

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE SAAD DAHLAB DE BLIDA 1
FACULTE DE TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT DE MECANIQUE

Projet de Fin d'Etudes
Pour l'obtention du Diplôme de Master en
Génies Des Matériaux
Génie mécanique

Titre :

**Elaboration et caractérisation d'un matériau composite
à matrice métallique**

Proposé et encadré par : Réalisé par :

Dr: Chiker Nabil

Sayah Mahmoud

Bensafia toufik

Année universitaire 2021/2022.

Remerciement :

Mes remerciements à dieu tout puissant pour Plains volonté, la santé et la patience qu'il m'a donnée toujours.

Je tiens à remercier chaleureusement mon promoteur : Docteur Chiker Nabil d'avoir accepté de diriger ce travail et de m'avoir prodigué des conseils scientifiques, ont été précieux et des orientations pour la réalisation de ce travail.

Des remerciements aux membres du jury, pour l'intérêt et d'avoir accepté de juger ce travail.

A l'ensemble des enseignants qui ont contribué à ma formation ainsi que tout le personnel administratif qui, a participé au bon déroulement de ce travail, les enseignants du département de génie mécanique. Pour sa disponibilité, sa patience et ses conseils qu'ils ont prodigués.

Mes remerciements vont aussi à tous mes parents, mes enseignants, mes amis.

A tous ceux qui, par leur encouragement ou leur amitié.

Dédicace ...

Je dédie ce travail :

A mon parente

A mes frères et sœurs et à tous ma famille

A tous ceux qui m'ont aidé à finir ce mémoire.

Résumé

Dans cette étude, nous rapportons la microstructure et la caractérisation tribologique des composites de l'acier modifier M50 avec la phase Max Ti_3SiC_2 , Le composite a été élaboré à partir de 5, 10, 15 et 20 9% en poids de la phase MAX qui a complètement réagi avec la matrice M50 à température de frittage de 1050 °C pendant 4 h, la phase MAX s'est décomposée en Ti_3SiC_2 ont diffusé dans la matrice M50.

Mots clés :

Composite, phase max, microscope optique, traitement thermique, matrice, renfort, la dureté.

Table des matières

Introduction générale.....	1
Chapitre I : Matériaux composites à matrice métallique.....	2
I.1 Introduction :	3
I.2 Définition :	3
I.3 Familles des composites	4
I.3.1 Matériaux composites de grande diffusion :	4
I.3.2 Matériaux composites de hautes performances :	4
I.4 Classification des matériaux composites :	4
I.5 Composant	4
I.5.1 La matrice :	5
I.5.2 Les renforts :	7
I.6 Matériaux composites structuraux :	8
I.6.1 Monocouches :	9
I.6.2 Stratifiées :	9
I.6.3 Sandwichs :	10
I.7 Composite à matrice métallique	11
I.7.1 Structure des composites à matrice métallique	11
I.7.2 Propriétés de matrice métallique	11
I.7.3 Fabrication	12
II Chapitre II : les phases MAX	13
II.1 Historique	14
II.2 Définition et structure	15
II.3 Propriétés des phases MAX	18
II.3.1 Propriétés mécaniques	18
II.3.2 Propriétés thermiques	21
II.3.3 Propriétés électriques	22
II.3.4 Propriétés chimiques	23
II.4 La synthèse	24
II.4.1 Synthèse des phases MAX en vrac	24
II.4.2 Synthèse par des films minces	24
II.4.3 Synthèse des poudres de phase MAX	25
II.5 Domaine d'application des phases MAX	25
III Chapitre III : Matériaux de l'étude et techniques expérimentale	26
III.1 Introduction :	27

III.2	Matériaux d'étude :	27
III.3	Mélanges de poudre :	27
III.4	Compactage :	28
III.5	Frittage des mélanges :	29
III.6	Polissage mécanique :	29
III.7	Microscope :	30
III.8	La dureté :	30
III.9	Tribologie :	31
IV	Chapitre IV : Résultats et discussion.....	32
IV.1	Introduction.....	33
IV.2	Microscope optique.....	33
IV.3	La dureté	35
IV.4	La tribologie.....	37
V	Conclusion général.....	40
	Références bibliographiques	41

Liste des tableaux

TableauII.1: Quelques phases MAX synthétisées.....	15
TableauII.2 : Conductivité thermique de quelques composés binaires et ternaires ..	22
Tableau II.3: Valeurs de la conductivité et de la résistivité électriques de quelques phases MAX et de composés binaires de base.....	23
TableauIII.1: mélanges de poudres avec 5 %, 10 %, 15 %, 20 % en poids de Ti ₃ SiC ₂ dans la matrice M50.	27
TableauIV.1 : les valeurs de la dureté.	36

Liste des figures

Figure I.1: Matériaux composite.	3
FigureI.2: Différents constituants d'un matériau composite.....	5
Figure I.3: Classification des matrices.....	5
FigureI.4: Classification des renforts.	7
Figure I.5: Différentes formes de renforts continus.	8
Figure I.6: composite Monocouches.	9
Figure I.7: Constitution d'un stratifié.....	10
Figure I.8: Composite sandwichs.	10
Figure II.1: Eléments constitutifs des phases MAX.	16
Figure II.2: Structure cristalline des phases MAX.....	17
FigureII.3 : Maille élémentaire de Ti ₃ SiC ₂ et enchaînement de plans.....	17
Figure II.4: Mode de glissement des dislocations dans les phases MAX : théorie des kink-band.	19
Figure II.5: Déplacement des lignes de dislocations dans les nanolamelles de phases MAX.	20
Figure II.6: Courbe de Déformation-contrainte pour la phase MAX Ti ₃ SiC ₂ à 1300 °C	21
Figure III.1 : Le mélangeur.	28
Figure III.2: Presse de compactage de poudre.	28
Figure III.3: Graphe de traitement thermique	29
FigureIII.4 : machine de polissage.	29
FigureIII.4 : Microscope optique (MO).	30
FigureIII.5 : Appareille de dureté Vickers (INOVAEST NEMESIS 9100).	31

