

# SOUTENANCE DE THESE DE DOCTORAT de Mme Hamiane Yasmine, le 15/05/2023

**THEME:** " Etude des cinétiques des réactions dans les matériaux composites".

Spécialité: Génie des matériaux

Filière: Génie mécanique

Département: Génie des matériaux

## **Résumé**

La performance d'un matériau dépend fortement de son évolution en fonction des conditions de son mise en service. Dans cette thèse de doctorat, une caractérisation des cinétiques de réaction dans les matériaux réfractaires et les matériaux composites métalliques multicouches élaborés par le procédé Accumulative Roll Bonding (ARB) en fonction de température a été effectuée. Un ensemble de techniques d'analyses complémentaire ont été utilisés, principalement ; Microscope optique et électronique à balayage (MEB) équipé d'un analyseur chimique par dispersion d'énergie (EDX), Spectromètre à fluorescence à rayons X (FRX) diffraction des rayons X (DRX), analyses thermiques par DSC/TG simultanée et dilatométrie différentielle, Les travaux ont pris en compte l'élaboration et la préparation des échantillons. L'étude comparative entre des briques réfractaire neuve (BN) et corrodée (BC) a montré quelles sont composé principalement de la magnésie-spinelle et que durant le service des briques, il se produit l'infiltration des phases constituant le clinker, à travers la matrice de la brique en conduisant à leur dégradation. La simulation expérimentale de la corrosion des BN, a montré la formation de nouvelles phases ( $\text{Ca}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7$  ;  $\text{Ca}_3\text{MgSiO}_4$  et  $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{MgSi}_3\text{O}_{12}$ ) qui sont connues par leur faible caractère réfractaire et qui peuvent être la source de la corrosion de briques BN. D'autre part, l'étude des changements microstructuraux se produisant lors de l'élaboration et du chauffage des composites multicouches Al/Fe élaborés par le procédé de laminage ARB a montré que la progression du procédé ARB, conduit à la striction des couches Al et Fe puis la fracture et à la dispersion des couches de Fe dans les couches d'Al sans qu'il y aura formation des couches d'interdiffusion aux interfaces Al-Fe. Contrairement aux résultats DSC, qui ont montré la production d'un seul effet exothermique, les résultats dilatométriques ont révélé plusieurs effets thermiques. Le suivi de l'évolution microstructurale des composites Al/Fe, en fonction de la température a montré que, pour le chauffage à des températures inférieures à 330 °C, à la production de la réaction de restauration dans les couches Al, qui produit une contraction importante et provoquant un ramollissement partiel de matériau. La formation du composé intermétallique  $\text{Al}_5\text{Fe}_2$  semble se produire pour des températures plus élevées et conduit à une dilatation très importante du matériau.

**Mot clés :** Composite ; Réfractaire, Composites multicouches ; Procédé ARB ; Corrosion ; Clinker ; Analyse thermique ; Changements microstructuraux.

## **Abstract:**

### **The study of Kinetic reactions in composites materials**

The performance of materials depends highly on its evolution with the variation of its work conditions. In this doctoral thesis, a characterization of the kinetic reaction in refractory materials and Al/Fe metal multilayered composite produced by ARB (accumulative roll bonding) process, as a function of temperature, was carried out. A set of complementary analysis techniques were used, essentially; optical microscope, Scanning Electron Microscope (SEM) coupled with an energy dispersive analyser (EDX), X-ray fluorescence (XRF), X-ray diffraction (XRD), Thermal analyses by a simultaneous (DSC/TG) and Dilatometry. The comparative study between the new (BN) and the corroded (BC) refractory bricks has shown that they are mainly composed of magnesia-spinel and that an infiltration of the clinker phases into the bricks matrix occurs under work condition, leading to their degradation. The experimental simulation of the BN bricks corrosion showed a formation of the new phases ( $\text{Ca}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7$ ;  $\text{Ca}_3\text{MgSiO}_4$  and  $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{MgSi}_3\text{O}_{12}$ ) which are known for their low refractoriness and that can be the source of the BN bricks corrosion. On the other hand, the study of the microstructural evolution occurring during elaboration and heating of the Al/Fe multilayer composites produced by the ARB process showed that the progress of the ARB process, leads to the necking of the Al and Fe layers then the fracture and the dispersion of the Fe

