique qui fournit la chaleur nécessaire. Pour éviter toute oxydation, la réaction

est filmée. La figure (2.7). Montre quelques séquences de la réaction qui ne dure que quelques secondes. Ceci est en faveur d'une réaction de type SHS qui est auto-entretenu par son énergie et qui est extrêmement rapide.

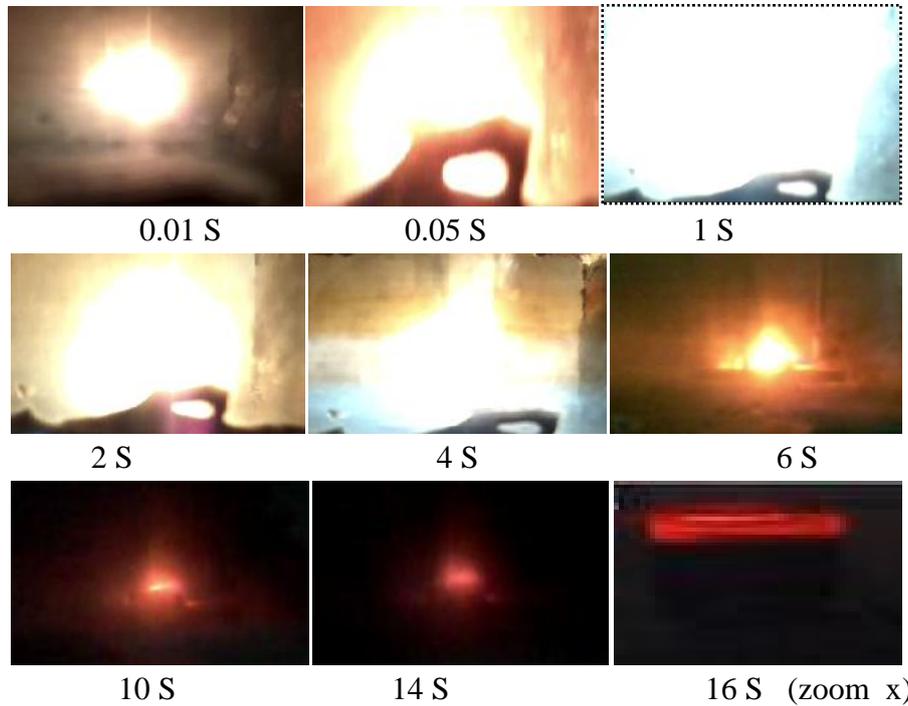


Figure 2.7: Durée Réaction initiation, propagation et résiliation dans les échantillons contenant diverses quantités de Fe.

- Après l'opération de la combustion de poudre on ouvre le pour récupérer la poudre synthétisée, et après la récupération de poudre, on doit nettoyer le système et la creuse par l'alcool, pour continuer les autres réactions. Les poudres finales obtenues sont représentées à la figure (2.8).

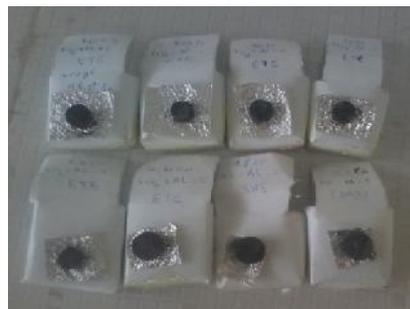


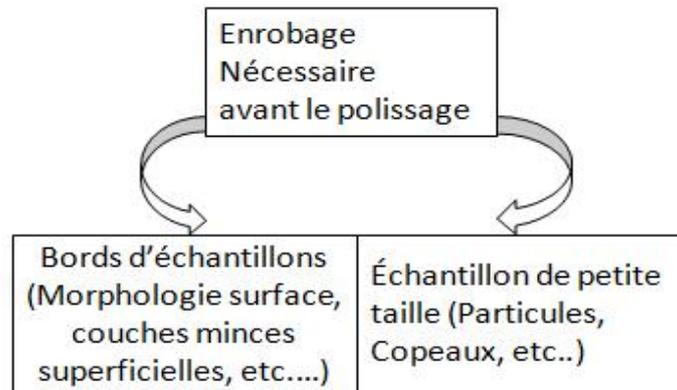
Figure 2.8: Des échantillons obtenus après réaction SHS.

2.10. L'enrobage :

Elle consiste à immerger l'échantillon dans une résine liquide que l'on durcit par polymérisation. Pour un résultat optimal après polissage, deux paramètres critiques:

- ↪ La dureté de la résine qui doit être la plus proche possible de celle du matériau pour présenter le même comportement mécanique.

⇒ L'amplitude du retrait de la résine après polymérisation qui doit être minimum, pour réduire les effets d'arrondi au bord lors des étapes de polissage.



⇒ **Techniques disponibles:**

○ **Enrobage à chaud :**

- peu de retrait

-une bonne dureté. Mais Inadaptée pour les échantillons fragiles à la température et à la pression.

○ **Enrobage à froid :** Résine durcie par mélange avec un durcisseur. Particularités Dureté globalement plus faible que celle obtenue avec la technique d'enrobage à chaud.

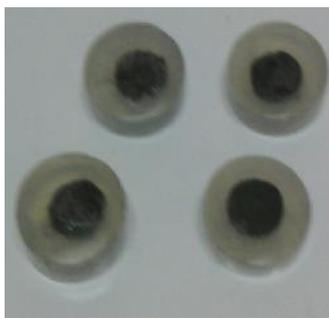


Figure2.9 : Des échantillons après l'enrobage.

2.11. Polissage mécanique :

⇒ Le polissage mécanique est une étape couramment utilisée pour la préparation préalable des échantillons, En tout matériau (métalliques, plastiques, bois...) visant à obtenir un bel aspect, un fini ou un état de surface de haute qualité. En effet, pour pouvoir observer les détails microscopiques. Dans la plupart des cas

il s'agit d'obtenir une surface plane, sans rayures en minimisant les dégâts mécaniques.

⇒ Pour le polissage mécanique, on utilise des papiers avec des particules abrasives, sorte de toile émeri, de papier de verre, mais avec une taille de particules plus fine et maîtrisée, en général en carbure de silicium (SiC) ou en alumine (Al_2O_3). Si la surface n'est pas plane, on commence par un papier « à gros grain », puis passe successivement à des papiers à grain plus fin.

⇒ **Mise en œuvre:**

- Polissage successifs aux grades 3, 1 et 0,25 μm sous une charge de 5 à 15 N
- Rotation inverse de l'échantillon par rapport au plateau de polissage
- Lubrification très légère du support, pour éviter simultanément l'échauffement de l'échantillon et le collage de celui-ci sur le drap. Attention à ne pas trop apporter de lubrifiant au risque d'entraîner les particules abrasives.
- Nettoyage des échantillons aux ultrasons dans de l'alcool isopropylique ou de l'eau distillée à chaque changement de grade (sauf pour les matériaux mous pour éviter les risques de micro cavitation).



Figure 2.10 : Polisseuse mécanique manuelle à disques

⇒ **Procédures :**

L'échantillon est généralement fixé solidement sur la base inférieure d'un porte-objet lourd (cylindre métallique) soit par un blocage mécanique soit par collage à chaud ou à froid avec des colles ou cires. Le porte-objet peut être équipé d'une tête goniométrique. Dans le cas de dégrossissage, on peut tenir l'objet à la main. La face inférieure de l'échantillon est plaquée sur le disque abrasif mis en rotation. Une

lubrification assurée par l'écoulement d'un fluide sur le plateau est impérative pour éliminer les débris d'usure et réduire l'échauffement dû au frottement. Il s'agit généralement d'eau, d'huile ou de lubrifiants spéciaux. Dans le cas le plus simple, le porte-objet frotte sur le disque par son propre poids ou bien il est maintenu et appuyé à la main.