Figure III.6: Tribomètre	31
Figure IV.1: OBSERVATION AU MICROSCOPE DES DIFFERENTS POURCENTAGES DE Ti ₃ SiC ₂ A 50X (A :M50, B : 5%, C : 10%, D : 15%, E : 20%).....	33
Figure IV.2: OBSERVATION AU MICROSCOPE DES DIFFERENTS POURCENTAGES DE Ti ₃ SiC ₂ A 100X (F :M50, G : 5% , H : 10% , I : 15% , J : 20%)	34
FigureIV.3 : Observation au MICROSCOPEDES DIFFERENTS POURCENTAGES DE Ti ₃ SiC ₂ A 200X (K :M50, L : 5% , M : 10% , N : 15% , O : 20%).....	35
Figure IV.4: Histogramme de la dureté.....	Erreur ! Signet non défini.
Figure IV.5: Les graphes de la variation du coefficient de frottement (μ) par rapport à une distance de glissement de 100 m et charges de 1 N.	37
Figure IV.6: La variation du coefficient de frottement (μ) par rapport à une distance de glissement de 100 m et charges de 5 N.	38

Introduction générale

L'élaboration de nouveaux matériaux plus performants, tant du point de vue de comportement mécanique que des propriétés physique –chimique, constitue le principal défi des chercheurs en sciences et génie des matériaux. En effet, les exigences inhérentes à l'évolution du monde industriel pousse les chercheurs à essayer de remplacer des matériaux ayant montré des limites pour certains usages.

Ces nouveaux matériaux peuvent remplacer largement les céramiques traditionnelles et les alliages selon les exigences industrielles comme les applications aux températures très élevées. Les métaux comme le Fe, Co et le Ni présentent des propriétés ferromagnétiques intéressantes, c'est dans cet ordre d'idées, que nous avons procédé à l'élaboration d'un composite à matrice métallique et renfort de particules de phases MAX.

L'objectif de ce travail consiste à l'élaboration et la caractéristique d'un matériau composite a matrice métallique de fer avec des particules de phases MAX par la technique du frittage. A ce titre, nous avons choisi une poudre à base de fer (Acier M50) comme matrice et le phases MAX en poudres comme renfort qui sont : Ti_3SiC_2 .

Notre mémoire st organisé comme suit :

Une première partie bibliographique composée de deux chapitres :

Le premier chapitre porte sur des généralités sur les matériaux composites, plus précisément les composites à matrice métalliques.

Le deuxième chapitre décrit les généralités sur les phases MAX : historique, structure chimique et cristallographique et familles des phases MAX et leurs différentes propriétés ainsi que les récents travaux réalisés dans ce domaine.

Une deuxième partie expose les matériaux qu'on a choisi pour cette étude, en abordant les procédures d'élaboration des composites (préparation des mélanges, leur broyage, compactage et frittage) et les techniques expérimentales utilisées pour la caractérisation (microscope optique MO, la dureté et la tribologie).

La troisième partie est dédiée aux résultats expérimentaux obtenus dans le cadre de cette étude et à leur discussion et interprétation.

Une conclusion porte sur la récapitulation des résultats obtenus et des perspectives.

Chapitre I : Matériaux composites à matrice métallique

I.1 Introduction :

Les matériaux composites sont de plus en plus utilisés dans l'industrie. Aujourd'hui, ils occupent une place majeure parmi les matériaux car ils disposent d'atouts importants par rapport aux matériaux traditionnels. Ils apportent de nombreux avantages fonctionnels : légèreté, résistance mécanique et chimique, maintenance réduite, liberté de formes. Ils permettent d'augmenter la durée de vie de certains équipements grâce à leurs propriétés mécaniques et chimiques. Ils contribuent au renforcement de la sécurité grâce à une meilleure tenue aux chocs et au feu. Ils offrent une meilleure isolation thermique ou phonique et pour certains d'entre eux, une bonne isolation électrique. Ils enrichissent aussi les possibilités de conception en permettant d'alléger des structures et de réaliser des formes complexes, aptes à remplir plusieurs fonctions. Les matériaux composites sont utilisés dans de nombreux domaines tels que le domaine de transport, de sports et de loisirs, de bâtiment, ou encore de médecine. En chaque domaine d'application, les performances remarquables des matériaux composites sont à l'origine de solutions technologiques innovantes. [1]

I.2 Définition :

Un matériau composite est constitué de l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux de natures différentes. Leur association est complémentaire et permet d'aboutir à un matériau dont les performances recherchées seront supérieures à celles des composants pris séparément. Un matériau composite est constitué dans le cas le plus général d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. La phase discontinue, appelée renfort ou matériau renforçant, est habituellement plus dure avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue appelée matrice. [2]

