

Effets de la vitesse du brassage et du taux du renfort sur la structure et les propriétés d'un composite A356/SiC_p moulé.

Effects of stirring speed and reinforcement rate on the structure and properties of a cast A356/SiC_p composite.

Mohamed Hacini^{*1}, Allaoua Chibani²

¹Foundry Laboratory, Department of Metallurgy, Badji Mokhtar University, PO Box 12, 23000, Annaba, Algeria.

²Semiconductor Laboratory, Department of Physics, Faculty of Science, Badji Mokhtar University, Annaba, PO Box 12, 23000, Algeria.

Soumis le : 09/04/2018

Révisé le : 17/05/2018

Accepté le : 04/06/2018

المخلص

إن تصنيع مركبات مصفوفة معدنية مع تعزيز الجسيمات بواسطة ما يسمى طريقة "الدوامة" والتي تتضمن إدخال جسيمات السيراميك المعالجة مسبقاً عن طريق التقليل هو طريق جذاب للغاية. ويعتبر أسلوب أبسط وأرخص. ومع ذلك، فإن المشاكل الكامنة في التفاعلات الكيميائية في الواجهة، وصعوبة تبليل الجسيمات المعدنية وظهور المسامية هي المشاكل الرئيسية التي تواجهها. تتأثر هذه إلى حد كبير بعدة عوامل، مثل: درجة حرارة الانصهار ونوع وكمية وطبيعة الجزيئات، وكذلك السرعة ووقت الخلط؛ في الجزء الأول من هذا العمل، تمت دراسة تأثيرات سرعة الخلط ومعدل التعزيز على البنية والخصائص الميكانيكية لمركب A356 / SiC_p المركب. تم دمج 5 إلى 20 ٪ من التعزيز من 22 إلى 63 ميكرومتر الأبعاد. تم صنع الخليط بسرعة 100 إلى 500 دورة في الدقيقة لمدة 10 دقائق. كشفت البنية المجهرية (البصرية والإلكترونية) التي تم فحصها أنه عند سرعة منخفضة، تميل الجزيئات إلى التكتل مع نسبة متزايدة من التعزيزات التي تولد الكثير من المساميات. أدت زيادة سرعة التحريك ومستوى التعزيز إلى حد معين إلى توزيع أفضل للجسيمات في المصفوفة وفضلت تحسناً واضحاً في الخصائص الميكانيكية.

الكلمات الدالة

طريقة دوامة، سرعة الخلط، معدل التعزيز، الهيكل، الخصائص مصبوب A356 / SiC_p

Résumé : La fabrication des composites à matrice métallique à renfort particulaire par la méthode dite « de vortex » qui implique l'introduction des particules céramiques prétraitées moyennant un brassage est une voie très attractive. Elle est considérée comme la technique la plus simple et la moins chère. Cependant, les problèmes inhérents aux réactions chimiques à l'interface, à la difficulté de mouillage des particules par le métal et l'apparition de la porosité sont les principaux problèmes rencontrés. Ceux-ci sont en grande partie influencés par plusieurs facteurs, tels que; la température de fusion, le type, la quantité et la nature des particules, ainsi que la vitesse et le temps brassage. Dans la première partie de ce travail, les effets de la vitesse de malaxage et du taux de renfort sur la structure et les propriétés mécaniques d'un composite A356/SiC_p moulé synthétisé au laboratoire ont été étudiés. 5 à 20% de renfort de 22 à 63 µm dimensions ont été incorporés. Le mélange a été réalisé sous une vitesse de 100 à 500 tr/minutes pour un temps de 10 minutes. La microstructure (optique, électronique) examinée a révélé qu'à une faible vitesse, les particules ont eu tendance regroupement avec un pourcentage croissant du renfort en générant beaucoup de porosités. L'augmentation de la vitesse d'agitation et du taux de renfort jusqu'à une certaine limite ont permis en revanche une meilleure distribution des particules dans la matrice et a favorisé une nette amélioration des caractéristiques mécaniques.

Mots clés : A356/SiC_p moulé-méthode de vortex-vitesse de malaxage-taux de renfort- structure-caractéristiques

Abstract: The manufacture of metal matrix composites with particulate reinforcement by the so-called "vortex" method which involves the introduction of the pre-treated ceramic particles by means of a stirring is a very attractive route. It is considered the simplest and cheapest technique. However, the problems inherent to the chemical reactions at the interface, the difficulty of wetting the particles by the metal and the appearance of the porosity are the main problems encountered. These are largely influenced by several factors, such as; the melting temperature, the type, the quantity and the nature of the particles, as well as the speed and the mixing time. In the first part of this work, the effects of mixing speed and reinforcement rate on the structure and mechanical properties of a molded A356 / SiC_p composite synthesized in the laboratory were studied. 5 to 20% reinforcement of 22 to 63 µm dimensions have been incorporated. The mixture was made at a speed of 100 to 500 rpm for a time of 10 minutes. The microstructure (optical, electronic) examined revealed that at a low speed, the particles tended to group together with an increasing percentage of the reinforcement generating a lot of porosities. Increasing the stirring speed and the level of reinforcement up to a certain limit allowed, on the other hand, a better distribution of the particles in the matrix and favored a clear improvement of the mechanical characteristics.

Keywords: A356/SiC_p cast- stir casting- stirring speed- reinforcement rate- Microstructure, characteristics

* Auteur correspondant : hacini_m@yahoo.fr

1. INTRODUCTION

Les composites à matrice d'aluminium à renfort particulaire, (Al-MMCs) ont suscité depuis plus de 40 ans un intérêt considérable de la part de plusieurs secteurs stratégiques notamment ceux de l'espace, l'aéronautique, et l'armement [1-4]. Ils étaient motivés en cela par le besoin d'allègement des composants de structures. Aujourd'hui, ils occupent une place privilégiée dans de nombreuses applications à la faveur d'un atout majeur qui consiste en la faculté de moduler les propriétés du matériau par le choix de la matrice et surtout du renfort. L'incorporation de ce dernier permet aux composites d'acquérir des propriétés très intéressantes, notamment en termes de gain de rigidité et de résistance spécifique par rapport à un alliage non renforcé. Ils acquièrent en outre bonne résistance à l'abrasion, un meilleur coefficient de dilatation thermique et de très bonne conductibilité électrique et thermique [5-6].

Aussi, une recherche considérable a été consacrée à ce domaine impliquant une large gamme de produits et de procédés. La matrice employée est soit à l'état solide, semi-solide ou liquide (métallurgie des poudres, dépôt en phase vapeur, infiltration, agitation...). Les renforts utilisés sont généralement à base de carbures ou d'oxydes (SiC, Al₂O₃, B₄C...), ils se présentent pour leur part sous plusieurs formes (Fibres, mèches ou particules) [7-10].

Globalement, les procédés appliquant les renforts sous forme de fibres ou mèches dans une matrice à l'état solide ou semi solide ont donné des résultats encourageants au regard du nombre d'applications réalisées. Cependant en raison du prix jugé onéreux dans la plupart des cas, la coulée sous agitation qui utilise un renforcement particulaire notamment à base de SiC ou Al₂O₃ est de loin la plus appréciée en terme de mise en œuvre que de prix.

En effet, cette méthode dite « technique de vortex » implique l'introduction des particules céramiques prétraitées dans le vortex d'un alliage fondu créé par une turbine rotative. Elle a été initialement développée selon Lloyd (1999) par Surappa & Rohatgi (1981) à l'Indian Institute of Science. Elle est considérée comme un procédé simple, relativement bon marché, flexible et très attrayant, comparé à d'autres techniques. Elle a été peaufinée et modifiée selon les cas par plusieurs sociétés d'aluminium et sert actuellement à la fabrication d'une grande variété d'AMC à l'échelle commerciale [11-14]. Néanmoins, les énormes possibilités offertes par les modifications incessantes apportées et les progrès réalisés, n'ont pas abouti aux résultats escomptés. Des problèmes liés à priori à l'influence de plusieurs facteurs touchant à la fois à la fusion et à la solidification persistent encore. Ils ont trait notamment aux réactions chimiques à l'interface et surtout à la mauvaise mouillabilité du renfort par le métal liquide qui conduit souvent à une sédimentation. Ces phénomènes, qui se conjuguent inéluctablement à d'autres facteurs génèrent une mauvaise répartition des particules dans la matrice en donnant naissance à la porosité. Ce genre de défaut est jugé indésirable dans la structure car sa présence est préjudiciable au comportement mécanique du matériau en raison de la diminution de sa capacité d'utilisation [15-17].

A cet égard, les nombreux travaux entrepris depuis la mise au point du procédé et visant à étudier de plus près ces phénomènes ont touché à plusieurs aspects du problème entre autres; La taille et la fraction volumique du renfort, son traitement, la vitesse et temps de brassage...Etc. Le but étant d'enrayer l'incidence de ces facteurs et livrer ainsi un matériau de qualité métallurgique convenable [18-21].

