

⑫

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

⑫① Numéro de dépôt: 89402986.7

⑫⑤ Int. Cl.⁵: **C22C 1/09**

⑫② Date de dépôt: 27.10.89

⑫③ Priorité: 21.11.88 FR 8815113

⑫④ Date de publication de la demande:
27.06.90 Bulletin 90/26

⑫⑧ Etats contractants désignés:
DE GB IT

⑫⑦ Demandeur: **AUTOMOBILES PEUGEOT**
75, avenue de la Grande Armée
F-75116 Paris(FR)

Demander: **AUTOMOBILES CITROEN**
62 Boulevard Victor-Hugo
F-92200 Neuilly-sur-Seine(FR)

⑫⑦ Inventeur: **Barthole, Michel**
7 rue de Bretagne
F-78140 Velizy(FR)

⑫⑦ Mandataire: **Durand, Yves Armand Louis et al**
CABINET WEINSTEIN 20, Avenue de
Friedland
F-75008 Paris(FR)

⑫④ Procédé de fabrication d'un matériau composite à matrice métallique, et matériau obtenu par ce procédé.

⑫⑦ La présente invention concerne essentiellement un procédé de fabrication d'un matériau composite à matrice métallique.

Ce composé est constitué par un renfort à base de fibres céramiques d'alumine ou d'alumine-silice formant un feutre dont la cohésion est assurée par un liant de silice, ce renfort étant imprégné sous haute pression par un alliage d'aluminium-silicium à l'état liquide comportant du magnésium, lequel alliage comporte une teneur en magnésium définie notamment en fonction de la teneur initiale en silice du renfort pour obtenir une réduction totale de la silice sans la formation d'un composé résiduel de magnésium-silicium au niveau de l'interface matrice-renfort.

Les matériaux composites obtenus par ce procédé peuvent être utilisés dans l'industrie automobile pour fabriquer par exemple les pièces d'un groupe moto-propulseur.

EP 0 375 473 A1

Procédé de fabrication d'un matériau composite à matrice métallique, et matériau obtenu par ce procédé.

La présente invention a essentiellement pour objet un procédé de fabrication d'un matériau composite à matrice métallique à base d'aluminium renforcée par des fibres de céramique.

Elle vise également un matériau composite obtenu par ce procédé.

On connaît déjà des matériaux composites se composant d'une part, d'un matériau de renfort à base de fibres céramiques telles que par exemple des fibres d'alumine ou d'alumine-silice, qui sont enchevêtrées à la manière d'un feutre dont la cohésion est assurée par un liant minéral, tel que par exemple un liant de silice, et d'autre part d'une matrice à base d'aluminium et constituée de préférence par un alliage d'aluminium-silicium.

Pour fabriquer le matériau composite, on imprègne sous haute pression, par exemple à l'aide d'une presse hydraulique, le matériau de renfort par l'alliage d'aluminium-silicium précité à l'état liquide.

Les matériaux composites du type ci-dessus sont notamment utiles dans l'industrie automobile, par exemple au niveau du groupe moto-propulseur des véhicules (bielles, pistons et culasse), dans lequel il est évidemment avantageux d'utiliser des pièces de masse réduite et présentant de bonnes caractéristiques statiques et dynamiques à température ambiante, et aux températures de fonctionnement, une bonne tenue à la fatigue thermique.

On sait également que les caractéristiques mécaniques, en particulier la limite de rupture et la limite de fatigue en flexion rotative, des matériaux composites ci-dessus à matrice en alliage d'aluminium-silicium et à renfort d'alumine-silice, sont dépendantes de la teneur en magnésium de l'alliage d'aluminium-silicium.

Plus précisément, on sait que, si l'on se reporte par exemple au document EP A 0204319, les meilleures caractéristiques mécaniques sont obtenues pour une teneur en magnésium comprise entre environ 0,5 % et 4 %.