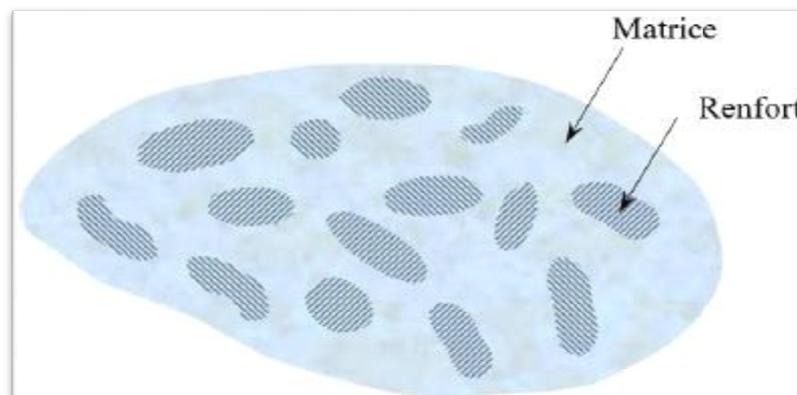


Figure I.1: Matériaux composite. [2]

I.3 Familles des composites

On distingue deux types de composites : les composites de grandes diffusions et les composites hautes performances.

I.3.1 Matériaux composites de grande diffusion :

Ce sont les matériaux composites plastiques renforcés. 95% de ces matériaux sont renforcés en fibres de verre, 90% de ces matériaux sont thermodurcissables (90% sont à base polyester, 4% oxydes). [3]

I.3.2 Matériaux composites de hautes performances :

Ce sont les composites à matrice métallique, leur utilisation est à haute température, exemple : Al-Al₂O₃, Al-SiC, Ti-SiC. Ces composites sont utilisés généralement en aéronautique. [3]

I.4 Classification des matériaux composites :

Selon la nature de la matrice, on distingue trois grandes classes de composites, considérées ici par ordre croissant de tenue en température:

- Les composites à matrice organique (CMO).
- Les composites à matrice métallique (CMM).
- Les composites à matrice céramique (CMC).

Les matériaux utilisés comme renforts présentent de bonnes propriétés mécaniques intrinsèques (carbone, alumine, silice, bore, kevlar. Acier, nitrure et carbure de silicium...). Les renforts continus ou fibres longues procèdent d'un diamètre qui varie selon leur nature, entre quelques micromètres et une centaine de micromètres.

Les matrices polymères renforcées par des fibres de verre, sont employées dans les produits de grande diffusion, et possèdent une grande importance. Les fibres de carbone et de kevlar sont utilisées dans pour des applications plus spécifiques de hautes performances telles que l'aéronautique et l'aérospatiale. D'autres types de renforts sont employés tels que des billes (verre, élastomère...) et des charges (fibres broyées, écailles, poudres...). L'utilisation de ces composites (CMP) reste limitée au domaine de températures inférieures à 200°C [4].

I.5 Composant

Les principaux constituants sont le renfort et la matrice. Le renfort a pour rôle d'apporter au matériau composite ses performances mécaniques élevées. La matrice qu'on appelle aussi

liant, son rôle est de transmettre aux fibres les sollicitations mécaniques extérieures et de protéger les fibres vis-à-vis des agressions extérieures. [5]

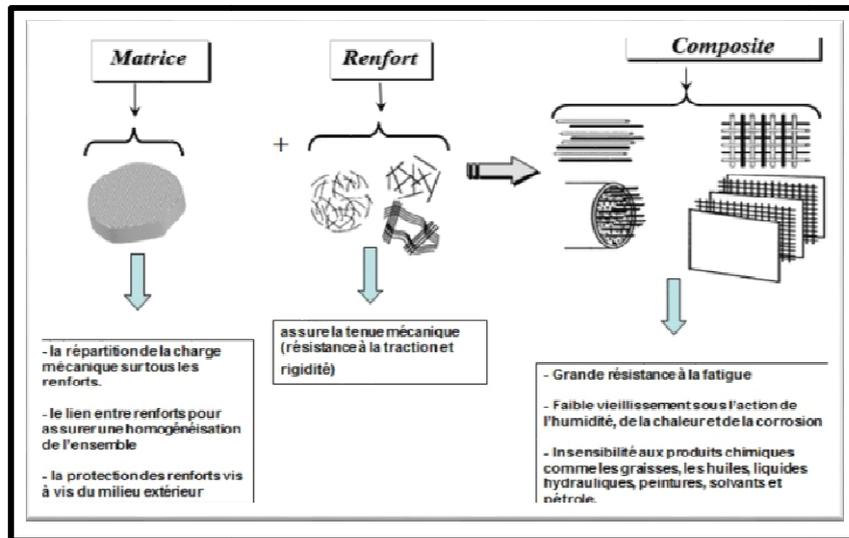


Figure I.2: Différents constituants d'un matériau composite. [6]

I.5.1 La matrice :

Le rôle de la matrice est principalement de lier les fibres, mais aussi, d'assurer une répartition spatiale homogène du renfort. D'un point de vue mécanique, la matrice transmet et répartie les efforts extérieurs vers le renfort répartie les efforts extérieurs vers le renfort. D'un autre côté, elle apporte à la structure une tenue chimique et donner la forme désirée au produit [7] (figure 3).