Incontestablement, les approches développées ont permis une avancée considérable au regard des difficultés rencontrées. Cependant la multitude des paramètres, l'interdépendance de leur action et leur influence multiforme n'a pas encore abouti aux résultats souhaités. La technique est en perpétuel perfectionnement et tous les efforts déployés tendent tous vers le même objectif; Celui d'élucider ces innombrables imperfections pour mieux maîtriser ces paramètres et réaliser à terme le compromis cout/propriétés tant recherché.

C'est à cette optique justement, qu'est dédiée la première partie de ce travail. L'étude présente deux des aspects les plus importants de la technique à savoir la vitesse de brassage et le taux du renfort. La vitesse est un facteur clé de la production des composites par cette technique. Une valeur appropriée du paramètre favorise une bonne dispersion des particules car synonyme d'un mouillage parfait. En revanche une valeur inadaptée (basse ou forte) engendre l'apparition d'une porosité néfaste à la santé métallurgique du matériau. Pareillement, un taux de renfort, exagéré mène à une sédimentation des particules, accentue le phénomène et diminue la fluidité nécessaire au remplissage des pièces [22-38]. Par conséquent l'objectif de cette recherche est d'étudier les effets de ces facteurs sur la structure et les propriétés d'un composite A356 /SiC_p moulé synthétisé au laboratoire. Il s'agit donc à travers les

expériences réalisées d'élucider l'étendue de leur impact sur les phénomènes sus-cités et d'en déduire la limite permettant d'arriver à:

- Un taux de porosité minimum;
- Un bon mouillage synonyme d'une répartition homogène des particules;
- Un bon niveau de caractéristiques mécaniques compatible avec une fluidité suffisante qui garantirait une bonne coulabilité.

Le matériau utilisé comme matrice est un alliage de moulage (A356) élaboré au laboratoire. Après contrôle de sa conformité (composition, structure et caractéristiques), il est refondu pour être renforcé par du SiC à particules à des taux variables (5-20%) sous une vitesse de brassage de 100-500 tr/min. Le composite ainsi produit sera évalué en termes d'observation microstructurale mais aussi sur la base des tests touchant à la fois ses propriétés physiques et mécaniques au regard des facteurs appliqués.

2. MATERIELS ET PROCEDURES EXPERIMENTALES

2.1. Elaboration de la matrice

L'alliage A356 est un matériau appartenant à la famille des alliages aluminium silicium. Il incarne le meilleur compromis entre les impératifs de résistance statiques et dynamiques de ductilité et des propriétés de fonderie [39-43]. Pour des considérations techniques propres à ce genre de fabrication, notamment la propreté du bain et le gazage, le lit de fusion a été préparé à partir de matières premières industrielles neuves. Leur composition chimique est présentée dans le tableau 1. Les lingots ont été obtenus par le procédé de moulage silico-argileux à vert (fig.1). La fusion des charges a été réalisée dans un four électrique à induction à creuset basculant de sept kilogrammes de capacité. Après désoxydation et décarburage, le métal a été coulé à la température de 720°C (fig.2). Le contrôle de l'état métallurgique de la matrice (éléments, caractéristiques, ..), a été effectué par une analyse chimique, et des essais mécaniques. La mise en évidence de constituants structuraux a été réalisée par une observation métallographique sur des échantillons préparés à partir de ceux ayant servi aux essais de traction. Dans le but de confirmer l'existence des diverses phases observées dans la structure, une analyse de diffraction des rayons X a été exécutée sur les mêmes échantillons observés.

Tableau.1. Composition chimique des éléments de la charge

Charges	Si	Mg	Cu	Fe	Mn	Zn	Ti
Alpax	12.6	0.15	0.05	0.2	0.2	0.1	0.1
A5	0.25	...	0.02	0.3	...	0.05	0.02
Mg	...	99.8



Figure.1 Préparation des moules en sable pour lingots



Figure.2. Fusion de la charge et coulée des lingots

2.2. Elaboration du composite et coulée des éprouvettes

Le composite objet de l'étude a été élaboré à partir des lingots de la matrice coulés comme spécifié précédemment. Il a été renforcé par du SiC particulaire dont les caractéristiques sont présentées dans le tableau 2. Les charges ainsi découpées ont été nettoyées et préchauffées à la température 350-400°C. Elles ont été ensuite refondues dans un four électrique à résistance à creuset amovible en graphite, porté au rouge, doté d'un dispositif de réglage et de contrôle automatique de la température. Après la fusion, des opérations de dégazage et de décrassage ont été effectuées. Les particules du renfort ayant subi des traitements chimique et thermique [44-45] ont été ajoutées à la surface du bain à des taux variables de 5-10-15 et 20%. Une opération de brassage a été ensuite effectuée par un dispositif mu électriquement disposé dans le creuset [46-48]. L'ensemble four-agitateur est présenté sur la figure 3. La vitesse testée a été variée de 100 - 500 tr / minutes. Le temps de malaxage a été maintenu à 10 minutes pour les différentes vitesses appliquées et taux du renfort incorporé. Après arrêt du malaxage, la coulée du matériau a été exécutée à la température de 720 °C dans un moule métallique poteyé et chauffé à la température de 250 °C (fig.4).

Tableau .2. Caractéristiques du renfort

SiC	Densité g/cm ³	Dimensions µm	E Mpa	T .F °C
particules	3.27	22 à 63	480	2700



Figure.3. Ensemble four agitateur



Figure.4. Moules métallique pour éprouvettes d'essais

Des éprouvettes destinées aux divers tests; Caractéristiques mécaniques, densité, et métallographie ont été ensuite préparées. La densité a été mesurée sur des tranches de barreaux découpées par double pesée (fig.5) [49]. Les caractéristiques de traction ont été conduites sur des éprouvettes brutes de coulée issues du moule métallique. Enfin les échantillons servant à l'étude microstructurale (optique et électronique à balayage), DRX ont été prélevés de ceux testés à la traction est préparés en conséquence (dégrossissage sur une gamme de papier émeri, finition sur un feutre imprégné de pâte diamantée). Ils ont été ensuite lavés et attaqués à l'aide d'un coton imbibé d'acide fluoridrique (HF1%).

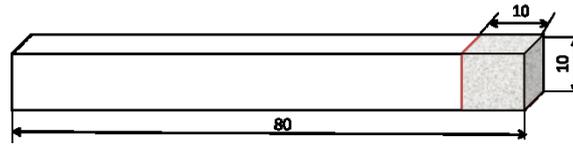


Figure.5. Barreau pour éprouvettes de densité

3. RESULTATS, OBSERVATIONS ET DISCUSSIONS

3.1. Matrice

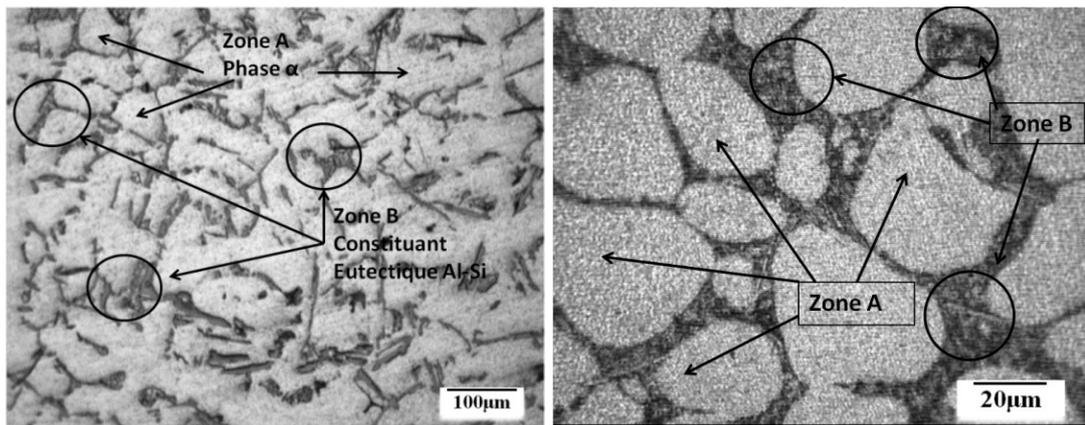
La composition chimique des différentes coulées de la matrice notée pour des conditions identiques est présentée dans le tableau 3. Les caractéristiques mécaniques obtenues à partir d'éprouvettes de dissection testées sur une machine de 10KN sont présentées dans le tableau 4. L'examen métallographique réalisé par microscopie optique sur un échantillonnage défini coulé dans les mêmes conditions (Fusion, température de coulée, moule...) est présenté sur la figure 6. Le radiogramme de la diffraction est dévoilé sur la figure 7.