Dès lors, pour une teneur en magnésium dans l'alliage en deçà de 0,5 % et au-delà de 4 %, les caractéristiques mécaniques de l'alliage d'aluminium-silicium ne sont pas satisfaisantes mais il n'a pas encore été proposé un procédé pour optimiser la teneur en magnésium de l'alliage afin d'optimiser les caractéristiques mécaniques du matériau composite, et en particulier la limite de rupture et la limite de fatigue en flexion rotative, à différentes températures.

Aussi, la présente invention a pour but de combler cette lacune en proposant un tel procédé.

A cet effet, l'invention a pour objet un procédé de fabrication d'un matériau composite à matrice métallique, constitué par un renfort à base de fibres d'alumine ou d'alumine-silice formant un feutre dont la cohésion est assurée par un liant de silice, ledit renfort étant imprégné sous haute pression par un alliage d'aluminium-silicium liquide comportant du magnésium, caractérisé en ce que ledit alliage comporte une teneur en magnésium définie notamment en fonction de la teneur initiale en silice du renfort, pour obtenir une réduction totale de la silice sans la formation d'un composé résiduel de magnésium-silicium au niveau de l'interface matrice-renfort.

Selon une autre caractéristique de ce procédé, la teneur en magnésium de l'alliage est donnée par la relation suivante :

$$Mg \% = 80 \frac{v_f \cdot \rho_f \cdot (s + l)}{l_m + v_f (\rho_f - \rho_m) - v_f \cdot \rho_f (1 + l)},$$

dans laquelle :

Mg % est la teneur massique en magnésium ;

V_f est le renforcement volumique du composite (volume de fibres/volume du composite) ;

ρ_f est la masse volumique des fibres ;

s est la teneur massique en silice des fibres ;

l est la teneur massique en liant du feutre de fibres ; et

ρ_m est la masse volumique de la matrice.

Suivant encore une autre caractéristique, le procédé de l'invention consiste à rendre l'erreur par excès affectant, dans la formule précitée, la teneur en magnésium de l'alliage donnée par cette formule, inférieure au seuil d'apparition du composé Mg₂Si au niveau de l'interface matrice-renfort.

On précisera encore ici que l'imprégnation du renfort par l'alliage est effectuée à des vitesses d'imprégnation comprises entre 5 et 50 mm s⁻¹ et avec des pressions d'imprégnation comprises entre 30 et 150 MPa.

Selon encore une autre caractéristique du procédé de l'invention, le matériau composite, après imprégnation, subit un traitement thermique comprenant une mise en solution, une trempe et un revenu.

L'alliage utilisé pour fabriquer le matériau composite est, suivant un mode de réalisation préféré, un alliage à base d'aluminium contenant de 5 à 12 % de silicium et de 3 à 5 % de cuivre.

L'invention vise également un matériau composite obtenu par le procédé répondant à l'une et/ou l'autre des caractéristiques ci-dessus, ce matériau composite présentant des caractéristiques mécaniques optimales pour une utilisation dans l'industrie automobile par exemple.

Mais d'autres avantages et caractéristiques de l'invention apparaîtront mieux dans la description détaillée qui suit.

Si l'on effectue des essais sur des matériaux composites à matrice métallique, on constate que ceux présentant des caractéristiques mécaniques optimales sont ceux où l'on maîtrise avec précision les liaisons physico-chimiques au niveau de l'interface renfort-matrice, cette maîtrise dépendant essentiellement de la teneur en magnésium dans la matrice et également du traitement thermique que subissent les matériaux composites en question.

Ces matériaux doivent répondre aux conditions suivantes.

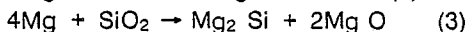
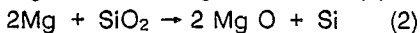
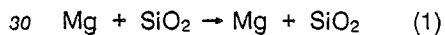
La teneur en magnésium résiduel dans la matrice doit être nulle, de façon à empêcher toute évolution de l'interface, lorsque le matériau est soumis à des températures élevées.