layers in the Al layers without formation of interdiffusion layers at the Al-Fe interfaces. In contrast to the DSC results, which showed the production of only one exothermic effect, the dilatometric results revealed significant thermal effects. The microstructural evolution of Al/Fe composites as a function of temperature has shown that, for temperatures lower than 330°C, recovery reaction occurs in the Al layers, which produces a big contraction and causes a partial softening of the material. The formation of the intermetallic compound  $\text{Al}_5\text{Fe}_2$  seems to occur at higher temperatures and leads to a significant expansion of the material. This effect is explained by the increase of the atomic specific volume.

## Key words

Composite; Refractory; Multilayered; ARB Process; Corrosion; Clinker; Thermal Analyze, Microstructural Evolution.

## ملخص :

### دراسة حركيات التفاعل في المواد المركبة

يعتمد أداء المادة بشدة على كافية تحولاتها الطورية أثناء استخدامها . في هذه الأطروحة ، تم تتبع حركيات التفاعل في المواد المقاومة للحرارة والمواد المركبة المعدنية المتعددة الطبقات Fe / Al المحضرة عن طريق عملية الترابط الدوراني التراكمي ARB باستخدام مجموع من التقنيات التحليلية التكاملية .

تم إجراء الملاحظات المجهرية المعدنية للمواد المدروسة عن طريق المجهر الإلكتروني البصري والمسح الضوئي(SEM) ومصان الأشعة السينية XRF حيود الأشعة السيني ( DRX ) . وتم إجراء المعالجات الحراري عن طريق التحليل الحراري ( TG/DSC ) وقياس التمدد . أظهرت دراسة المقارنة بين المادة المقاومة للحرارة الجديدة ( BN ) والمتآكلة ( BC ) أنه يتكون بشكل أساسى من المغنىسيا - الإسبيل وأنه ، حدث تسلل للأطوار المكونة للكلنكر إلى داخلها ، مما يؤدي إلى تأكلها . أظهرت المحاكاة التجريبية لتأكل المادة BN تشكيل أطوار جديدة :  $\text{Ca}_3\text{MgSiO}_4$ ;  $\text{Ca}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7$ ;  $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{MgSi}_3\text{O}_{12}$  المعروفة بطبعها الحراري المنخفض والتي يمكن أن تكون مصدر تأكل المادة BN من ناحية أخرى ، أظهرت دراسة التحولات الطورية التي تحدث أثناء تحضير وتسخين مركبات Fe / Al المتعددة الطبقات المحضرة بواسطة عملية ARB . أن موصل عملی ARB يؤدي إلى تشتت طبقات Fe بين طبقات Al ولا يؤدي إلى تكوين طبقة الانتشار . يؤدي التسخين المستمر ، عند درجة حرارة أقل من 330 درجة مئوية ، إلى حدوث تفاعل الاسترداد في طبقات Al ، مما ينتج عنه تقلص كبير ويسبب تليين جزئي للمادة . تبين أن تكوين المركب المعدني البيني  $\text{Al}_5\text{Fe}_2$  يحدث في درجات حرارة أعلى ويؤدي إلى تمدد كبير للمادة . هذا التأثير يفسر بزيادة الحجم النوعي الذري .

## الكلمات المفتاحية:

مركب ؛ المواد المقاومة للحرارة ؛ متعدد الطبقات ARB ؛ عملية ؛ تأكل؛ الكلنكر؛ التحليل الحراري؛ التحولات المجهرية.