Tableau 3. Composition chimique de la matrice

Matrice	Si	Mg	Cu	Fe	Mn	Zn	Ti
A7G	6.9- 7.2	0.31- 0.42	0.001- 0.08	0.12- 0.138	0.017- 0,15	0.003-0.10	0.12-0.120

Tableau 4. Caractéristiques mécaniques de la matrice

Etat de coulée	Re, Mpa	Rm, Mpa	A%	HB
Sable	91-110	160-175	4-6	60-65



a) Faible grossissement

b) Détail des phases observées

Figure.6. Microstructure de la matrice

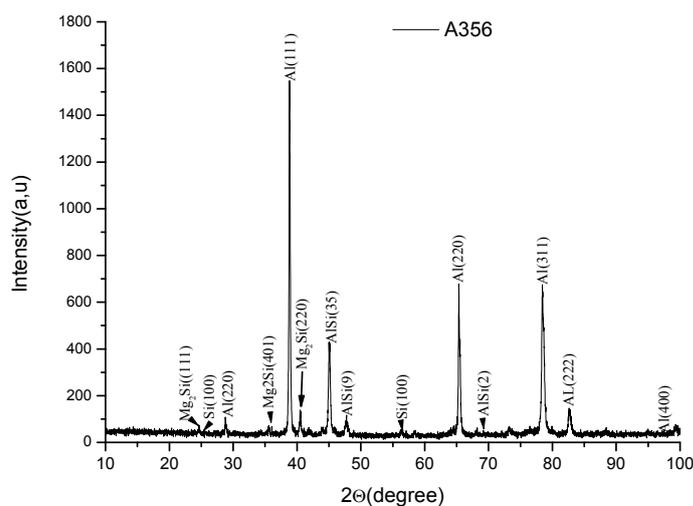


Figure. 7. Diagramme de diffraction des rayons X de la matrice

3.2. Composite

3.2.1. Propriétés physiques et mécaniques

L'observation de l'état du métal avant coulée est présentée sur la figure 8. Les valeurs des caractéristiques mécaniques obtenues ; R_m , R_e , et A sont montrées sur les figure 9, 10, et 11 respectivement. La dureté est révélée sur la figure 12, la porosité (fig.13) et la densité (fig.14). Quant au radiogramme de l'analyse par diffraction, il est présenté sur la figure 15.