La teneur en magnésium de l'alliage aluminium-silicium doit être limitée de façon à empêcher la dégradation de l'alumine des fibres de renfort.

Enfin, la teneur en magnésium de l'alliage doit être optimisée, de façon à maîtriser la degré des liaisons d'interface.

Dès lors, comme on le comprend, il importe de déterminer avec précision la teneur en magnésium dans l'alliage qui permet la réduction maximum de la silice du renfort (liant minéral, surface des fibres) et la formation de spinelles aux interfaces fibres-matrices.

Il apparaît que dans la fabrication des matériaux composites concernés, les trois réactions chimiques suivantes sont mises en cause :



L'étape (1) sans réaction d'oxydo-réduction, ne permet pas une liaison d'interface.

L'étape (3) montre qu'il y a formation à l'interface de Mg₂Si qui fragilise considérablement le matériau.

Par contre, l'étape (2) est à prendre en considération et selon l'invention, la teneur en magnésium dans l'alliage permettant la réduction totale de la silice sans la formation d'un composé résiduel de Mg₂Si au niveau de l'interface, est donnée par la formule suivante :

$$\text{Mg \%} = 80 \cdot \frac{V_f \cdot \rho_f \cdot (s + l)}{\rho_m + V_f (\rho_f - \rho_m) - V_f \cdot \rho_f (1 + l)}$$

dans laquelle :

Mg % est la teneur massique en magnésium ;

V_f est le renforcement volumique du composite (volume de fibres/volume du composite) ;

ρ_f est la masse volumique des fibres ;

s est la teneur massique en silice des fibres ;

l est la teneur massique en liant du feutre de fibres ; et

ρ_m est la masse volumique de la matrice.

On comprend donc que cette relation, qui peut être considérée comme exprimant la valeur approchée par excès de la teneur en magnésium dans l'alliage, tient notamment compte de la teneur initiale en silice du liant et des fibres du matériau de renfort.

Si l'on applique la relation ci-dessus avec les valeurs suivantes :

- Alliage d'aluminium ρ_m ≈ 2,9 g cm⁻³ ;

- 20 % de renfort d'Al₂O₃ δ (ρ_f = 3,3 g cm⁻³) ;

$V_f = 0,20$; $s = 0,03$, liant silice ($l = 0,05$),

On obtient une teneur en magnésium Mg % sensiblement égale à 1,80.

Il a été constaté que le matériau composite avec la teneur en magnésium ci-dessus présente des caractéristiques mécaniques optimales.

5 Mais on décrira ci-après en détail la composition d'un alliage d'aluminium-silicium pour matériaux composites selon cette invention.

Cet alliage est un alliage à base d'aluminium dont la teneur en silicium peut être comprise entre 5 % et 12 %, et de préférence égale à 5 % de façon à réaliser un bon alliage de fonderie. Cet alliage comporte en outre une teneur en cuivre comprise entre 3 et 5 %, ce qui améliore les propriétés mécaniques en
10 température de la matrice.

Enfin, la teneur en magnésium est calculée selon la relation ci-dessus établie en fonction du renfort de fibres et du liant minéral utilisé.

Comme cela a été décrit précédemment, un matériau composite selon cette invention est fabriqué par imprégnation sous haute pression du renfort de fibres par l'alliage d'aluminium-silicium.

15 Selon un mode de réalisation préféré, l'imprégnation est effectuée à une vitesse réduite, constante et contrôlée pouvant être comprise entre 5 et 50 mm s⁻¹, tandis que la solidification est effectuée sous une haute pression pouvant être comprise entre 30 et 150 MPa.

D'une manière typique, la première phase de l'imprégnation peut être effectuée à une vitesse comprise entre 10 et 20 mm s⁻¹ et la seconde phase à une pression comprise entre 100 et 150 MPa.