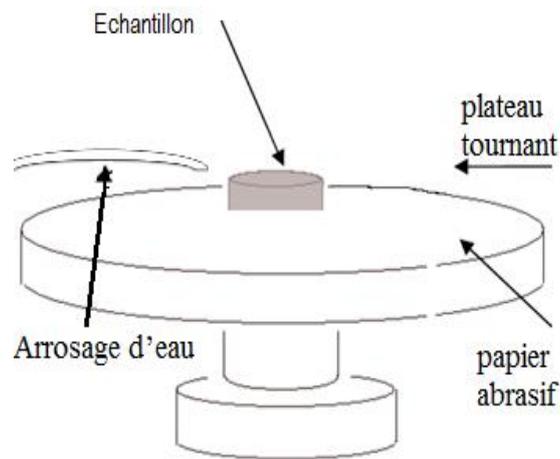


Figure2.11 : schéma de principe de polissage.

3. Résultats :

3.1. Caractéristiques de SHS

La Figure19 montre la propagation du front de combustion dans les échantillons contenant 20 et 40% par poids de Fe.

La réaction a commencé après une courte période de chauffage (environ 6 s) et propagent rapidement le long de l'ensemble de l'échantillon avec un front plat macroscopique figure (2.7).L'addition de 30% de Fe à la réaction soulevée la

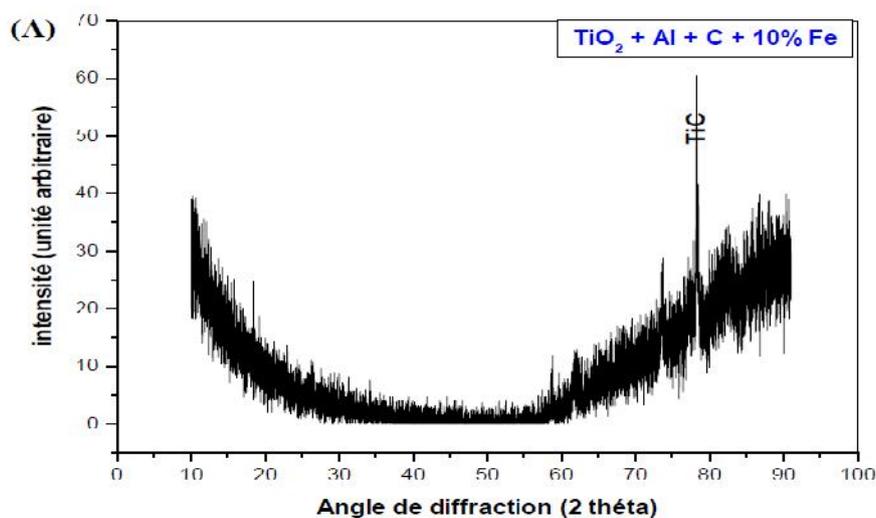
réaction d'initiation et de propagation et converti les plates temps avant pour ondulés une figure (2.7). Mais, dans l'échantillon avec 30% par poids de Fe, la réaction s'est produite uniquement dans une mince couche de surface après un long temps de chauffe, puis elle s'est terminée sans autre propagation figure (2.7).

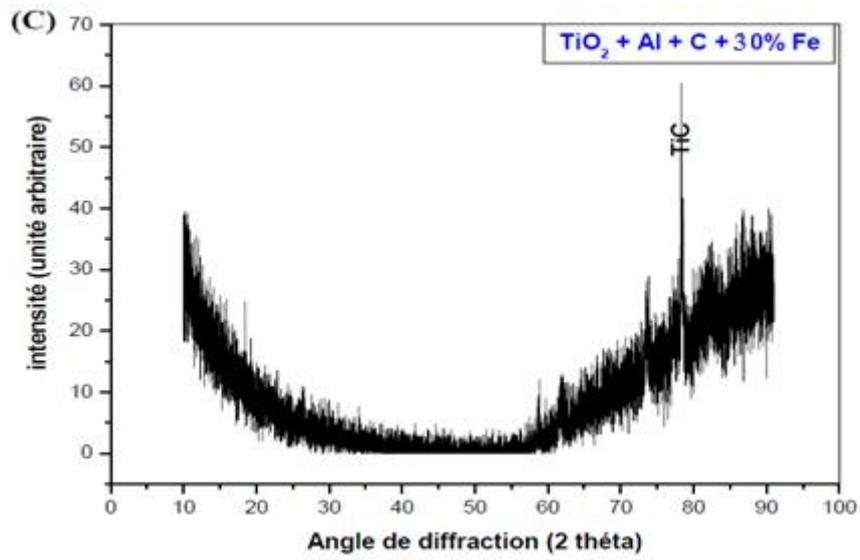
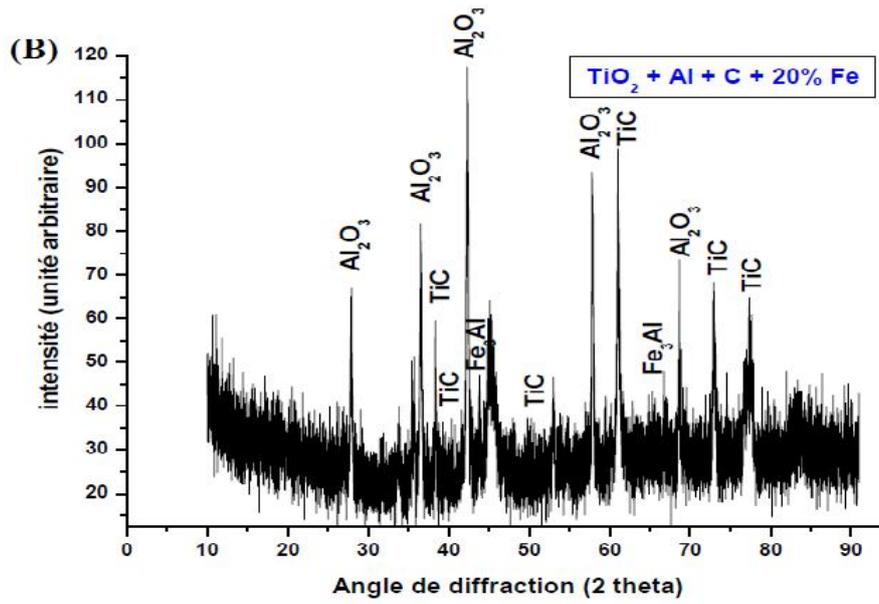
Figure (3.2). Montre les effets simultanés de Fe plus sur la vitesse de combustion et de température adiabatique. L'addition de fer pour la réaction de 10 à 40 % par poids de a diminué la vitesse de combustion de la réaction considérablement, mais dans l'échantillon contenant 20% par poids de Fe, la réaction n'a pas se propager le long de l'ensemble de l'échantillon et refroidie avant d'atteindre à la fin de ce dernier. Il peut donc conclure que l'ajout de Fe à partir de 10 à 40% de Fe conduira à l'instabilité de la réaction. La température adiabatique de la réaction du système est de 2325 K, Figure (3.4) qui diminue en fonction des ajouts par poids de Fe de 10 et 20 % ce qui est considérablement plus élevé que le critère Merzhanov (1800 K). Ce critère est basé sur des résultats expérimentaux et il est vérifié dans de nombreux systèmes de réaction SHS [1].

3.2. Analyse de phase :

3.2.1. Analyse par DRX

L'analyse des échantillons DRX qui contient de 10% à 40% par poids de Fe est illustrée à la Figure (3.1). Les phases formées dans les échantillons sont en carbure de titane (TiC avec une structure cristalline cubique et l'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) avec cristaux rhomboédriques (hexagonale) et l'aluminure de fer (Fe_3Al). L'addition de 10% et 30% par poids de Fe n'a eu aucun effet considérable sur les spectres de DRX, mais dans des échantillons contenant 20 et 40% par poids de Fe, la seule phase produite a été le (TiC) avec une structure cristalline cubique. Ainsi, produits de réaction formé dans les réactions contenant le Fe ont étaient les mêmes que celles prédites par la réaction (1).