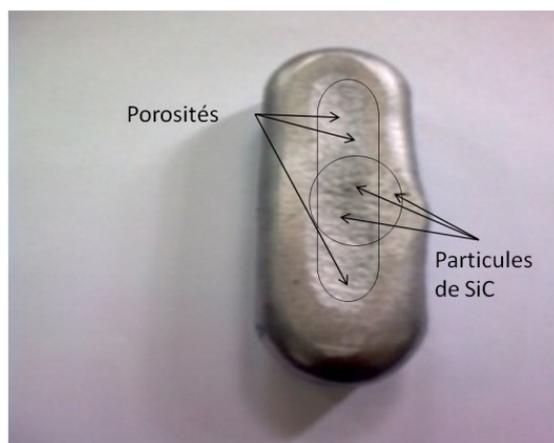


Figure.8.Porosités situées sur le haut de la masselotte

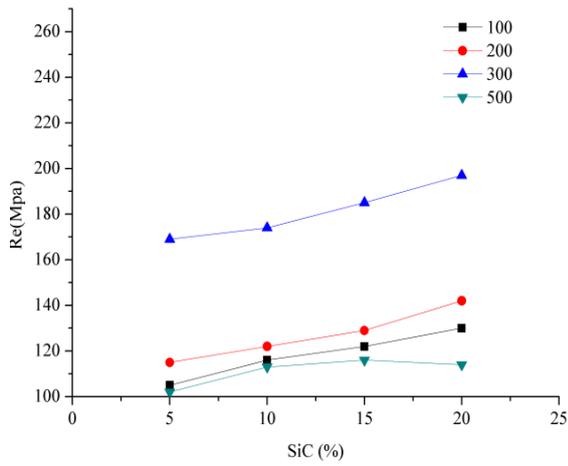


Figure.9. Variation de Rm en fonction du% de SiC

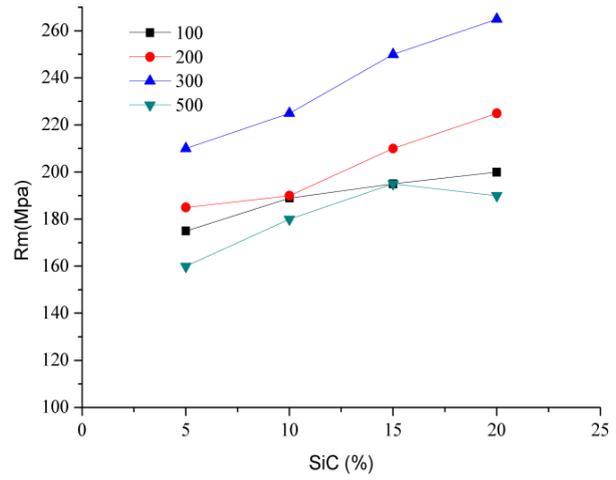


Figure.10. Variation de Re en fonction du% de SiC

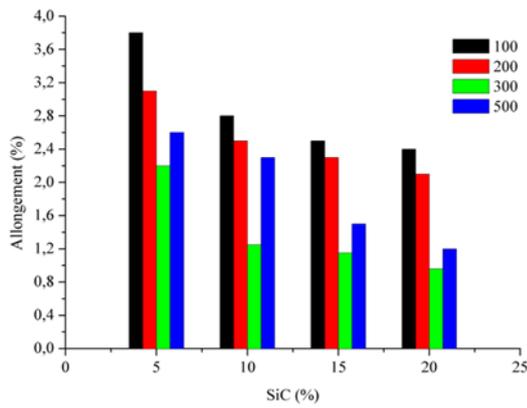


Figure11. Variation des valeurs de l'allongement

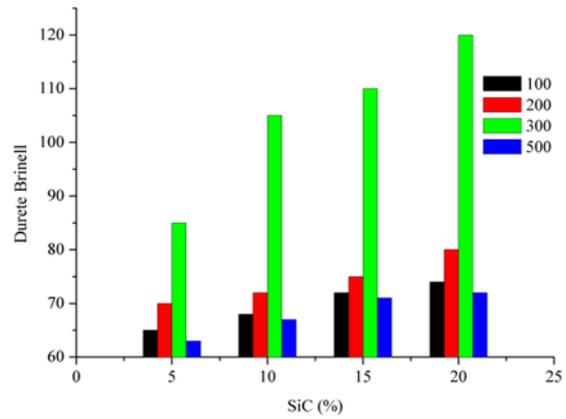


Figure12. Variation de la dureté

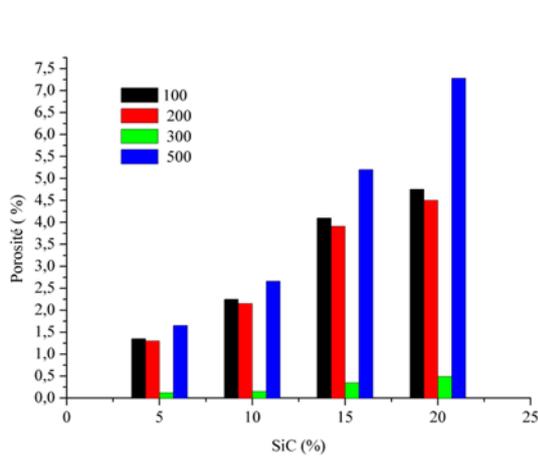


Figure 13. Variation de la porosité en fonction du % du SiC

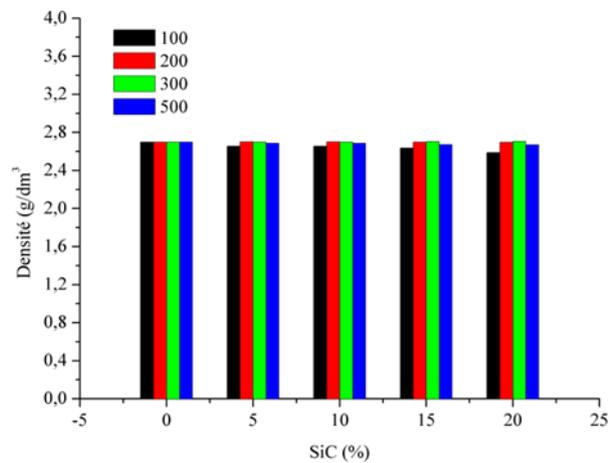


Figure.14. Variation de la densité

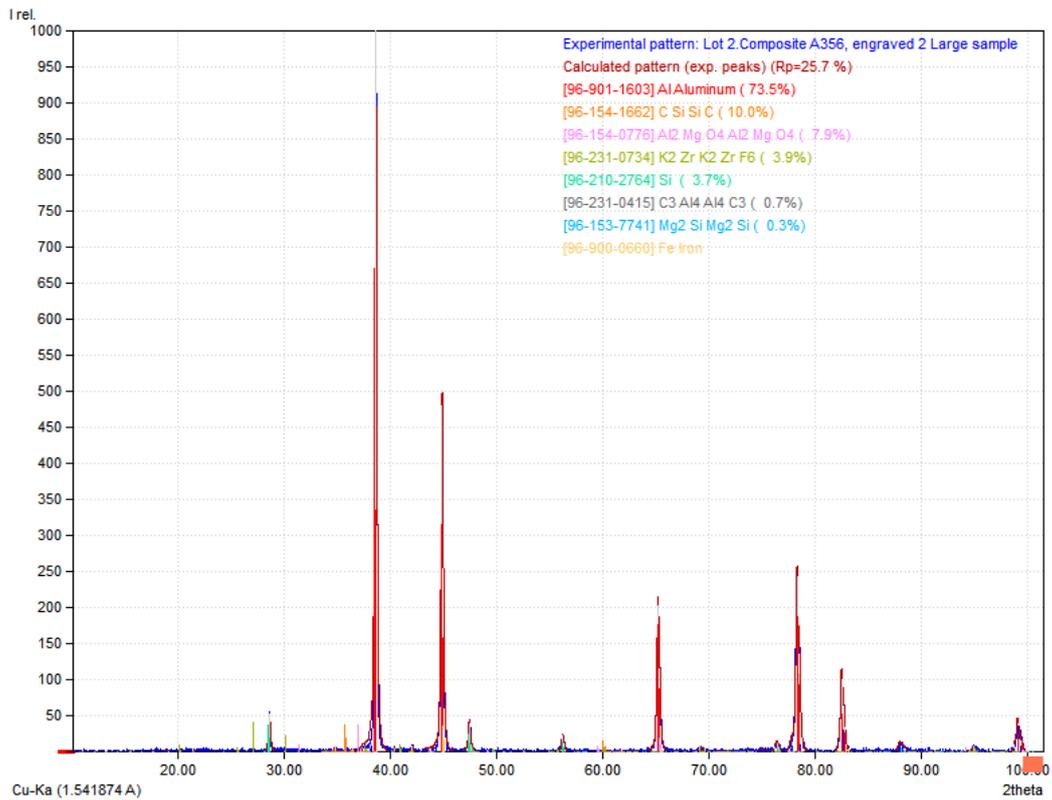


Figure.15. Radiogramme de diffraction X du composite A356

3.2.2. Observation métallographique

Les diverses structures auxquelles nous nous sommes parvenus par application des vitesses mentionnées combinées à un taux variable du renfort sont présentées sur les figures (16-25)

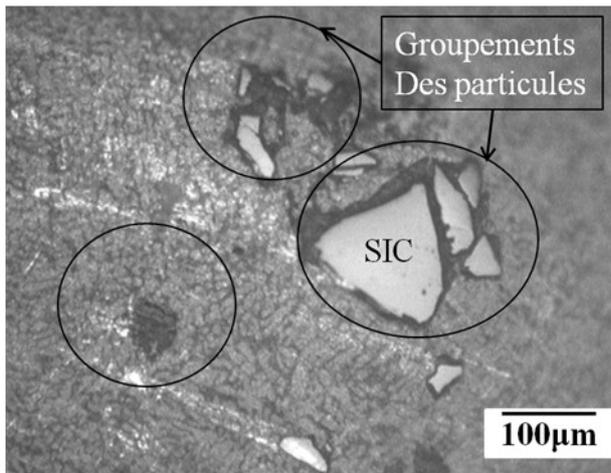


Figure.16 .Micrographie optique 16.
 (Groupement des particules 5% Sic, 100.tr/min)

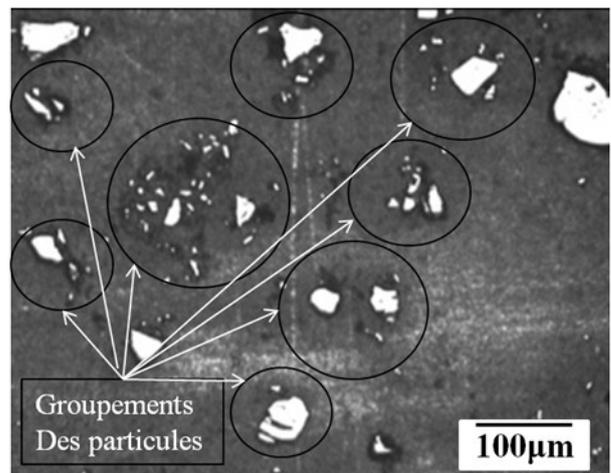


Figure.17.Augmentation du nombre de groupement avec celui du % de SiC (15% 100tr/min)

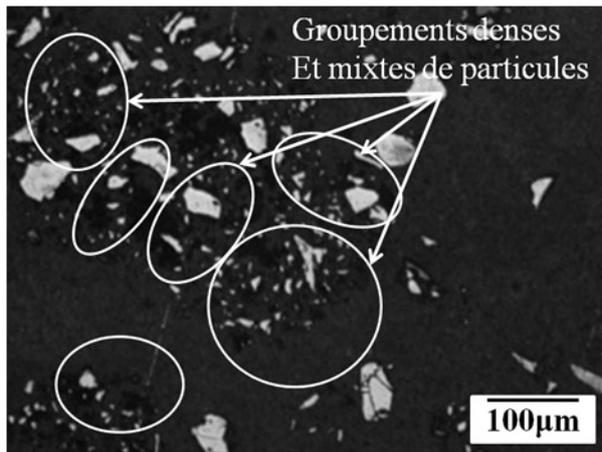


Figure.18. Densification du nombre de groupements en fonction du % du SiC (20%) et de la vitesse (500tr)

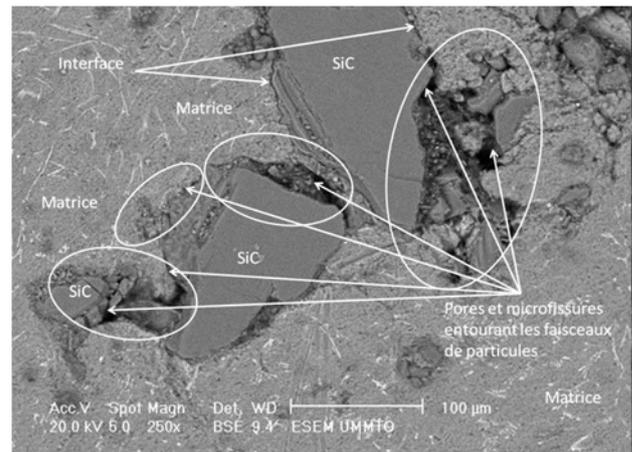


Figure.19. Micrographie électronique. Microfissures et pores autour des faisceaux de particules dans les régions interdendritiques