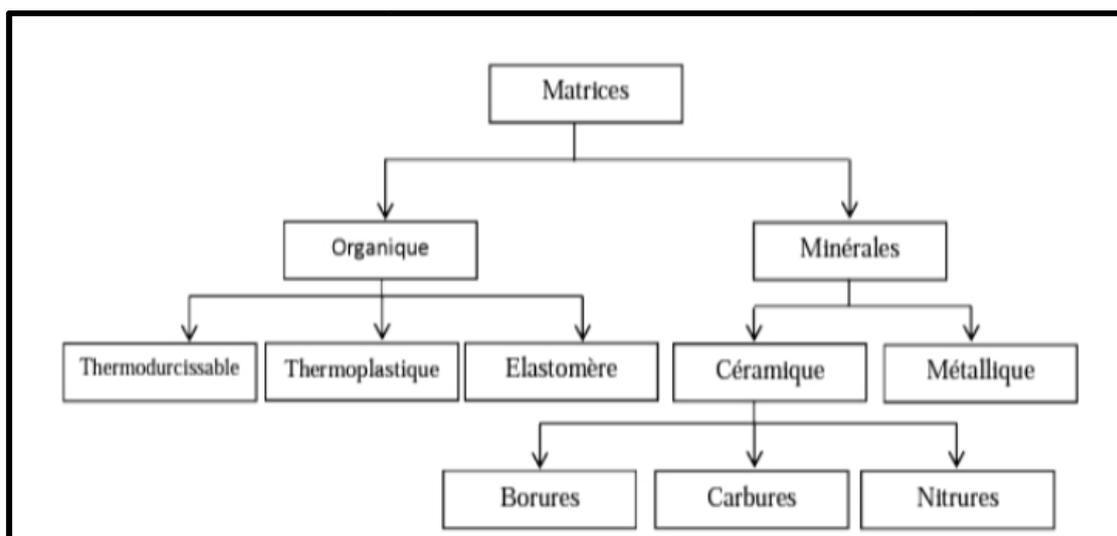


Figure I.3: Classification des matrices. [8].

I.5.1.1 Les matrices organiques :

Les matrices organique ou polymère sont les plus couramment rencontrées dans les composites de grande diffusion. Associées à des fibres de verre, d'aramide ou de carbone, elles ont un faible module et une faible résistance à la traction, mais se prêtent facilement à l'imprégnation des renforts pour leur fabrication. La structure des thermoplastiques se présente sous forme de chaînes linéaires, ils ont besoin d'être chauffés pour les mettre en forme. Le refroidissement par contre permet de les fixer (les chaînes se bloquent). Pour les cas des thermoplastiques l'opération est réversible. La structure des thermodurcissables possède la forme d'un réseau tridimensionnel, le durcir dans ce cas est définitive, la transformation est donc irréversible matrice. [7]

A). Les matrices thermodurcissables :

Les résines thermodurcissables ont des propriétés mécaniques élevées. Ces résines ne peuvent être mises en forme qu'une seule fois. Elles sont en solution sous forme de polymère non réticulé en suspension dans des solvants. [9]

B). Les résines thermoplastiques :

Polymères linéaires ou ramifiés, qui peuvent être ramollis par chauffage et durcis par refroidissement plusieurs fois, elles sont fréquemment utilisées seules (sans renfort et sans charge), dans ce cas on peut plus les considérer comme matériaux composites, leurs propriétés intrinsèques sont suffisantes pour permettre la réalisation d'objets et de pièces à fonction diverses. [10]

I.5.1.2 Les matrices métalliques :

L'imprégnation de renforts par un alliage liquide étant une opération techniquement délicate, en pratique seuls les alliages d'aluminium sont utilisés dans ce type de technique, associés à des fibres ou particules de graphite ou de céramiques. Ils sont faciles à mettre en œuvre car leur température de fusion est relativement basse. Le compromis obtenu entre la ténacité de la matrice métallique et la rigidité des renforts donne au composite des caractéristiques mécaniques intéressantes par rapport à l'alliage seul, surtout au-dessus de 200°C. Leur coût de mise en œuvre élevé réserve les composites à matrice métallique aux applications aéronautiques et spatiales. [11]

I.5.1.3 Matrices Céramiques :

Des composites à matrices céramiques peuvent être obtenus par imprégnation de préformés de fibres (métaux, verres, aramides, carbone, céramique) soit par des suspensions liquides, ensuite frittées en température sous haute pression, soit par des gaz réactifs permettant un dépôt en place des fibres (notamment pour les composites carbone-carbone). [11]

I.5.2 Les renforts :

Les renforts assurent les propriétés mécaniques du matériau composite et un grand nombre de fibres est disponible sur le marché en fonction des coûts de revient recherchés pour la structure réalisée. Les renforts constitués de fibres se présentent sous les formes suivantes : linéique, tissus surfaciques, multidirectionnelle. [12]

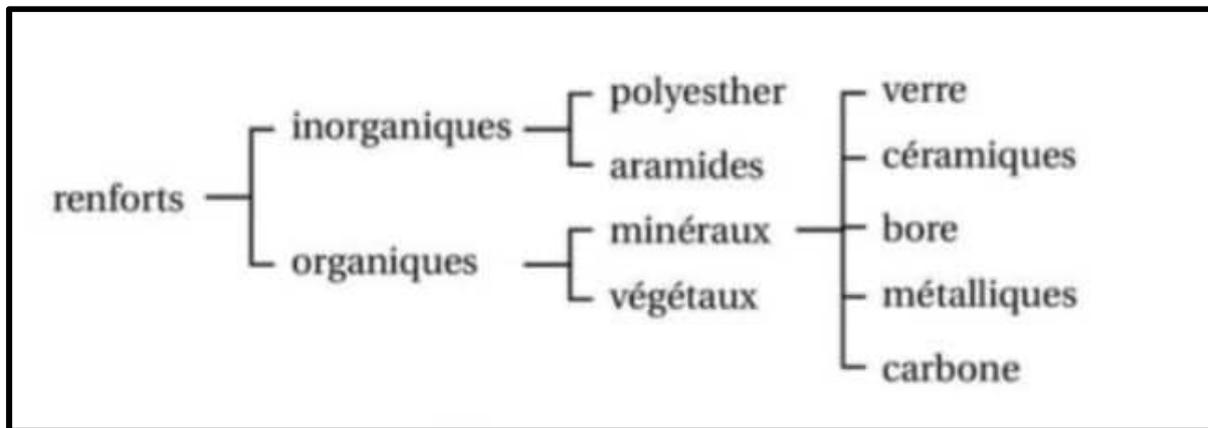


Figure I.4: Classification des renforts.