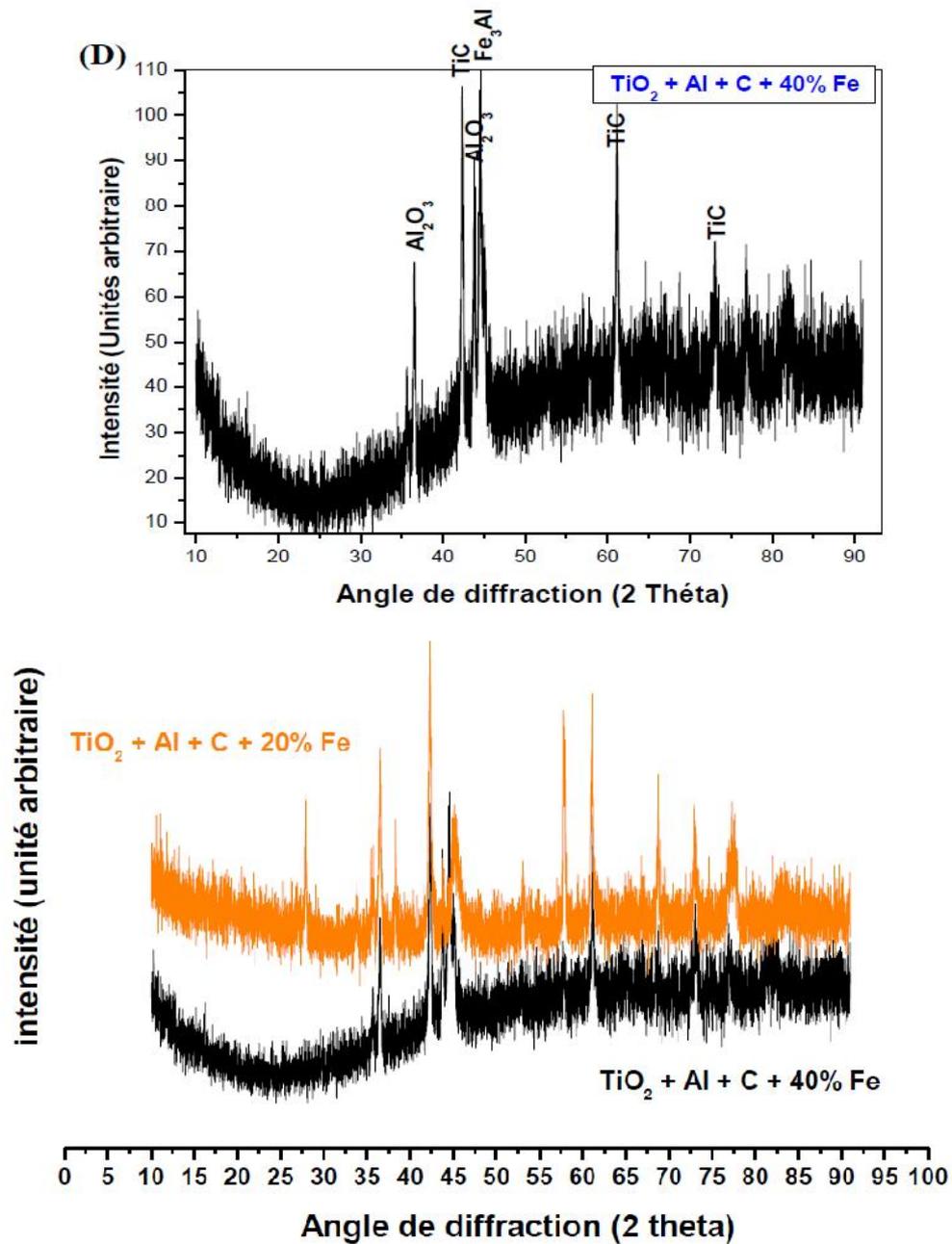


Figure 3.1: Spectre de diffraction du composite à particule de TiC , Al_2O_3 et Fe_3Al dans une matrice de Fe d'après le système $Al + TiO_2 + C + X \% Fe$

- (A) X= 10 % Fe
- (B) X= 20 % Fe
- (C) X= 30 % Fe
- (D) X= 40 % Fe

Le paramètre de réseau de carbure de titane (TiC) a été calculé à partir des spectres de diffraction des rayons X à l'aide de la formule de Bragg et la fonction de Nelson Riley [3, 25]

$$a = d \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad \text{loi de Bragg} \quad (2)$$

$$a = a_0 + a_0 K / (1/2(\cos 2\theta / \sin \theta + \cos 2\theta)) = a_0 + K f(\theta) \quad (3)$$

Où θ est l'angle de diffraction, a est le paramètre de réseau qui est déterminée par l'équation (2) et a_0 est le véritable paramètre cristallin de TiC qui est calculé par l'équation (3). À l'aide des spectres de diffraction des rayons X, nous pouvons tirer les variations de paramètre de réseau par l'inverse de la fonction de Nelson Riley et extrapoler le vrai paramètre de réseau à $\theta = 90$. On utilisant les diagrammes de la fonction de Nelson Riley on peut calculer le paramètre de réseau du TiC dans des échantillons contenant différentes quantités de Fe et les variations des paramètres cristallins après synthèse du TiC avec ajout de fer. En outre, le paramètre de réseau de la stœchiométrie Ti_{0.5}C_{0.5} est indiqué dans la Figure (3.2).

Le paramètre de réseau de carbure de titane dans l'échantillon synthétisé sans Fe est inférieure à celle de l'un et stœchiométrique et diminue avec l'augmentation de la teneur en Fe dans la réaction. Différent littérature qui synthétisé les composites contenant TiC avec la méthode SHS montre que durant la synthèse combustion, le carbone contenu dans le TiC est de teneur basse que stœchiométrique avec une formule TiC_{1-x} (x<1) [2, 3, 4].

Storms [27] indique que par augmentation du carbone le paramètre du réseau du TiC diminue. Donc, une raison possible que le paramètre de la maille de TiC est inférieure dans l'échantillon à haute teneur en fer Fe produit une diminution de la phase de carbone dans le TiC.

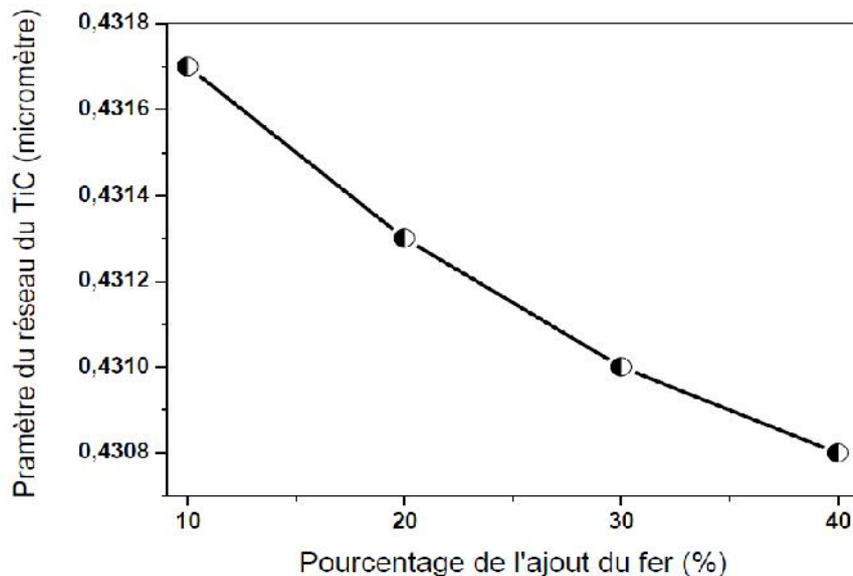


Figure 3.2: Paramètre du réseau cristallin du TiC dans le système (TiO₂, Al, C) + X % Fe