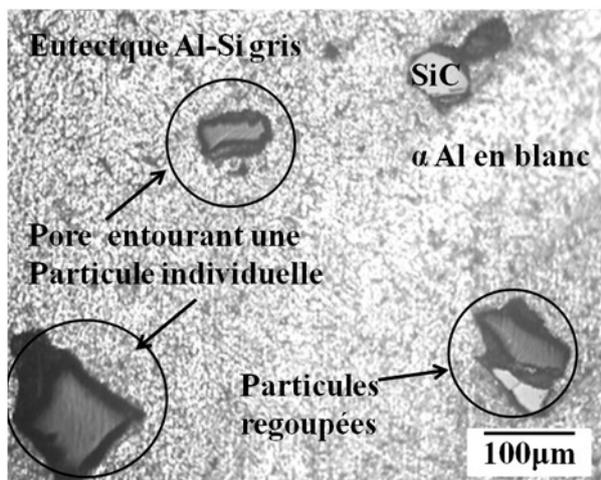


Figure.20. Micrographie optique. Plages pauvres en particules

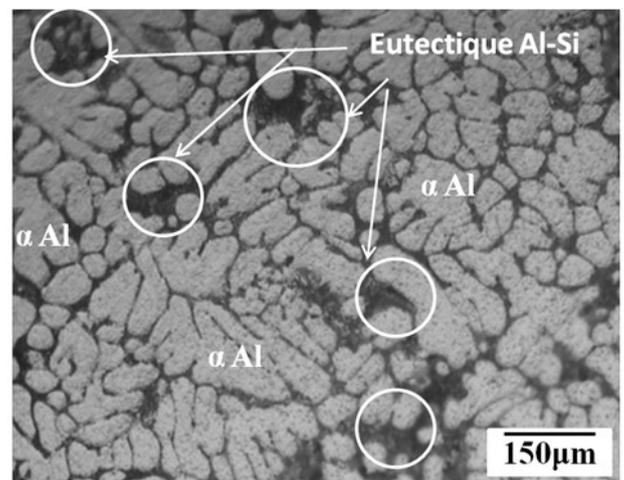


Figure.21. Micrographie optique Plages dépourvues de particules

4. DISCUSSIONS

4.1. Etat de la matrice

L'examen des résultats obtenus fait ressortir que la qualité métallurgique de la matrice élaborée est convenable. Le métal est exempt de gaz; Révélation faite par une observation de la cassure et confirmée par la compacité de la structure. En effet, La composition chimique présentée sur le tableau 3 est conforme aux standards et les caractéristiques mécaniques (tableau 4) correspondent aux spécifications techniques de cet alliage [50-51]. Au regard de ce constat, nous pensons que les précautions prises au niveau de l'élaboration (matières premières, technique de fusion, préchauffage, protection, coulée...) ont grandement contribué à cela. Ainsi au niveau de l'analyse chimique, nous pouvons remarquer que les fourchettes relatives au pourcentage des éléments obtenues reflètent bien le niveau des propriétés mécaniques habituellement atteints pour ce genre d'alliage coulé en sable. Pareillement, l'observation métallographique (optique) révèle la présence des composants structuraux types couramment rencontrés dans un matériau hypoeutectique contenant du silicium(A356). L'analyse de la micrographie représentant la structure de l'alliage solidifié exposée sur la figure 16 dévoile en effet, l'existence des dendrites primaires de la solution solide d'aluminium (α Al) et des particules Al-Si de l'eutectique réparties autour de celles-ci à travers toute la surface métallographique. Son aspect aciculaire grossier indique que l'alliage a été coulé en sable et qu'il n'a

subi aucune opération d'affinage ou de modification (fig.16) [52-53]. Cette structure a été observée sur tous les échantillons prélevés des différentes coulées exécutées dans les mêmes conditions. Les phases mentionnées sur les micrographies ont été confirmées par l'analyse de diffraction des rayons X réalisée sur les mêmes échantillons observés par la microscopie. Aussi, à travers les pics révélés par le radiogramme de la figure 15 nous pouvons remarquer une présence effective des constituants mentionnés. Toutefois la diffraction a mis en évidence d'autres types de phases caractéristiques telle que ; La phase $MgSi_2$ qui permet le durcissement de l'alliage par traitement thermique, mais pas certains composants complexes comme le $FeSiAl_5$ ou $\beta-AlFeSi$, $Al(FeMg)Si$ par exemple. Ces derniers constituants qui forment avec l'aluminium et le silicium des eutectiques complexes, se dégageant généralement dans les espaces interdendritiques n'ont pas pu être décelés.

4.2. Composite

4.2.1. Observation du métal coulé

Dans la première série d'expériences relatives à l'application de la vitesse de 100tr/min, nous avons pu relever avant coulée une anomalie bien particulière à ce genre de technique; Une certaine viscosité du bain qui s'est quelque peu amplifiée avec un pourcentage croissant du SiC. Dans d'autres situations, pareil phénomène observé quelque fois sur un matériau fondu est généralement amputable à une insuffisance de la température de coulée. Or la valeur de ce paramètre (720°C) est celle habituellement appliquée pour ce genre de matériau. Ce à quoi, nous supposons dans ce cas, que son apparition est due certainement au problème de mouillage existant d'habitude entre la plupart des alliages liquides et les agrégats de céramiques. Ce phénomène bien coutumier et pas aussi étrange qu'on le pense, a été étudié et mis en évidence par plusieurs chercheurs [54-58]. Son essence réside en principe dans une forte tension superficielle combinée à la présence accrue de gaz qui empêche l'imprégnation des particules par le métal liquide. Leur influence est telle, que les particules du renfort censées rester à l'intérieur du bain se détachent au contraire de ce dernier dès l'arrêt du malaxage. Elle décantent ensuite à la surface en formant des amas comme souligné par certains auteurs [59]. C'est ce qui est probablement déroulé dans cette première série d'expériences et a provoqué le manque de fluidité du métal constatée avant coulée. Pour de plus amples informations, nous avons été amené après solidification, à observer l'état de la surface supérieure de la masselotte en contact direct avec l'atmosphère et faisant office de système d'alimentation. L'examen a révélé que cette dernière contenait effectivement une fine microporosité concentrée principalement dans la zone centrale. Elle est mélangée à des particules d'aspect brillant qui indique la présence effective de ces dernières dans cette partie (fig.8). Ainsi, cette révélation confirme on ne peut mieux l'exactitude des observations évoquées ci-dessus. Néanmoins, il peut s'agir aussi dans le cas présent de l'application d'une vitesse réduite de malaxage. Une valeur basse de ce paramètre induit une tendance des particules à se regrouper parce que la force appliquée ne permet pas leur dispersion dans le métal liquide. Aussi, l'on suggère dans pareille situation, l'application d'une vitesse d'agitation vigoureuse pour surmonter ce problème

Dans la seconde série d'expériences, où la vitesse appliquée a été augmentée à 200 tr/min, nous avons constaté une certaine atténuation du phénomène qui n'est apparu qu'à fort taux de renfort (15 et surtout 20%). Cela suppose que la valeur du paramètre susceptible de réaliser un bon mouillage des particules n'est pas encore atteinte. En revanche, à une vitesse de malaxage de 300 tr/min, nous avons pu observer une absence quasi-totale des phénomènes mentionnés. Le matériau a présenté en somme une surface plus au moins compacte et homogène et une absence des manifestations générant les porosités, non venues, et points durs. L'écoulement s'est en effet normalement effectué après enlèvement du dispositif de malaxage. Seules quelques unes des expériences réalisées avec 20% de renfort surtout ont montré une petite tendance à la sédimentation; Phénomène somme toute compréhensible pour nous qui découle très probablement de l'utilisation d'une granulométrie hétérogène du renfort. L'augmentation de la vitesse jusqu'à 400 et surtout à 500tr/min, a conduit par contre à la résurgence du regroupement des particules et a généré en plus une sorte de mousse à la surface du bain. Cela suggère que la valeur appliquée est jugée excessive par rapport aux conditions du travail mises en place (mélange à l'état liquide). Dans cette étape, la vigueur du malaxage a été telle qu'elle a entraîné une forte turbulence, ce qui a facilité l'introduction des poches de gaz dans le bain à travers l' Al_2O_3 . La présence de ces dernières s'est consolidée en raison de la vitesse mais aussi parce qu'il est difficile de les faire décanter du bain dans ces conditions. Ainsi le nombre de poches

s'est accentuée et a rendu ces minuscules composantes vulnérables à l'encerclement par les gaz. C'est ce qui les a poussé à floculer et flotter en surface comme l'ont relaté certains travaux [60-61].

Ce constat est authentiquement vrai dans la mesure où un bain gazeux a la fâcheuse tendance à augmenter les difficultés de mouillage des particules par le métal liquide. L'apparition de ce problème est très défavorable à l'obtention d'une bonne coulabilité nécessaire au remplissage des pièces. Il est en outre le facteur le plus pourvoyeur de défauts dans la structure (discontinuité) altérant par là même le comportement mécanique du matériau sous sollicitations.

4.2.2. Effets sur les propriétés mécaniques

L'allure des courbes dévoilée révèle que les propriétés mécaniques telles que la résistance à la traction et la limite élastique dépendent dans une large mesure du taux de renfort et de la vitesse de brassage comme spécifiés dans de nombreux travaux [62-65]

Les résultats présentés sur les figures 9 et 10 montrent en effet un accroissement de ces caractéristiques qui suit celui des paramètres mentionnés. Les meilleures valeurs ont été enregistrées pour des vitesses variant de 200 à 300tr /minutes et un taux de renfort de 15 à 20%. Pareillement, les valeurs de dureté ont subi le même sens de croissance et ont atteint une valeur maximale pour la teneur limite des particules (fig.12). A contrario, les valeurs de l'allongement ont suivi un chemin inverse en subissant une forte baisse avoisinant les 70% (fig.11). La réduction de la ductilité est attribuée principalement à l'accroissement de la fraction incorporée due aux qualités intrinsèques du renfort (dureté principalement) [66]. Il peut s'agir aussi d'une présence accrue de pores qui abaisse fortement la valeur de cette caractéristique. La figure 14, relative à la porosité montre cependant des valeurs variables dépendant principalement de la vitesse de malaxage. Une valeur basse (100) ou forte (500) de ce paramètre combinée à une fraction élevée du renfort favorise l'augmentation de la porosité. Par contre un malaxage pratiqué avec une vitesse appropriée 300tr/min dans notre cas diminue fortement ce phénomène.