I.5.2.1 Les différents renforts des matériaux composites :

A. Renfort en fibres discontinues :

Des fibres courtes, ou particules (charges sous forme de microbilles, de fibres broyées, d'écaillés ou de poudre), permettent d'améliorer certaines propriétés de la matrice (résistance à l'usure, propriétés thermiques, poids). Celle-ci reste l'élément de base et on obtient alors un « polymère renforcé ». [13]

B. Renfort continu :

Sous forme de fibres longues qui sont généralement utilisées pour des composites

HP. Cette forme fibreuse offre une résistance à la rupture et souvent un module d'élasticité beaucoup plus élevée que ceux du même matériau massif, avec une augmentation de la longueur de 10000 fois, ou bien pour le même volume, la surface est multipliée par 100 dans le cas des fibres de verre. [13]

Ces renforts ont le rôle d'assurer la bonne tenue mécanique des composites et sont disposés au sein du matériau en fonction des propriétés recherchées. Pour créer une structure résistante adaptée aux contraintes mécaniques, il existe plusieurs architectures de renforts :

- Unidirectionnelle (nappes ou roving), bidirectionnelle (tissus ou complexes 2D),
- Tridimensionnelle (fibres orientées suivant trois directions).

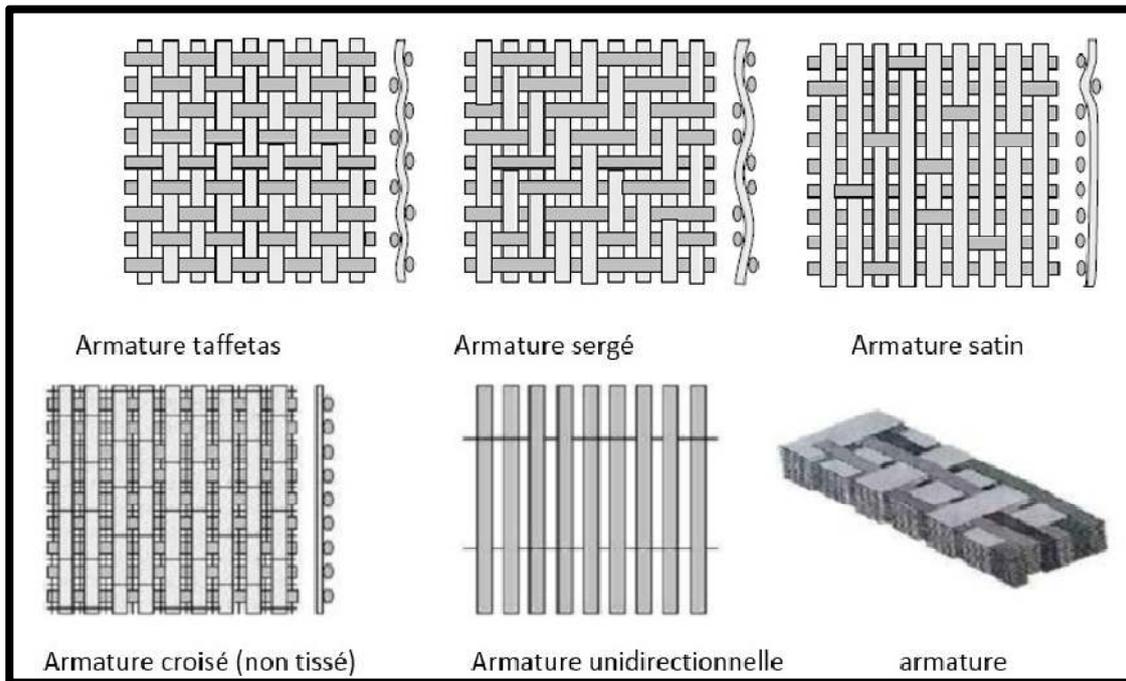


Figure I.5: Différentes formes de renforts continus. [13]

I.6 Matériaux composites structuraux :

Les structures des matériaux composites peuvent être classées en trois types :

- Les monocouches
- Les stratifiées
- Les sandwichs

I.6.1 Monocouches :

Les monocouches représentent l'élément de base de la structure composite. Les différents types de monocouches sont caractérisés par la forme du renfort : à fibres longues (unidirectionnelles 1D, réparties aléatoirement), à fibres tissées, à fibres courtes... [14]