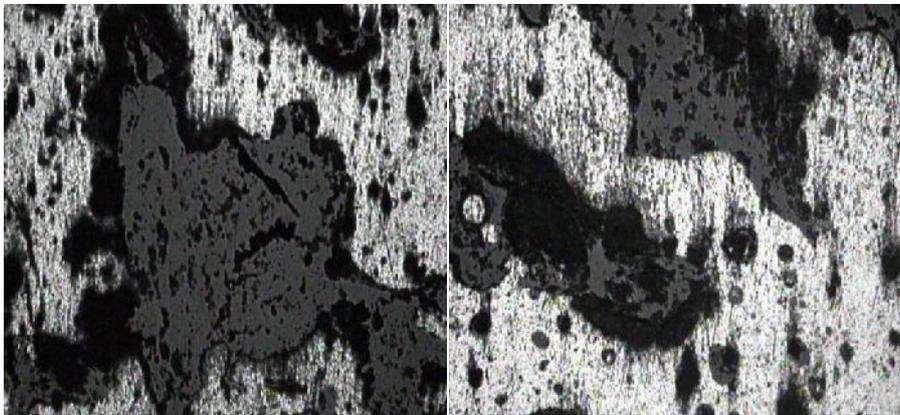
3.3. L'analyse de la Microstructure :

3.3.1. La Microscopie Optique :

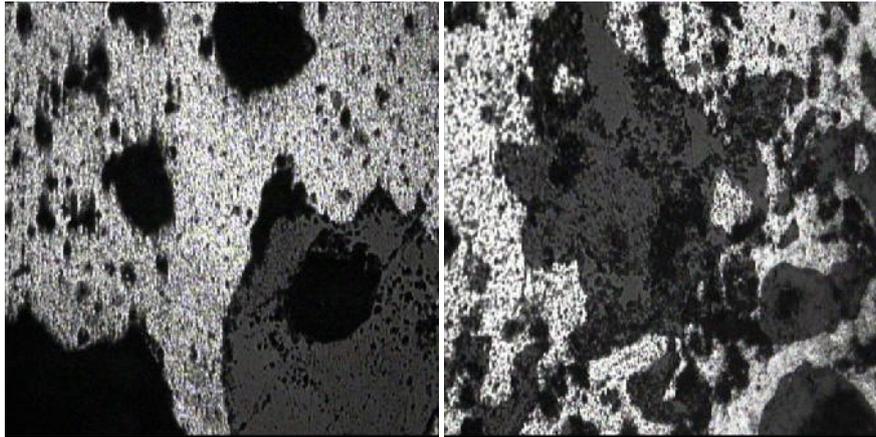
Les microstructures obtenues par microscopie optique MO, sont illustrés sur la Figure (3.3). Une très bonne densité considérable a été obtenue sur la structure finale des produits. La microstructure de l'échantillon avec les Fe est constituée de gros grains d' Al_2O_3 et de particules de TiC ensemble fritté figure (3.4). L'addition de 10% par poids de Fe à la réaction modifiée de la morphologie de Al_2O_3 à partir de la grande plaque comme les céréales à grains plus fins avec près légèrement une morphologie sphérique. Aussi, la taille du TiC du grain a diminué et ils sont devenus presque sphérique dans cet échantillon Figure (3.3).

Dans l'échantillon contenant 10% par poids de Fe, le TiC particules devenait plus fines, avec une granulométrie comprise entre 1 et 5 μm Figure (3.3). Il est intéressant de remarquer qu'il y a répétition de l'étape sur certaines surfaces de particules du TiC. Ces étapes sont des caractéristiques de croissance des cristaux avec mécanisme de croissance contrôlée par l'interface. Il peut être vu que la taille des particules TiC a légèrement diminué, mais leur morphologie est transformée en particules cubiques avec la morphologie à facettes.

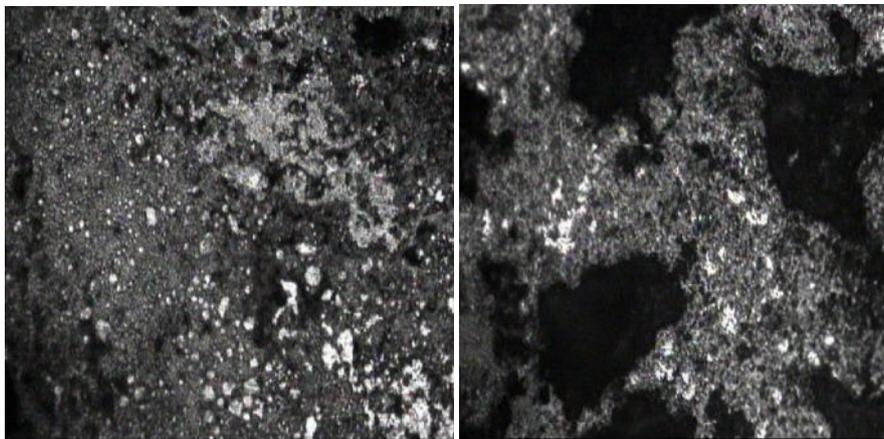
La réduction aluminothermique par TiO_2 est contrôlée par la diffusion du carbone qui forme le TiC. Ainsi, il semble que l'ajout de Fe à la réaction modifié le mécanisme qui contrôle la croissance des particules de TiC de la diffusion contrôlée par la croissance de l'échantillon sans ajout de Fe et par un mécanisme de croissance latérale d'interface contrôlé pour les échantillons contenant du Fe plus élevé que 10 % en poids.



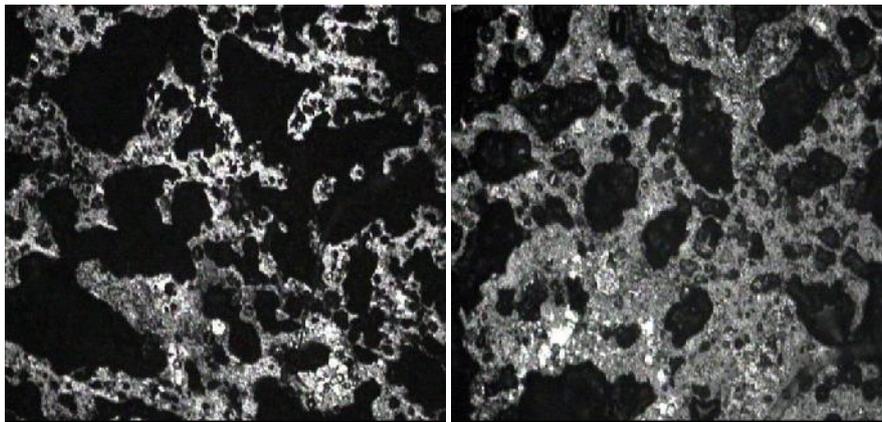
(a) 10% Fe



(b) 20% Fe



(c) 30% Fe



(d) 40% Fe

Figure 3.3 : Microstructure des phases s'obtenues après réaction SHS des quatres systèmes.

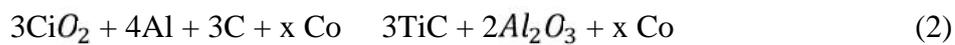
3.4. Propriétés mécaniques (dureté Vickers) :

Les propriétés mécaniques ont été réalisées par des essais de dureté sur l'échelle de Vickers (Tab.2). Ce qui confirme la présence de ces particules de renfort dans la matrice métallique avec différent taux de la matrice de fer.