20 Après l'imprégnation, le matériau composite obtenu peut subir un traitement thermique comprenant avantageusement les phases suivantes :

- Mise en solution destinée à l'homogénéisation de la teneur en cuivre dans la matrice, et à la migration du magnésium vers la fibre pour créer l'étape matérialisée par la réaction (2) donnée ci-dessus ;

- trempe, et

25 - revenu pour bénéficier du durcissement structural de la matrice lié à la présence du cuivre.

On a donc réalisé suivant l'invention un matériau composite à matrice métallique présentant d'excellentes caractéristiques mécaniques, notamment en température, par le fait que l'on peut déterminer pour l'alliage contenu dans ce matériau une teneur en magnésium permettant une réduction totale de la silice et une absence totale d'un composé résiduel de magnésium-silicium au niveau de l'interface matrice-renfort.

30 Bien entendu, l'invention n'est nullement limitée au mode de réalisation décrit et illustré qui n'a été donné qu'à titre d'exemple.

Elle comprend tous les équivalents techniques des moyens décrits ainsi que leurs combinaisons si celles-ci sont effectuées suivant son esprit.

35

Revendications

1. Procédé de fabrication d'un matériau composite à matrice métallique, constitué par un renfort à base de fibres d'alumine ou d'alumine-silice formant un feutre dont la cohésion est assurée par un liant de silice, ledit renfort étant imprégné sous haute pression par un alliage d'aluminium-silicium à l'état liquide
40 comportant du magnésium, caractérisé en ce que ledit alliage comporte une teneur en magnésium définie notamment en fonction de la teneur initiale en silice du renfort, pour obtenir une réduction totale de la silice sans la formation d'un composé résiduel de magnésium-silicium au niveau de l'interface matrice-renfort.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la teneur en magnésium de l'alliage est
45 donnée par la relation suivante :

$$50 \quad \text{Mg \%} = 80 \frac{V_f \cdot \rho_f \cdot (s + l)}{\rho_m + V_f (\rho_f - \rho_m) - V_f \cdot \rho_f (1 + l)},$$

dans laquelle :

55 Mg % est la teneur massique en magnésium ;

V_f est le renforcement volumique du composite (volume de fibres/volume du composite) ;

ρ_f est la masse volumique des fibres ;

s est la teneur massique en silice des fibres ;

l est la teneur massique en liant du feutre de fibres ; et
 ρ_m est la masse volumique de la matrice.

3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce qu'il consiste à rendre l'erreur par excès affectant, dans la formule précitée, la teneur en magnésium de l'alliage donnée par cette formule, inférieure
 5 au seuil d'apparition du composé Mg^2Si au niveau de l'interface matrice-renfort.

4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'imprégnation du renfort par l'alliage est effectuée à des vitesses d'imprégnation comprises entre 5 et 50 $mm\ s^{-1}$ et avec des pressions d'imprégnation comprises entre 30 et 150 MPa.

5. Procédé suivant l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le matériau composite
 10 subit un traitement thermique comprenant une mise en solution, une trempe et un revenu.

6. Procédé selon l'une des revendication 1 à 4, caractérisé en ce que l'alliage précité est un alliage à base d'aluminium contenant de 5 à 12 % de silicium et de 3 à 5 % de cuivre.

7. Matériau composite obtenu par le procédé selon l'une des revendications 1 à 6.

15

20

25

30

35

40

45

50

55



DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
A	WORLD PATENT INDEX, FILE SUPPLIER, résumé An-86-045994/07, Derwent Publications Ltd, Londres, GB; & JP-A-61 000 538 (TOKAI CARBON K.K.) 06-01-1986 * Résumé *	1,3,7	C 22 C 1/09
A	EP-A-0 291 441 (LANXIDE TECHNOLOGY CO. LP) * Page 5, lignes 18-48 *	1	
A	EP-A-0 236 729 (TOYOTA JIDOSHA K.K.) * Page 9, lignes 4-25 *	1	
A,D	EP-A-0 204 319 (TOYOTA JIDOSHA K.K.)		
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
			C 22 C
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 26-02-1990	Examineur ASHLEY G.W.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	