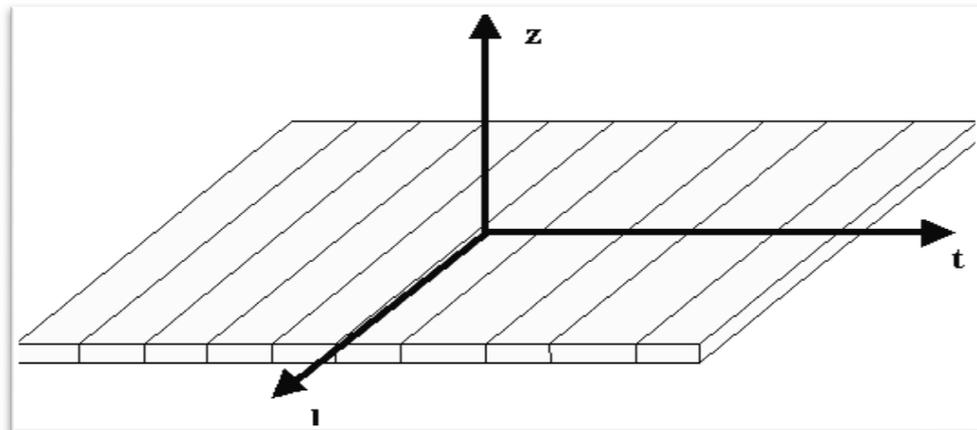


Figure I.6: composite Monocouches. [13]

I.6.2 Stratifiés :

Les stratifiés sont constitués de couches successives (appelées parfois plis) de renforts (Fils, stratifiés, mat, tissus, etc.) imprégnés de résines.

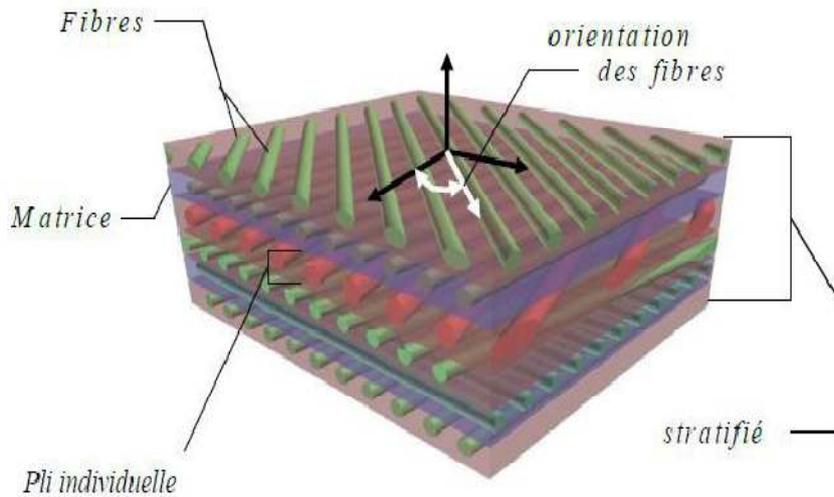


Figure I.7: Constitution d'un stratifié [14].

I.6.3 Sandwichs :

Matériaux composés de deux semelles (ou peaux) de grande rigidité et de faible épaisseur enveloppant une âme (ou cœur) de forte épaisseur et faible résistance.

L'ensemble forme une structure d'une grande légèreté. Le matériau sandwich possède une grande légèreté en flexion et c'est un excellent isolant thermique.

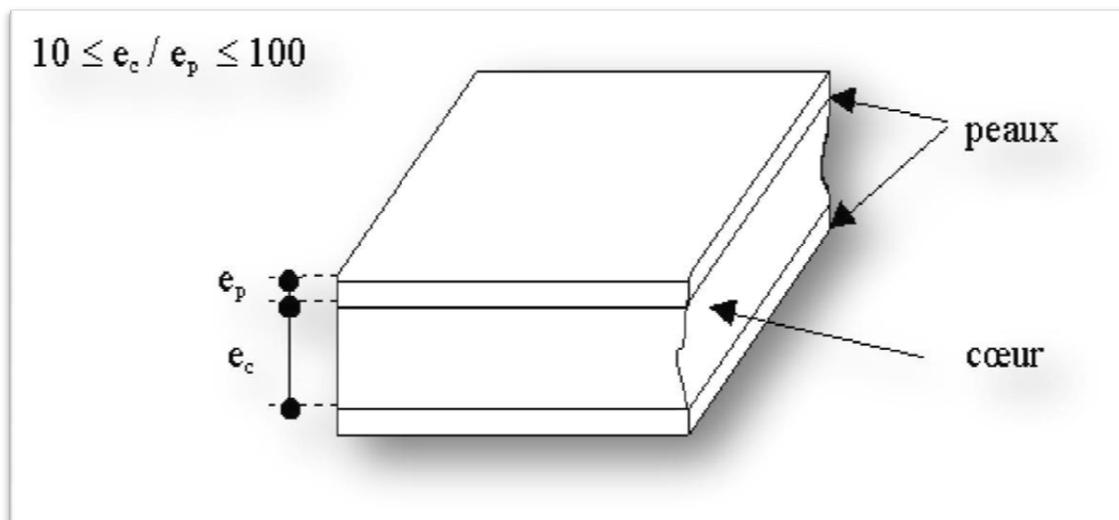


Figure I.8: Composite sandwichs. [13]

I.7 Composite à matrice métallique

Les matériaux composites à matrices métalliques (CMM) sont constitués d'une matrice en métal (aluminium, titane, magnésium, molybdène, cobalt et cuivre) et d'un renfort en matériau à caractéristiques distinctes (céramique, métallique ou intermétallique). La matrice métallique donne au matériau composite de nouvelles propriétés : de meilleures propriétés mécaniques, une meilleure résistance au feu et à la température, une meilleure conductivité électrique et thermique [15].

I.7.1 Structure des composites à matrice métallique

La matrice d'un CMM est généralement constituée d'un métal léger (aluminium, magnésium, titane, etc.). Le renfort se compose :

I.7.1.1 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.