X % Fe en poids	10 % Fe		20 % Fe		30 % Fe		40 % Fe	
	300g	500g	300g	500g	300g	500g	300g	500g
Dureté Vickers En (dan/mm ²)	1030.6	816.2	990	771.3	919	783.5	888	770
	998	794	987	765.5	919.3	780	836.6	756.5
	994.6	790.5	973.5	804	919.2	767	849	748.2
Moy HV	1007.73	800.23	983.5	780.26	919.16	776.93	875.66	758.23

3.5. Les calculs Thermodynamiques

Les calculs thermodynamiques de la réaction aluminothermique de l'oxyde de titane en présence de fer examiné dans le présent travail est comme suit :



Selon les données thermodynamiques, en l'absence de Fe, l'enthalpie de la réaction est extrêmement négative et il est donc considérablement exothermique, mais l'addition de fer et cobalt diminue la chaleur libérée de cette réaction. Ainsi, avant les investigations expérimentales, on a effectué des calculs thermodynamiques pour déterminer la plage que le fer ou le cobalt peuvent être ajouté aux réactions (x) et encore il va rester auto propagée.

Dans réactions exothermiques, si les conditions sont supposées être adiabatiques, la chaleur libérée de la réaction peut augmenter la température finale du front de combustion. La température la plus élevée qu'un système de réaction peut atteindre est la température adiabatique (TAD) et peut être calculée en utilisant la formule suivante [7]:

$$-\Delta H_{298}^0 = \int_{298}^{T_{tr}} nC_p \text{ produits } dT + n\Delta H_{tr} + \int_{T_{tr}}^{T_{ad}} nC_p(\text{produits})$$

H₂₉₈ est la différence entre l'enthalpie de formation molaire de produits et des matériaux bruts à 298 K, n est le taux en mole de chaque produit et C_p est la capacité calorifique molaire. S'il n'y a aucun changement de phase dans les produits pendant le chauffage, il doit être pris en considération pour les calculs. Donc, dans la formule précédente, T_{tr} est la température de transformation et H_{tr} est l'enthalpie molaire de transformation. En outre, si un matériau (diluants) est ajouté à la réaction,

sa capacité de chaleur devrait être ajoutée à la capacité thermique du produit. La stabilité du front de combustion dépend de la chaleur génération par la réaction et la dissipation thermique dans la région environnante et autres réactifs.

La basse température adiabatique d'une réaction indique que la chaleur générée par cette réaction est faible et, par conséquent, cette réaction ne se propage pas dans un mode stable [8]. Selon le critère expérimental de Merzhanov [8,9], dans une réaction exothermique si la température adiabatique calculé est supérieur à 1800K, elle peut être autonome et que le processus est appelé synthèse auto-propagation haute température (SHS). L'effet des ajouts du Fe et du cobalt sur la température de réaction adiabatique 1 et 2 sont illustré à la figure (3.4).

En outre, des données thermodynamiques utilisé pour le calcul de la température adiabatique sont présentées au tableau 1.

Tableau.1

Données thermodynamique des différents éléments et composés utilisé dans la réaction

Élément ou composé	Température ambiante(k)	ΔH^0 (kJ/mol)	ΔH_m (kJ/mol)	Cp (J/K·mol)
TiC	298 -3290	-184.5		$48,43 + (3,16 \times 10^{-3} \times T) - 1,36 \times 10^5 T^{-2} + (1,23 \times 10^{-6} \times T^2)$
Al₂O₃	298 -2325	-1675.7	107.0	$117,49 + (10,38 \times 10^{-3} \times T) - (37,11 \times 10^5 T^{-2} - 184,10)$
TiO₂		-944.2	$\rightarrow = 0,9$	
Fe	298 – 1184		$\rightarrow \delta = 0,8$	$12,29 + (37,7 \times 10^{-3} \times T)$
	1184 -1665		$\delta \rightarrow = 13,8$	$23,99 + (8,36 \times 10^{-3} \times T)$
	1665 -1809			$24,64 + (9,90 \times 10^{-3} \times T)$
	Liq		13	46.02
Fe₃Al	298 – 1130	-66.93		$13,67 + 2,9 \times 10^{-3} \times T$
	Liq	0		41.74
c	298 -1100	0		$4,3 + 17,8 \times 10^{-3} \times T$
	1100 -4100			$21,743 + 1,2 \times 10^{-3} \times T$

A Ref. [22].

B Ref. [23].

C Neumann–Kopp rule: $C_p, Fe - 25Al = 0.75C_p, Fe + 0.25C_p, Al$ [24].

Conformément à la figure (3.4), température adiabatique de réaction aluminothermique de l'oxyde de titane est 2371 K et L'addition de fer diminue avec une tendance non uniforme. Les deux étapes à 2325 K et 1809 K sont associées à la fusion de l'alumine et de fer. Selon les calculs thermodynamiques, si le pourcentage du fer et du cobalt ajouté à la réaction est inférieur à 53.13 % par poids, température adiabatique est supérieure à 1800 K, on s'attend alors à ce que la réaction soit autosuffisante. La vitesse de propagation du front de la combustion diminue en fonction de l'augmentation des ajouts du diluant (Fe) figure (3.5).

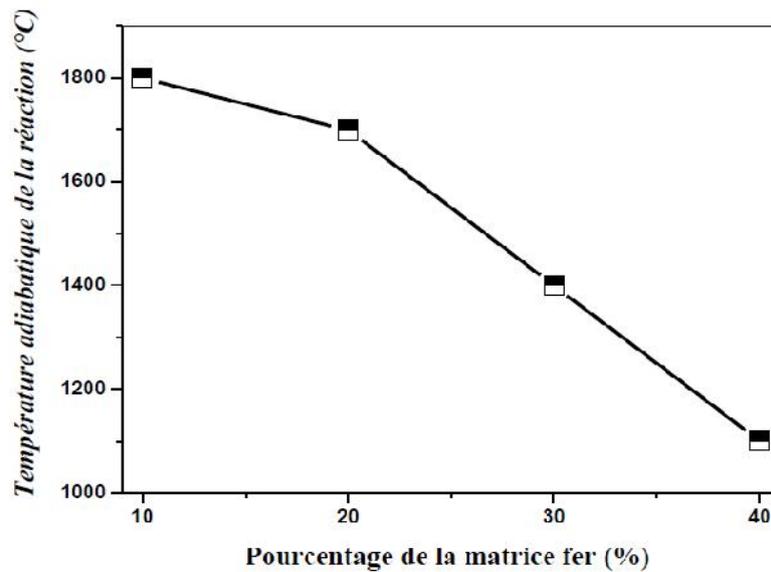


Figure 3.4 : Température adiabatique de combustion de la réaction exothermique du système (TiO₂, Al, C) fonction de X % Fe.

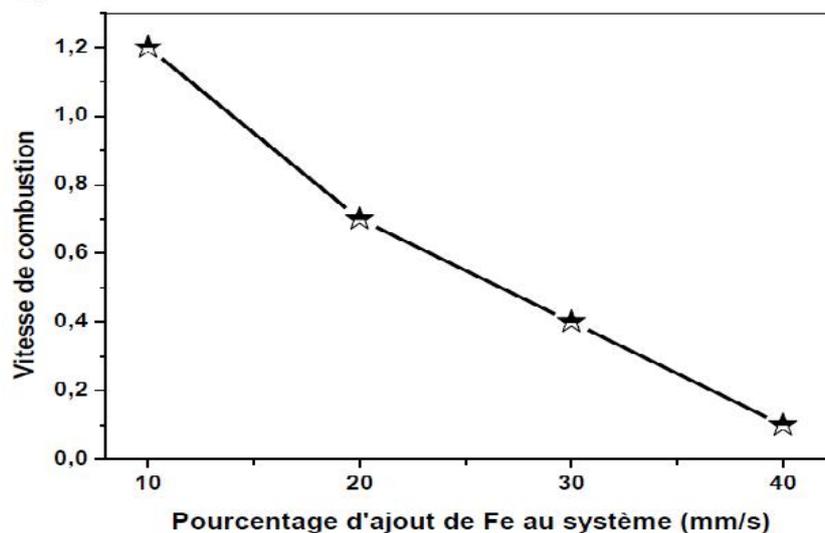


Figure 3.5 : Effets simultanés de Fe sur la vitesse de combustion de la réaction 1.