De ces résultats, il ressort que la vitesse de brassage a joué vraiment un rôle prépondérant dans l'introduction du gaz dans le matériau en fusion. Il renseigne à ne plus en douter d'une insuffisance du mouillage qui découle directement de l'agglomération des particules et s'amplifie avec un pourcentage croissant du renfort. Pour rappel, ce phénomène a été déjà observé avant coulée et commenté.

Sur la figure 15 où sont représentées les valeurs de la densité, nous remarquons une légère variation mais qui n'est pas vraiment significative. Elle indique que le renfort a peu d'effets sur ce paramètre du fait d'une différence réduite entre la densité du matériau composite et celle de la matrice. Il peut être là encore, la conséquence directe de l'apparition d'une porosité générée par une augmentation de la vitesse de malaxage qui provoque l'abaissement de cette caractéristique. Ainsi, les valeurs minimales observées sur la courbe résultent du faible niveau du mélange qui a favorisé le regroupement des particules et par conséquent la création et l'emprisonnement de gaz aux interfaces matrice-renfort.

4.2.3. Microstructure

L'observation métallographique (optique et électronique) des divers échantillons élaborés à différentes vitesses et taux de renfort fait ressortir une multitude de structures où l'homogénéité côtoie l'hétérogénéité. Nous les avons scindé en deux lots distincts (1, 2) et seront présentés selon ce mode. Le premier lot représentant les micrographies dévoilant les anomalies telles que la sédimentation et/ou la porosité auront la primauté. Elles sont considérées à nos yeux comme représentatives du phénomène important de non mouillage responsable des problèmes touchant à la qualité de ces matériaux. Celles étalant une consistance de répartition des composants notamment les particules du renfort, représentent le lot 2. Elles sont considérées comme le résultat où les paramètres appliqués sont jugés adéquats. Nous les commentons en dernier.

Le résultat des structures types du lot 1 sont présentées sur les figures (16-21). L'examen de leur constitution dévoile à première vue, l'existence de groupements de particules qui sont largement visibles à certains endroits qui résultent de la présence du problème déjà soulevé du non mouillage (fig.16.5% et 100tr/min). Ce point déjà rencontré suite au phénomène d'agglomération observé avant coulée qui a généré une viscosité excessive du bain liquide est maintenant bien illustré. Il est aussi remarqué que le nombre de ces agrégats est fortement impacté par des teneurs croissantes en renfort et la vitesse (fig.17). Nous remarquons par ailleurs une mauvaise répartition de ces conglomerats qui sont formés globalement de colonies mixtes (petites particules autour des grandes) dans la phase finale de solidification contenant habituellement l'eutectique (fig.18, 20%et 500tr). Cet aspect trouve son essence en partie dans l'hétérogénéité de la granulométrie du renfort utilisé où très peu de travaux lui

ont été malheureusement consacré (les dimensions uniquement pas la forme). Pourtant, pris dans sa globalité, nous considérons ce facteur comme très important. Il est capital à nos yeux de lui consacrer une place pour bien élucider son rôle et son étendue sur le regroupement des particules et surtout son impact sur le mouillage.

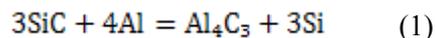
Toujours dans ce cadre, Les micrographies présentées font ressortir aussi l'existence de microfissures et pores. Ils sont observables notamment dans les régions interdendritiques associés à des faisceaux de particules, rarement dans la matrice comme le révèle la figure 19 prise par le microscope électronique à balayage. D'autres par contre entourent le renfort notamment au niveau des interfaces. D'autre part il est aussi remarqué que certains endroits balayés ne contiennent que très peu de renfort pour une teneur réduite en ce dernier et une faible vitesse de malaxage comme le dévoilent les figures 20,21 par exemple. Là encore, nous remarquons la tendance des particules au regroupement malgré un nombre très limité. Celles qui sont unitaires sont entourées de pores.

Concernant la seconde catégorie de micrographies, elle représente celle comme nous l'avons mentionné le résultat du matériau élaboré sous une vitesse de 300tr/min. Leur analyse dévoile à première vue une bonne répartition des particules. Elle montre effectivement par rapport à celles du lot 1, des structures homogènes et compactes. Elles sont caractérisées dans l'ensemble par une meilleure distribution des particules (fig.22) et très peu de porosité. Ces résultats étaient vraisemblablement prévisibles pour nous du fait qu'à la coulée, le métal n'a pas perdu sa fluidité comme c'était le cas lors d'un faible ou fort malaxage. Néanmoins, nous observons quand même une légère séparation des microparticules dans certains endroits de quelques échantillons. C'est surtout au niveau des micros groupements que les pièces présentent une certaine porosité et une ségrégation structurale de répartition. Ce phénomène résulte à notre sens du problème déjà soulevé de l'hétérogénéité granulométrique du renfort utilisé (fig.23). Mais, l'ampleur du phénomène d'agglomération constaté est assez moindre. Cela revient à dire que l'application d'une vitesse de 300 tr/min est jugée convenable par rapport aux batteries de mesures prises au niveau de l'expérimentation. Celles-ci ont concerné nous le rappelons, aussi bien la matrice que les particules du renfort. Ainsi sur la figure 24 représentant la micrographie d'un matériau renforcé par un taux moyen (10% de SiC), nous remarquons que les particules sont isolées les unes des autres. L'augmentation du taux de renfort jusqu'à 15% n'a pas apporté un changement notable dans la distribution qui est restée toujours homogène avec absence du phénomène observé par application des autres vitesses. Par contre sur la figure 25 montrant une structure renforcée par 20%, nous observons une légère tendance au regroupement surtout des petites particules. Nous estimons dans ce cas de figure que ce fait dérive particulièrement de la variété des formes et des dimensions du renfort qui ont concouru à l'apparition de cet événement et pas de la vitesse.

Nous notons enfin que toutes les microstructures présentées et commentées contiennent les mêmes composants (α Al, eutectique ALSI, particules de SiC). Ces derniers ont été confirmés par l'analyse de la diffraction X (fig.15) opérée sur les mêmes échantillons. Il a permis aussi de dévoiler l'existence d'autres types phases révélés par les pics (fig.15):

- La phase du silicium qui a été observée dans les régions eutectiques fixée à la surface des particules.
- La phase durcissante Mg_2Si
- Des produits de réaction aux interfaces qui n'ont pas pu être observés micrographiquement ; Ce sont généralement des spinelles $MgAl_2O_4$, MgO et eutectiques complexes à base de fer, Mg. Ils découlent de l'existence de plusieurs impuretés dans la matrice que des chercheurs ont déjà observées à savoir [67-71] :

- Le carbure d'aluminium (Al_4C_3) issu de la réaction:



La quantité de ce composé indésirable dans le composite est heureusement insignifiante. En principe sa formation est improbable dans nos conditions expérimentales pour plusieurs raisons ;

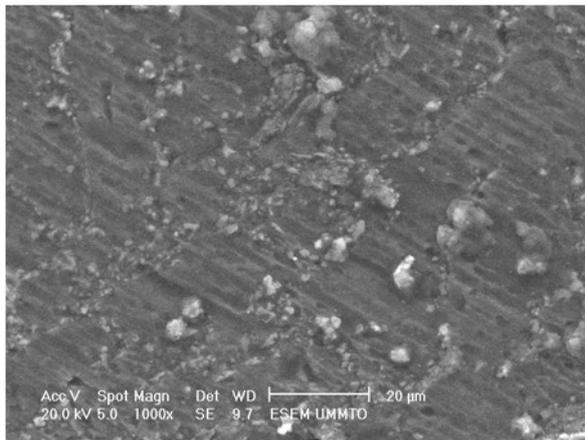


Figure. 22. Micrographie électronique. Bonne répartition des particules

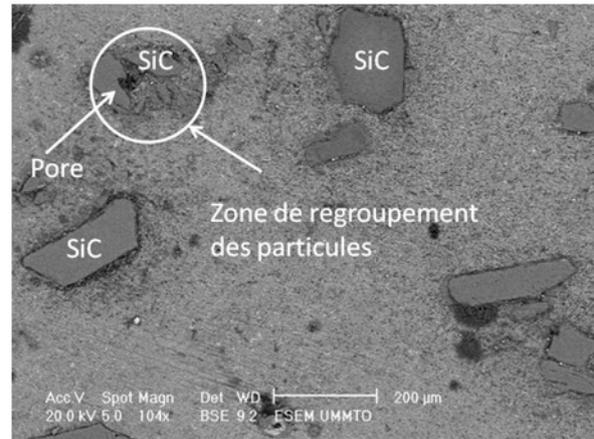


Figure .23.Micrographie électronique. Zone de microgroupement propice à la porosité