I.7.1.2 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). Un avantage de ces composites est que la matrice étant métallique, ses caractéristiques mécaniques intrinsèques sont généralement bonnes.

I.7.2 Propriétés de matrice métallique

Le compromis obtenu entre la ténacité de la matrice métallique et la rigidité des renforts donne au CMM des caractéristiques mécaniques intéressantes par rapport à l'alliage seul, surtout au-dessus de 200 °C.

I.7.3 Fabrication

La fabrication de ces composites est relativement complexe dans la mesure où l'on doit assurer une bonne cohésion matrice/renfort et avoir simultanément :

- Une fabrication avec la matrice en phase liquide ou semi-solide pour assurer une fluidité suffisante pendant l'imprégnation des renforts.
- Une température de fusion de la matrice peu élevée pour ne pas détériorer les renforts et éviter toute réaction entre la matrice et les renforts

Chapitre II : les phases MAX

II.1 Historique

Les phases MAX ont été synthétisées pour la première fois par Nowotny et son équipe dans les années 1960-70 dans le cadre de leurs travaux sur les carbures et nitrures mixtes. L'attention de ces chercheurs s'est portée sur deux phases, le Ti_3SiC_2 et le Ti_3GeC_2 , de type H (différentes des phases dites de Hagg) [16].

Les phases H étudiées par Nowotny et al étant, en majorité, de composition chimique M_2AX ou M est un métal de transition, A un élément des groupes IIIA et/ou IVA et X représente le carbone ou l'azote, une nouvelle nomenclature apparaît par la découverte d'autres ternaires à savoir le Ti_3SiC_2 et Ti_3AlC_2 . La formule chimique devient alors $M_{n+1}AX_n$ d'où le nom des phases MAX [16].

Toutefois, en 1972, Nick et al étudièrent le comportement de la phase Ti_3SiC_2 et montrèrent que cette phase est atypique et se caractérise par une très importante anisotropie : la dureté dans la direction perpendiculaire aux plans de base est 3 fois supérieure à celle parallèle aux plans de base. Comme la structure de cette phase n'était pas monophasée, la présence des phases secondaires a rendu la connaissance des propriétés intrinsèques de la phase Ti_3SiC_2 difficile, ce qui a plongé à nouveau ces matériaux dans l'obscurité [16].

En 1993, Pampuch et al parvinrent à synthétiser Ti_3SiC_2 avec une pureté de l'ordre de 80 à 90% en volume. L'étude des propriétés mécaniques de cette phase montra qu'elle présente une bonne rigidité, ayant des modules de Young et de cisaillement de 326 GPa et 135 GPa respectivement et que ce matériau est usinable. De plus, ce matériau présente une faible dureté relativement à celle des céramiques, ce qui faisait de lui un matériau assimilable à un métal plutôt qu'à une céramique. Ainsi, Ti_3SiC_2 a été qualifié de céramique ductile, bien que ces deux mots puissent paraître contradictoires. Malgré cette découverte les phases MAX ne furent pas des sujets de recherches attirant l'attention de la communauté scientifique [16].

Ce n'est qu'en 1996 que la phase MAX Ti_3SiC_2 sous forme massive de haute pureté a été synthétisée et étudiée dans le cadre d'un programme de recherches mené par le professeur M. W. Barsoum. La technique de synthèse par compression isostatique à haute température (HIP) a été mise à profit et a permis l'obtention de massifs purs de Ti_3SiC_2 . Des progrès considérables ont été réalisés dans la compréhension des propriétés intrinsèques de ce type de matériaux. Ces propriétés sont en effet voisines de celles des céramiques (dureté élevée, très haute température de décomposition, rigidité à température élevée) tout en ayant des

Chapitre II : les phases MAX

caractéristiques des métaux (bonne conductivité électrique et thermique, usinabilité, ductilité et tolérance à l'endommagement) [17].

Catégorie 211	Catégorie 312	Catégorie 413
<p>Ti₂CdC, Se₂InC, Ti₂AlC, Ti₂GaC, Ti₂InC, Ti₂TiC, V₂AlC, V₂GaC, Cr₂GaC, Ti₂AlN, Ti₂GaN, Ti₂InN, V₂GaN, Cr₂GaN, Ti₂GeC, Ti₂SnC, Ti₂PbC, V₂GeC, Cr₂AlC, Cr₂GeC, V₂PC, V₂AsC, Ti₂SC, Zr₂InC, Zr₂TiC, Nb₂AlC, Nb₂GaC, Nb₂InC, Mo₂GaC, Zr₂InN, Zr₂TiN, Zr₂SnC, Zr₂PbC, Nb₂SnC, Nb₂PC, Nb₂AsC, Zr₂SC, Nb₂SC, Hf₂InC, Hf₂TiC, Ta₂AlC, Ta₂GaC, Hf₂SnC, Hf₂PbC, Hf₂SnN, Hf₂SC.</p>	<p>Ti₃AlC₂, V₃AlC₂, Ti₃SiC₂, Ti₃GeC₂, Ti₃SnC₂, Ta₃AlC₂.</p>	<p>Ti₄AlN₃, V₄AlC₃, Ti₄GaC₃, Ti₄SiC₃, Ti₄GeC₃, Nb₄AlC₃, Ta₄AlC₃.</p>

Tableau II 1: Quelques phases MAX synthétisées.