4. Interprétations des résultats obtenus :

L'objectif de la présente étude est d'étudier la synthèse par SHS et l'influence des ajouts de fer à la réaction du système TiO₂ -Al-C sur phases que formés pendant la synthèse combustion et leurs caractéristiques mécaniques.

La réaction est comme suit :



Le calcul théorique de la température adiabatique pour cette réaction suggère que le fer peut être ajouté à cette réaction jusqu'à 54 % en poids pour que la réaction reste auto-propagée selon le critère de Merzhanov [8].

Les analyses de DRX ont démontré que les produits de réaction se composent de TiC, Al_2O_3 et Fe_3Al phase intermétallique. Ces produits de réaction ne sont pas les mêmes que le produit de la réaction 1, parce que dans cette réaction, il a été prévu que le Fe ne participerait pas à la réaction et agit uniquement comme un agent diluant. Mais, les résultats expérimentaux montrent que l'aluminium a été mis en réaction avec le fer pour former la phase Fe_3Al

Mehrizi Zarezadeh et Co-travailleurs [21] ont montré que pendant la synthèse combustion du système ferro titanium-Al-C, la réaction du Fe et Al se produit dans la gamme de température de 973-1173 K.

Cette plage de température est inférieure à celui pour l'allumage de la réaction entre l'aluminium et de TiO_2 (1173 K) [13]. Ainsi, avec la réaction de certains d'Al avec Fe, il y aura un manque d'aluminium pour une réduction complète de tous le TiO_2 au Ti. Choi et Rhee [13] ont indiqué que la réduction de TiO_2 avec de l'aluminium se procède par voie de Ti_3O_5 , Ti_2O_3 , et le mi-produits TiO pour former Ti et Al_2O_3 . Des résultats semblables ont été présentés par Khoshhal et cotravailleurs [19] et Zou et al. [20] Au cours de la réduction aluminothermique. Parce qu'il n'y avait pas de pic lié au TiO_2 dans les spectres de diffraction des rayons X.

Par conséquent, l'absence d'aluminium pour une réduction complète de TiO_2 a causé une réduction partielle de celui-ci et la formation d'oxyde de titane inférieur comme Ti_3O_5 , Ti_2O_3 , TiO et Al_2O_3

Puis ces oxydes réagissent avec le carbone pour former l'oxy-carbure ($Ti_{1-x}O_x$) comme indiqué par les analyses XRD grâce à la diminution des paramètres de réseau de TiC. On comparant le paramètre calculé pour Ti(C, O) dans l'échantillon contenant 20% par poids de Fe avec celui proposé par Jiang et al. [19], il a été prévu que la teneur maximale en oxygène dans le titane oxyde-carbure (x) sera 0,3 et donc la formule chimique de l'oxyde-carbure est $Ti_{0.7}O_{0.3}$ dans cet échantillon.

Ainsi, dans certains endroits, Al et TiO_2 peuvent ne pas être en contact et par conséquent aucune réduction n'est arrivée.

Dans la réaction 1, on s'attendait à ce que la totalité du carbone réagit avec Ti pour former stœchiométrique carbure de titane. Il est indiqué que dans la réduction aluminothermique de Ti_2O_3 , tout le carbone n'a pas réagi avec le titane.

Donc, le carbure de titane formé ne serait pas un mélange stœchiométrique et sa formule chimique est le $Ti_{1-x}C_x$.

Ce résultat est en accord avec la différence observée et les mi-produits TiO pour forme le Ti et l' Al_2O_3 . Des résultats semblables ont été présentés par Khoshhal et co-travailleurs [19] et Zou et al. [20] au cours de la réduction aluminothermique, parce qu'il n'y avait pas de pic lié au TiO_2 dans les spectres de diffraction des rayons X. Par conséquent, l'absence d'aluminium pour une réduction complète de TiO_2 cause une réduction partielle de celui-ci et la formation d'oxyde de titane comme Ti_3O_5 , Ti_2O_3 , TiO et Al_2O_3 . Puis ces oxydes réagissent avec le carbone pour

former l'oxy-carbure ($\text{TiC}_{1-x}\text{O}_x$) comme indiqué par l'analyse de DRX et entraîne la diminution du paramètre de réseau du TiC.

5. Conclusion :

Dans la présente recherche, plusieurs quantités de Fe ont été ajoutées à réaction du TiO_2 -Al-C système à fabriquer avec Fe-TiC- Al_2O_3 composite. Les principaux résultats peuvent être résumés comme suit :

- ↻ Les calculs thermodynamiques prédisent que si le pourcentage de Fe est inférieur à 54 % par poids, la réaction se propage dans le mode auto propagé. Mais, les données expérimentales ont montré que la réaction devient instable entre 30 et 40 % par poids de Fe, qui était considérablement inférieure à celle prédite par les données thermodynamiques.

- ↻ Analyse de phase à l'aide de la diffraction des rayons X a indiqué que Fe_3Al , Ti (C, O) et Al_2O_3 avec un résidu non-réagi de carbone et du fer ont été les principaux phases de la synthèse dans les échantillons contenant du Fe.
- ↻ Cela a conduit à une baisse de paramètre de réseau du TiC en comparaison à une stœchiométrique en fonction des ajouts de fer.
En outre, le paramètre de réseau de la phase Ti (C, O) a été diminué dans les échantillons contenant plus élevées de Fe suite à la dissolution de l'oxygène dans cette phase.
- ↻ Microstructures observations ont montré que les ajouts de Fe modifié le mécanisme de contrôle de croissance des particules de TiC.
- ↻ La température adiabatique calculée en utilisant les données thermodynamiques pour les échantillons contenant 10 à 40 % par poids de Fe étaient en conformité avec les observations expérimentales et le critère Merzhanov.
- ↻ Les propriétés mécaniques ont été réalisées par des essais de dureté sur l'échelle de Vickers. Ce qui confirme la présence de ces particules de renfort dans la matrice métallique avec différent taux de la matrice de fer déjà détecté par diffraction des Rayons X.

Résumé :

Le but de la présente étude est l'étude de l'effet des Fe ajouts du fer et du cobalt sur la vitesse de combustion et des phases formées après la synthèse dans le système $\text{TiO}_2\text{-Al-C}$ et $\text{SiO}_2\text{-Al-C}$. Avant d'élaborer les composites, des calculs thermodynamiques ont été effectués pour déterminer la gamme du Fe ajoutées pour que la réaction demeure autosuffisant.

Selon le critère de Merzhanov, si le montant du Fe est inférieur à 53.13 % en poids, la température adiabatique de la réaction est supérieure à 1800 K et, par conséquent, la réaction se produit dans le mode autonome. Mais, selon les observations expérimentales la synthèse combustion a montré que la réaction est devenu instable lorsque le pourcentage du Fe a été changé de 10 à 20 % en poids, qui $\text{TiO}_2\text{-Al-C-Fe}$ système était considérablement inférieur à celui était prédit par les calculs thermodynamiques. Une analyse par diffraction de rayons X ont indiqué que Fe_3Al , TiC et Al_2O_3 sont les principales phases formés dans les produits et l'ajout de Fe a diminué le paramètre du réseau cristallin du TiC. La température adiabatique des réactions contenant 10%, 20%, 30% et 40% par poids du Fe estimées en utilisant les données thermodynamiques diminue avec l'augmentation de l'ajout du Fe et des cobalts. Donc de nouveaux produits ont été en conformité avec le critère de Merzhanov et les observations expérimentales. Des examens en microscopie optique ont montré que l'ajout de Fe a diminué la taille des particules du TiC ainsi que l'ajout du cobalt sur le grain du SiC, leur mécanisme de croissance est donc contrôlé. Les propriétés mécaniques (dureté sur l'échelle du Vickers, $H_v = f(\text{charge})$) se trouvent améliorée en augmentant l'ajout en poids du Fe et du Co.