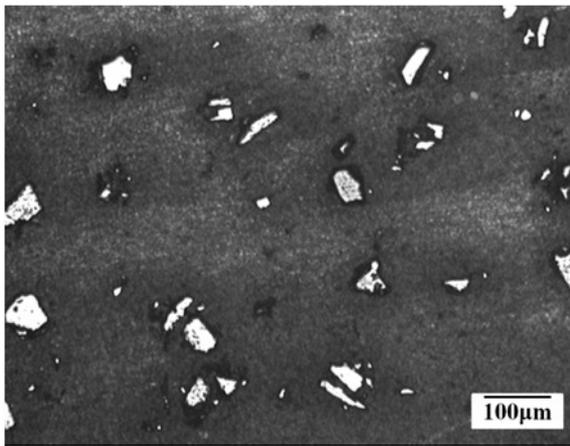


Figure.24.Bonne répartition des particules à 10% de de SiC et 300tr/min

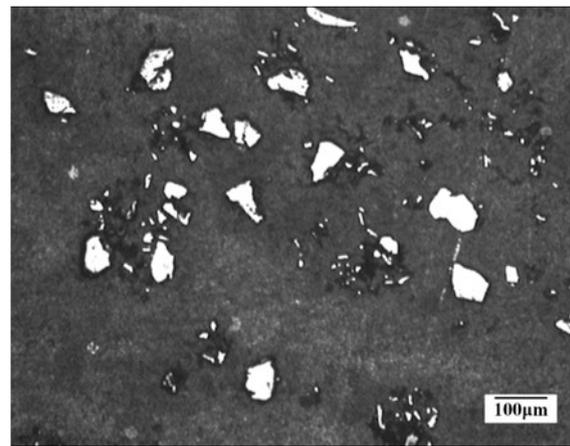


Figure.25 Tendance au regroupement à 20% de SiC et 300tr/min des petites particules

D' une part, il apparait à une température supérieure à 750°C avec un maintien prolongé du bain et un % supérieur en silicium d' autre part [68]. Or, toutes les précautions ont été prises au cours de l'élaboration (préchauffage des composants, fusion rapide, traitement du renfort, temps de malaxage réduit, température de coulée conforme). Cela suppose donc, qu'il pourrait y avoir d'autres raisons. Il s'agit peut être de la faiblesse de conductivité et de diffusivité thermique du SiC comme l'a suggéré Zhou dans ses travaux [67]. Nous avons aussi pu remarquer à travers les pics du radiogramme, l'existence de traces du composant K_2ZrF_6 que nous avons utilisé au traitement chimique du renfort avant l'incorporation des particules.

5. CONCLUSION

A la lumière des résultats obtenus tant structuraux que mécaniques par application de différentes vitesses de malaxage et un taux variable du renfort nous pouvons tirer les conclusions suivantes :

1-La vitesse de malaxage et le taux du renfort sont deux paramètres importants qu'il est primordial de maîtriser et l'action et l'étendue, car leur incidence est considérée comme directe sur la qualité métallurgique du produit fabriqué par cette technique.

En effet, une faible vitesse conduit à une agglomération des particules qui abaisse non seulement la fluidité nécessaire au remplissage des pièces mais aussi génère une porosité préjudiciable au comportement mécanique de matériau. De même une agitation vigoureuse complique davantage la

situation par augmentation de la teneur en porosité suite aux piégeages de gaz et l'introduction d'autres inclusions dans le bain et ce quelque soit le taux de renfort incorporé;

2- Les deux facteurs cités ne sont pas les seuls à prendre en considération; L'hétérogénéité granulométrique du renfort comme nous l'avons vu est aussi un paramètre à ne pas négliger. Une similitude des formes et dimensions de ce constituant contribuerait certainement à l'acquisition de bons résultats;

3-Pareillement une technique de fusion adéquate garantirait un produit de qualité.

REFERENCES

- [1] Prasada SV, Asthanab R. 2004. Aluminium metal-matrix composites for automotive applications: tribological considerations. *Tribology Letters*. Vol. 17 (3), pp 445–53.
- [2] Kocazac MJ, Khatri SC, Allison JE, Bader MG. 1993. MMCs for ground vehicle, aerospace and industrial applications. In: Süresh, et al, editor. *Fundamentals of metal matrix composites*. Guildford, UK: Butterworth. Pp.297-303.
- [3] Rohatgi PK. 1991. Cast aluminum matrix composites for automotive applications. *Vol.43 (4)*, pp 10 -15.
- [4] Chadwick GA, Heath PJ. 1990. Machining of metal matrix composites. *Metal Materials*. Vol. 2(6), pp 73 -76.
- [5] Surapa MK. February/April 2003. Aluminum matrix composites. Challenges and opportunities. *Sadhana* Vol. 28, Parts 1 & 2, pp. 319-334.
- [6] Mortensen A. 2001. Metal matrix composites: Matrices and processing. In *Encyclopedia of materials Science and technology* TW Clyne .ed. Elsevier.
- [7] Stucky M. 1989. Revue critique des renforts et des procédés d'élaboration des matériaux composites à matrice métallique. *FFA.90*, pp 31-39.
- [8] Miracle DB. 2005. Metal matrix composites from science to technological significance. *Composite Sciences Technology*. Vol.65, pp 2526-40.
- [9] Ralph B, Yuen HC, Lee WB. 1997. The processing of metal matrix composites – an overview. *Journal Materials Process Technology*. Vol. 63, pp 339-53.
- [10] Naslain R. 1985. Introduction aux matériaux composites. T.2, Matrices métalliques et céramiques. Éd. CNRS. 491 p.
- [11] Lloyd D.J. 1999. Particle reinforced aluminum and magnesium matrix composites. *International material review*. Vol.39, pp 1–23.
- [12] M K Surappa, P K Rohatgi. 1981. Preparation and properties of aluminum alloy ceramic particle Composites. *Journal. Materials. Sciences*. Vol. 16. pp 983-993.
- [13] Harrigan WC. 1998. Commercial processing of metal matrix composites. *Material Sciences Engineering A*, Vol (A) pp 244-75.
- [14] Degischer HP. 1997. Innovative light metals: metal matrix composites and foamed aluminum. *Material Design*. Vol.18 (4-6), pp 221-6.
- [15] Aquida SN, Ghazali MI, Hashim J. 2004. Effects of porosity on mechanical properties of metal matrix composite. *Jurnal Teknologi*, Vol.40A Malaysia Jun.: 17-32.
- [16] Schwartz MM. 1997. *Composite Materials: Processing, Fabrication and Application*. USA: Prentice Hall
- [17] Skibo M, Morris P L, Lloyd D J. 1988. Structure and Properties of Liquid Metal Processed SiC Reinforced Aluminum: Cast Reinforced Metal Composites. In: Fishman, S.G., and Dhingra, A.K. (eds.). *World Materials Congress*, pp 257-261.
- [18] Asthana R. 1998. Processing effects on the engineering properties of cast metal–matrix composites. *Advanced Performance Materials*. Vol. 5, pp213–55.
- [19] Xiandong S, Zhuoxuan L, Liuzhang O. 1997. The fabrication and properties of particle reinforced cast metal matrix composites. *Journal Material Process Technology*. Vol.63, pp 426–31.
- [20] Taha M. 2001. Practicalization of cast metal matrix composites. *Material Design*. Vol. 22, pp 431-41.
- [21] Hashim J, Looney L, Hashmi MSJ. 2001. The Wettability of SiC particles by molten aluminum alloy. *Journal Materials Process Technology*. Vol.119, pp 324-8.
- [22] Hashim J. 1999. Microstructure and Porosity Studies of Cast Al-SiCp Metal Matrix Composite. *Jurnal Teknologi*. Vol 31(A), pp1-12.
- [23] Ghosh P K, Ray S. 1987. Effect of Porosity and Alumina Content on the High Temperature Mechanical Properties of Compcast Aluminum Alloy –Alumina Particulate Composite. *Journal of Materials Science*. Vol. 22, pp 4077-4086.
- [24] Shorowordi KM, Laoui T, Haseeb A, Celis JP, Froyen L. 2003. Microstructure and interface characteristics of B4C, SiC and Al2O3. *Journal Materials Process Technology*. Vol. 142, pp738–43.