Références Bibliographiques :

CHAPITRE 1

- [1] Zhang J, Fan Z, Wang YQ, Zhou BL. Microstructural development of Al–15wt%Mg₂Si in situ composite with mischmetal addition. *J Mater Sci Eng A* 2000;281:104–12.
- [2] Li C, Wu Y, Li H, Wu Y, Liu X. Effect of Ni on eutectic structural evolution in hypereutectic Al–Mg₂Si cast alloys. *J Mater Sci Eng A* 2010;528:573–7.
- [3] Emamy M, Jafari Nodooshan HR, Malekan A. The microstructure, hardness and tensile properties of Al–15%Mg₂Si in situ composite with yttrium addition. *J Mater Des* 2011;32:4559–66.
- [4] Chang JY, Kim GH, Moon IG, Choi CS. Rare earth concentration in the primary Si crystal in rare earth added Al–21 wt.%Si alloy. *J Scripta Mater* 1998;39:307–14.
- [5] Wang R, Lu W, Hogan LM. Growth morphology of primary silicon in cast Al–Si alloys and mechanism of concentric growth. *J Cryst Growth* 1999;207:43–54.
- [6] Wang RY, Lu WH, Hogan LM. Faceted growth of silicon crystals in Al–Si alloys. *Metall Mater Trans A* 1997;28:1233–43.
- [7] Qin QD, Zhao YG, Zhou W, Cong PJ. Effect of phosphorus on microstructure and growth manner of primary Mg₂Si crystal in Mg₂Si/Al composite. *J Mater Sci Eng A* 2007;447:186–91.
- [8] Qin QD, Zhao YG, Liu C, Cong PJ, Zhou W. Strontium modification and formation of cubic primary Mg₂Si crystals in Mg₂Si/Al composite. *J Alloys Compd* 2007;454:142–6.
- [9] ASM handbook: alloy phase diagram, vol. 3. ASM International; 1992.
- [10] Ghorbani MR, Emamy M, Khorshidi R, Rasizadehghani J, Emami AR. Effect of Mn addition on the microstructure and tensile properties of Al–15%Mg₂Si composite. *J Mater Sci Eng A*.
- [11] Ghorbani MR, Emamy M, Nemati N. Microstructural and mechanical characterization of Al–15%Mg₂Si composite containing chromium. *J Mater Des* 2011;32:4262–9.
- [12] Dinnis CM, Taylor JA, Dahle AK. Interactions between iron, manganese, and the Al–Si eutectic in hypoeutectic Al–Si alloys. *J Metal Mater Trans A* 2006;37:3283–91.
- [13] Wang ER, Hui XD, Wang SS, Zhao YF, Chen GL. Improved mechanical properties in cast Al–Si alloys by combined alloying of Fe and Cu. *J Mater Sci Eng A* 2010;527:7878–84.
- [14] Ceschini L, Boromei I, Morri A, Seifeddine S, Svensson IL. Microstructure, tensile and fatigue properties of the Al–10%Si–2%Cu alloy with different Fe and Mn content cast under controlled conditions. *J Mater Process Technol* 2009;209:5669–79.
- [15] R. Du, M.L. Hu, C.S. Xie, D.W. Zeng, Preparation of Fe/Al composites with enhanced thermal properties by chemical liquid deposition methods, *Propell. Explos. Pyrot.* 37 (5) (2012) 597–604.

-
- [16] N. Qi, M.L. Hu, Z.Y. Wang, Z.X. Lu, C.S. Xie, Synthesis of Al/Fe₃ Al core-shell intermetallic nanoparticles by chemical liquid deposition method, *Adv. Powder Technol.* 24 (6) (2013) 926–931.
- [17] X. Cao, Y. Koltypin, R. Prozorov, G. Katabya, A. Gedanken, Preparation of amorphous Fe₂O₃ powder with different particle sizes, *J. Mater. Chem.* 7 (12) (1997) 2447–2451.
- [18] D.L. Huber, Synthesis, properties and applications of iron nanoparticles, *Small* 1 (5) (2005) 482–501.
- [19] Mikhaylo A. Trunov, Mirko Schoenitz, Xiaoying Zhu, Edward L. Dreizin, Effect of polymorphic phase transformations in Al₂O₃ film on oxidation kinetics of Aluminum powders, *Combust. Flame* 140 (2005) 310–318.
- [20] N. Chawla, Y.L. Shen, *Adv. Eng. Mater.* 6 (2001) 357–429.
- [21] V.V. Ganesh, N. Chawla, *Mater. Sci. Eng. A* 391 (2005) 342–353.
- [22] N. Chawla, C. Andres, J.W. Jones, J.E. Allison, *Metall. Mater. Trans. A* 29 (1998) 2843–2854.
- [23] R.J. Arsenault, S.B. Wu, *Scr. Metall.* 22 (1988) 767–772.
- [24] J.J. Williams, G. Piotrowski, R. Saha, N. Chawla, *Metall. Mater. Trans. A* 33(2002) 3861–3869.

CHAPITRE 2

- [25] S.F. Corbin, D.S. Wilkinson, *Acta Metall. Mater.* 42 (1994) 1319–1327.
- [26] Y. Paransky, L. Klinger, I. Gotman, *Mater. Sci. Eng. A* 270 (1999) 231–236.
- [27] L. Levin, A. Katsman, *Mater. Chem. Phys.* 53 (1998) 73–76.
- [28] A.O. Myalska, *Mater. Chem. Phys.* 81 (2003) 333–335.
- [29] M.X. Ai, H.X. Zhai, Y. Zhou, Z.Y. Tang, Z.Y. Huang, Z.L. Zhang, et al., Synthesis of Ti₃AlC₂ powders using Sn as an additive, *Journal of the American Ceramic Society* 89 (3) (2006) 1114–1117.
- [30] L. Lutterotti, S. Matthies, H.R. Wenk, MAUD: a friendly Java program for materials analysis using diffraction. *IUCr: News- letter of the CPD.* 1999, 21:14-5.
- [31] A. Goyal, D.A. Wiegand, F.J. Owens, Z. Iqbal, Synthesis of carbide-free, high strength iron-carbon nanotube composite by in situ nanotube growth, *Chemical Physics Letters* 442 (4-6) (2007) 365-371.
- [32] A. Mazahery, M.O. Shabani, Characterization of cast A356 alloy reinforced with nano SiC composites, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* 22 (2) (2012) 275-280.

CHAPITRE 3:

- [1] Zhu H, Dong K, Wang H, Huang J, Li J, Xie Z. Reaction mechanisms of the TiC/Fe composite fabricated by exothermic dispersion from Fe–Ti–C element system. *Powder Technol* 2013;246:456–61.
- [2] Wang XH, Zhang M, Zou ZD, Song SL, Han F, Qu SY. In situ production of Fe–TiC surface composite coatings by tungsten-inert gas heat source. *Surf Coat Technol* 2006;200:6117–22.

- [3] Razavi M, Rajabi-Zamani AH, Rahimpour MR, Kaboli R, Ostad Shabani M, YazdaniRad R. Synthesis of Fe–TiC–Al₂O₃ hybrid nanocomposite via carbothermal reduction enhanced by mechanical activation. *Ceram Int* 2011;37:443–9.
- [4] Zhang W, Zhang X, Wang J, Hong C. Effect of Fe on the phases and microstructure of TiC–Fe cermets by combustion synthesis/quasi-isostatic pressing. *Mater Sci Eng A* 2004;381:92–4.
- [5] Fatemi Nayeri SHR, Vahdati Khaki J, Aboutalebi MR. Implementation of combined mechanical activation and thermal analysis for identification of combustion synthesis mechanism in TiO₂–Al–C system. *J Mater Sci Eng* 2009–10;6:7–14.
- [6] Fatemi Nayeri SHR, Vahdati Khaki J, Aboutalebi MR. The effect of milling conditions on the mechanical alloying and combustion synthesis of TiO₂–Al–C powder mixture. *J Mater Sci Eng* 2006;3:25–31. 100 M. Sharifitabar et al. / *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 47 (2014) 93–101
- [7] Zou B, Xu J, Wang Y, Zhao S, Fan X, Hui Y, et al. Self-propagating high-temperature synthesis of TiC–TiB₂-based Co cermets from a Co–Ti–B₄C system and fabrication of coatings using the cermet powders. *Chem Eng J* 2013;233:138–48.
- [8] Moore JJ, Feng HJ. Combustion synthesis of advanced materials: part I. Reaction parameters. *Prog Mater Sci* 1995;39:243–73.
- [9] Lee JH, Ko SK, Won CW. Combustion characteristics of TiO₂/Al/C system. *Mater Res Bull* 2001;36:1157–67.
- [10] Amel-Farзад H, Vahdati-Khaki J, Haerian A, Youssefi A. Combustion wave stability in diluted TiO₂/Al/C system in atmospheric air. *Solid State Sci* 2008;10:1958–69.
- [11] Xia TD, Munir ZA, Tang YL, Zhao WJ, Wang TM. Structure formation in the combustion synthesis of Al₂O₃–TiC composites. *J Am Ceram Soc* 2000;83:507–12
- [12] Bowen CR, Derby B. The formation of TiC/Al₂O₃ microstructures by a self propagating high-temperature synthesis reaction. *J Mater Sci* 1996;31:3791–803.
- [13] Choi Y, Rhee SW. Reaction of TiO₂–Al–C in the combustion of TiC–Al₂O₃ composite. *J Am Ceram Soc* 1995;78:986–92.
- [14] Saidi A, Chrysanthou A, Wood JV, Kellie JLF. Characteristics of the combustion synthesis of TiC and Fe–TiC composites. *J Mater Sci* 1994;29:4993–8.
- [15] Saidi A, Chrysanthou A, Wood JV, Kellie JLF. Preparation of Fe–TiC composites by the thermal-explosion mode of combustion synthesis. *Ceram Int* 1997;23:185–9.
- [16] Cho CH, Kim DK. Microstructure evolution and isothermal compaction in TiO₂–Al–C combustion reaction. *J Mater Synth Process* 2002;10:127–34.
- [17] Xia TD, Liu TZ, Zhao WJ, Ma BY, Wang TM. Self-propagating high-temperature synthesis of Al₂O₃–TiC–Al composites by aluminothermic reactions. *J Mater Sci* 2001;36:5581–4.
- [18] Zhu H, Jiang Y, Yao Y, Song J, Li J, Xie Z. Reaction pathways, activation energies and mechanical properties of hybrid composites synthesized in-situ from Al–TiO₂–C powder mixtures. *Mater Chem Phys* 2012;137:532–42.
- [19] Khoshhal R, Soltanieh M, Boutorabi MA. Formation mechanism and synthesis of Fe–TiC/Al₂O₃ composite by ilmenite, aluminum and graphite. *Int J Refract Met Hard Mater* 2014;45:53–7.
- [20] Chakraborty SP, Sharma IG, Suri AK, Bose DK. Studies on preparation, characterization and evaluation of properties of Fe₃Al-based intermetallic alloy of composition Fe–16 Al–5.44 Cr–1 Nb–0.5 C. *J Mater Process Technol* 2001;115:413–22.

- [21] Desai PD. Thermodynamic properties of selected binary aluminum alloy systems. *J Phys Chem Ref Data* 1987;16:109–24.
- [22] Kubashewski O, Alcock CB. Metallurgical thermochemistry. New York: Pergamon Press; 1979.
- [23] Barin I. Thermochemical data of pure substances. 3rd ed. New York: VCH; 1995.
- [24] Ma J, Yang J, Bi Q, Liu W. Preparation of an ultrafine-grained Fe–40Al intermetallic compound. *Acta Metall Sin* 2010;23:50–6
- [25] Sen W, Xu BQ, Yang B, Sun HY, Song JX, Wan HL, et al. Preparation of TiC powders by carbothermal reduction method in vacuum. *Trans Nonferrous Met Soc China* 2011;21:185–90.
- [26] Hajalilou A, Hashim M, Nahavandi M, Ismail I. Mechanochemical carboaluminothermic reduction of rutile to produce TiC–Al₂O₃ nanocomposite. *Adv Powder Technol* 2014;25:423–9.
- [27] Storms EK. The refractory carbides. New York: Academic Press; 1967.
- [28] Jiang B, Hou N, Huang S, Zhou G, Hou J, Cao Z, et al. Structural studies of TiC_{1-x}O_x solid solution by Rietveld refinement and first-principles calculations. *J Solid State Chem* 2013;204:1–8.
- [29] Leng Y. Materials characterization. Singapore: John Wiley & Sons; 2008.
- [30] Klein MV, Holy JA, Williams WS. Raman scattering induced by carbon vacancies in TiC_x. *Phys Rev B* 1978;15:1546–56.
- [31] Lohse BH, Calka A, Wexler D. Raman spectroscopy as a tool to study TiC formation during controlled ball milling. *J Appl Phys* 2005;97:114912–7.
- [32] Cava S, Tebcherani SM, Souza IA, Pianaro SA, Paskocimas CA, Longo E, et al. Structural characterization of phase transition of Al₂O₃ nanopowders obtained by polymeric precursor method. *Mater Chem Phys* 2007;103:394–9.
- [33] Choi HC, Jung YM, Kim SB. Size effects in the Raman spectra of TiO₂ nanoparticles. *Vib Spectrosc* 2005;37:33–8.
- [34] Hassan M, Rawat RS, Lee P, Hassan SM, Qayyum A, Ahmad R, et al. Synthesis of nanocrystalline multiphase titanium oxycarbide (TiC_xO_y) thin films by UNU/ICTP and NX₂ plasma focus devices. *Appl Phys A* 2008;90:669–77.
- [35] Chappé JM, Fernandes AC, Moura C, Alves E, Barradas NP, Martin N, et al. Analysis of multifunctional titanium oxycarbide films as a function of oxygen addition. *Surf Coat Technol* 2012;206:2525–34.
- [36] Kirkpatrick RJ. Crystal growth from the melt: a review. *Am Mineral* 1975;60:798–804.
- [37] Fredriksson H, Akerlind U. Solidification and crystallization processing in metals and alloys. United Kingdom: John Wiley & Sons; 2012.
- [38] Hilling WB, Turnbull D. Theory of crystal growth in pure undercooled liquids. *J Phys Chem* 1956;24:914.
- [39] Zarezadeh Mehrizi M, Saidi A, Shamanian M, Eslami HR. Combustion synthesis of Fe–Al/TiC composite powders and effect of Al content on its characteristics. *Powder Metall* 2011;54:400–3.
- [40] Zou Z, Wu Y, Yin C, Li X. Preparation of Fe–Al intermetallic/TiC–Al₂O₃ ceramic composites from ilmenite by SHS. *J Wuhan Univ Technol Mater Sci Ed* 2007;22:706–9

chapitre 1

Etude Bibliographique

chapitre 2

Méthode de SHS

Chapitre 3

Technique Expérimental