- [24] Surappa MK.1997. Microstructure evolution during solidification of DRMMCs: state of art, Journal of Materials Processing Technology .Vol .63, pp325-333.
- [25] Kennedy AR, Karantzalis AE. 1999. The incorporation of ceramic particles in molten Aluminum and the relationship to contact angle data. Material Sciences Engineering A Vol. A264, pp122-9.
- [26] Dolata-Grosz A, Dyzia M, OEleziona J .Issue May 2008.The formation of the structure of cast composites in different solidification conditions .Archives of Materials Science and Engineering Pages 13-16.
- [27] Cholewa M. 2005 Simulation of solidification process for composite micro-region with incomplete wetting of reinforcing particle, Journal of Materials Processing Technology .Vol.164-165 , pp 1181-1184.
- [28] Dolata-Grosz A., Dyzia M, leziona J. 2007.Solidification and structure of heterophase composite, Journal of Achievements in materials and manufacturing engineering .Vol.20 , pp103-106.
- [29] Myalski J, leziona J, Dyzia M. 2003. Characteristic of solidification aluminium alloys matrix composites, Archives of Foundry 3/10, pp 61-66 (in Polish).
- [30] Mattern A, Huchler B, taudenecker D, R, Oberacker, Nagel A, Hofmann MJ.2004. Preparation of interpenetrating ceramic-metal composites, Journal of the European Ceramic Society .Vol.24, pp 3399-3408
- [31] Garcia J, Hinojoza A, Gonzalz RC, Juarez I J, Surrapa MK. 2004. Effect of grain refinement treatment on the microstructure of cast Al-7Si-SiCp composites, vol. 386, n°1-2, pp. 54 -60.
- [32] Kannan S, Kishawy HA. .2008.Tribological aspects of machining aluminium metal matrix composites. Journal of Materials Processing Technology.Vol. 198,399-406.
- [33] Waly M A, Ibrahim K M, Abelazim AN. 2006.Structure and wear properties of SiC reinforced Al-Li alloy in the cast and heat treated conditions. Canadian metallurgical quarterly .Vol.45. pp 45
- [36] Tekmen C, Ozdemir I, Cocen U, Onel K. 2003.The mechanical response of Al/Si/Mg/SiCp composite. Influence of porosity. Materials Science and Engineering A.Vol.360, pp 365/371.
- [37] Balasivanandha Prabu S, Karunamoorthy L, Kathiresan S, Mohanb B. 2006.Influence of stirring speed and stirring time on distribution of particles in cast metal matrix composite. Journal of Materials Processing Technology .Vol.171 , pp 268-273.
- [38] Nai SML, Gupta M.2002. Influence of stirring speed on the synthesis of Al/SiC based functionally gradient materials. Composite Structure. Vol.57, pp 227-233.
- [39] Non ferrous alloys and special purpose materials. 1992. ASM International Handbook.Volume2: properties and selection.3470 p.
- [40] DMITRY G. ESKIN .2008.Physical Metallurgy of Direct Chill Casting of Aluminum Alloys. By Taylor & Francis Group, LLC.324p.
- [41] George E, Totten D, Scott MacKenzie.2003. Handbook of Aluminum Volume 1 Physical Metallurgy and Processes. Copyright by Marcel Dekker, Inc. New York.1309p
- [42] George E. Totten, D. Scott Mackenzie. 2004. Alloys production and manufacturing. Handbook of aluminum. Volume2. Copyright by Marcel Dekker, Inc New York .731p.
- [43] Gilbert Kaufman J. 2000.Introduction to Aluminum Alloys and Tempers. ASM International.
- [44] Urena A, Martinez EE, Rodrigo PL. 2004.Oxidation treatments for SiC particles used as reinforcement in aluminum matrix composites. Composite Sciences Technology .Vol. 64, pp 1843-54.
- [45] Rocher JP, Quenisset JM, Naslain R. 1989.Wetting improvement of C or SiC by Aluminum alloys based on a K2ZrF6 surface treatment : application to composite material casting, Journal Material. Sciences. vol.24, pp.2697-2703.
- [46] Hashim J, Looney L, Hashmi MSJ.1999.Metal matrix composites: production by the stir casting method, Journal Materials Process Technology .Vol.92/93, pp 1-7.
- [47] Hashim J, Looney L, Hashmi MS.J.2002. Particle distribution in cast metal matrix composites, Part 1, Journal Materials Process Technology Vol.123, pp251–257.
- [48] Hashim J, Looney L, Hashmi MSJ. 2002. Particle distribution in cast metal matrix composites, Part II, Journal Materials Process Technology.Vol. 123, pp 258–263.
- [49] Pratten N A. 1981 Review. The Precise Measurement of the Density of Small Samples, Journal Materials. Vol. 16. pp. 1737-47.
- [50] Classification des alliages d'aluminium. Notice d'information sur l'aluminium.2ieme partie .Métallerie 49.spécial soudage. Avril 2003
- [51] Nomenclature internationale des alliages d'aluminium de fonderie. 2003. CD. Collectif CTIF.
- [52] Atlas de micrographie quantitative des Al Si7Mg. 2005. Collectif. ETIF.
- [53] Malgorzata W. 2004.Aluminum- silicon casting Alloys. Atlas of Microfractographs. ASM International.

- [54] Chao Li, Wang Y J, Qin Ke, Li Shu Long.2016 The Research Status of the Wetting of Metal/Ceramic in the High Temperature Self-Lubricating Materials. International Journal of Materials Science and Applications. Vol. 5, No. 2, pp. 108-112.
- [55] Siljan OJ, Schoning C. 2003.Refractories for molten aluminum contact-part II: influence of pore size on aluminum penetration. Refractories Applications and News, vol. 8, no. 1, pp. 21–29.
- [56] Joaquin Aguilar- Santillan. Wetting of Al₂O₃ by Molten Aluminum. The Influence of BaSO₄ additions. Journal of Nanomaterials. Vol. 2008 Article ID 629185, 12 pages.
- [57] Eustathopoulos N. 2015. Wetting by Liquid Metals. Application in Materials Processing Metals Vol. 5, pp 350-370.
- [58] Lai, QQ, Zhang, L.; Eustathopoulos, N. 2013 Enhanced wetting of dual-phase metallic solids by liquid metals: A new effect of interfacial reaction. Acta Materialia. Vol, 61, pp 4127–4134.
- [59] Ourdjini A, Chew KC, Khoo BT. 2001. Settling of silicon carbide particles in cast metal matrix composite. Journal Materials Processing Technology. Vol.116, pp 72–76.
- [60] Aizenshtein M, Froumin N, Frage N.2014 Experimental Study and Thermodynamic Analysis of High Temperature Interactions between Boron Carbide and Liquid Metals. Engineering. Vol. 6, pp 849-868. <http://dx.doi.org/10.4236/eng.2014.613079>
- [61] Sohrabi Baba Heidary D, Akhlaghi F.2011. Theoretical and experimental study on settling of SiC particles in composite slurries of aluminum A356/SiC. Acta Materialia .Vol.59, pp 4556–4568.
- [62] Mohanakumara KC, Rajashekar H, Ghanaraja S, Ajitprasad SL.2014. Development and mechanical properties of SiC reinforced cast and extruded Al based metal matrix composite. Procedia Materials Science.Vol. 5 pp 934 – 943.
- [63] Meena K. L., Manna, A, Banwait, S. Jaswanti S.2013. An Analysis of Mechanical Properties of the Developed Al/SiC-MMC's, American Journal of Mechanical Engineers.Vol 1, pp. 14-19.
- [64] Himanshu Kala, KKS Merb, Sandeep Kumarc.2014. A Review on Mechanical and Tribological Behaviors of Stir Cast Aluminum Matrix Composites. Procedia Materials Science .Vol.6 pp 1951 – 1960.
- [65] MAZAHERY A, Ostad, SHABANI M.2012. Characterization of cast A356 alloy reinforced with nano SiC composites. Transactions of Nonferrous Metals. Society. China.Vol. 22, pp 275-280.
- [66] Silicon Carbide Ceramics, Structure and Properties of. Encyclopedia of Materials. 2001 Science and Technology.
- [67] Zhou W., Xu Z.M. 1997. Casting of SiC Reinforced Metal Matrix Composites. Journal of Materials Processing Technology.Vol. 63 .pp 358-363.
- [68] S Charles, Arunachalam VP.2003. Effect of particle inclusion on the mechanical properties of composites fabricated by liquid metallurgy, Indian Journal Engineering Materials. Science. Vol.10 pp 301.
- [69] Neelima D, Selvaraj C, N., Mahesh, V.2012. Micro structural aspects of Aluminum Silicon Carbide Metal Matrix Composite, International Journal of Applied Science and Engineering Research, Vol.2, pp. 250-254.
- [70] Lloyd DJ, 1989.Solidification microstructure of particulate reinforced aluminium/ SiC composites. Composite Science and Technology .Vol.35, pp 159-179.
- [71] Mortensen A. 1991.Interfacial phenomena in the solidification processing of metal matrix composites. Materials Science and Engineering, A Vol.135, pp 1- 11

REMERCIEMENTS

L'auteur adresse ses vifs remerciements aux:

- Responsables des entreprises « ETRAG » de Constantine et SNVI ROUIBA pour les charges métalliques et l'analyse chimique,
- Professeur Khelfaoui Yousef de l' Université de Bejaia pour la diffraction X,
- Professeur Athmani Amara de l'Université de Skikda et le laboratoire de recherche de l'université Mouloud Mammeri de Tizi Ouzou pour la microscopie électronique à balayage.