II.2 Définition et structure

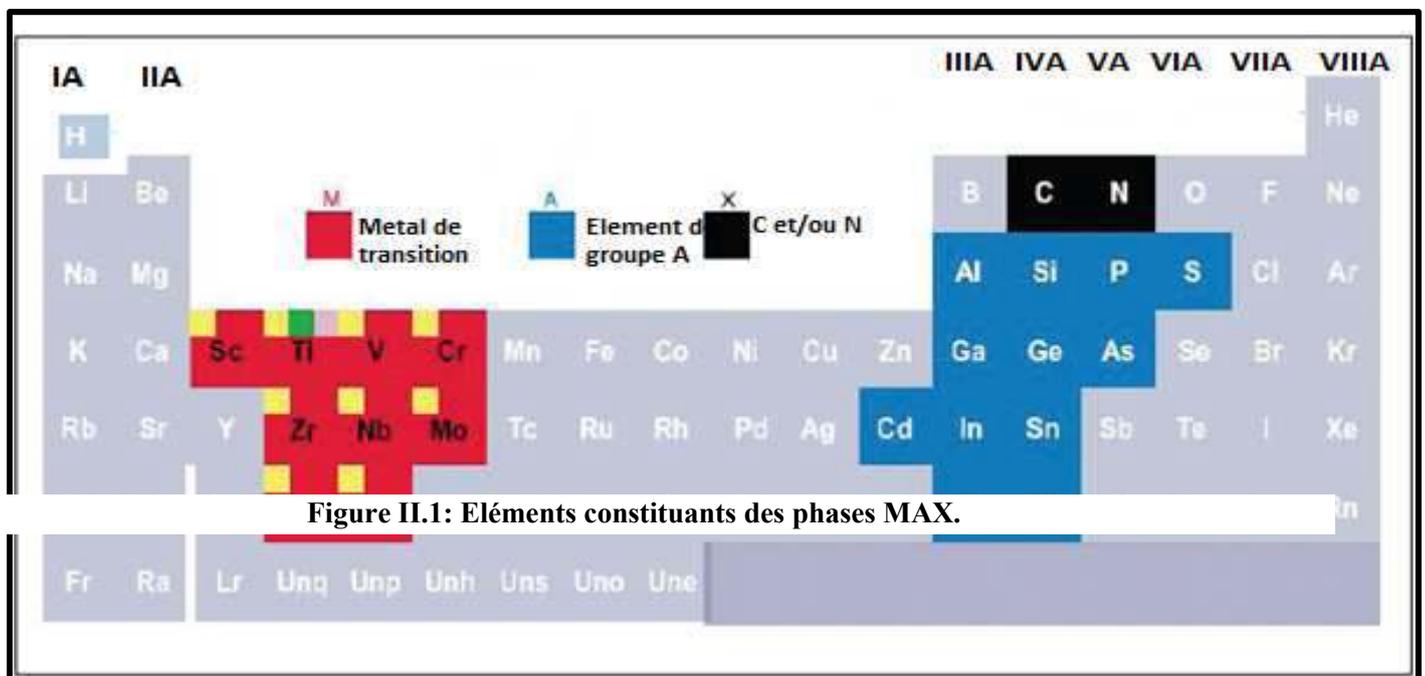
Les phases MAX tiennent leur nom de leur composition chimique $M_{n+1}AX_n$ où M est un métal de transition des groupes IIIB à VIB (Ti, Cr, Zr, Nb, Hf...), A est un élément des groupes IIIA à VIA (Al, Si, P, S, Ga, Ge, As, In, Sn) et X soit l'azote (N) ou le carbone (C) comme il peut être une combinaison des deux [16].

Les phases MAX sont un groupe de composés ternaires en couches de formule générale $M_{n+1}AX_n$ (M : métal de transition précoce ; A : élément du groupe A ; X : C et/ou N ; n=1–3), qui combinent certaines propriétés des métaux, telles qu'une bonne conductivité électrique et thermique, une usinabilité, une faible dureté, résistance aux chocs thermiques et tolérance aux dommages, avec celles de la céramique, telles que modules élastiques, résistance à haute température et résistance à l'oxydation et à la corrosion. La publication des articles sur les phases MAX a montré une augmentation presque exponentielle au cours de la dernière décennie. L'existence d'autres phases MAX a été signalée ou proposée. En plus d'enquêter sur cette activité, la synthèse des phases MAX sous formes de vrac, de films et de poudres est

Chapitre II : les phases MAX

revue, ensemble avec leurs propriétés physiques, mécaniques et de corrosion/oxydation. Des recherches récentes et développement a révélé un potentiel pour l'application pratique des phases MAX (en particulier utilisant les voies de frittage sans pression et de revêtement par dépôt physique en phase vapeur) ainsi que de MAX composites à base. Les défis pour l'avenir immédiat sont d'explorer plus avant et caractériser les phases MAX signalées à ce jour et faire de nouveaux progrès pour faciliter leur application industrielle [18].

Les phases MAX sont toutes des structures hexagonales dont le groupe d'espace est P63/mmc. Ils se composent de couches alternées presque serrées d'octaèdres M₆X entrelacées de couches d'atomes A purs. Le M₆X octaèdres, similaires à ceux qui se forment dans le MX



respectif carbures binaires, sont connectés les uns aux autres par bords.

Les principales différences dans les structures du 211, 312 et 413 phases se trouvent dans le nombre de couches M dans entre toutes les deux couches A. Comme on peut le voir sur la figure II.2, deux, trois et quatre couches M existent entre chaque deux couches A en cristal de Ti₂SC, Ti₃SiC₂ et Ta₄AlC₃ structures respectivement. De tels arrangements atomiques conduisent aux structures en couches caractéristiques des phases MAX.

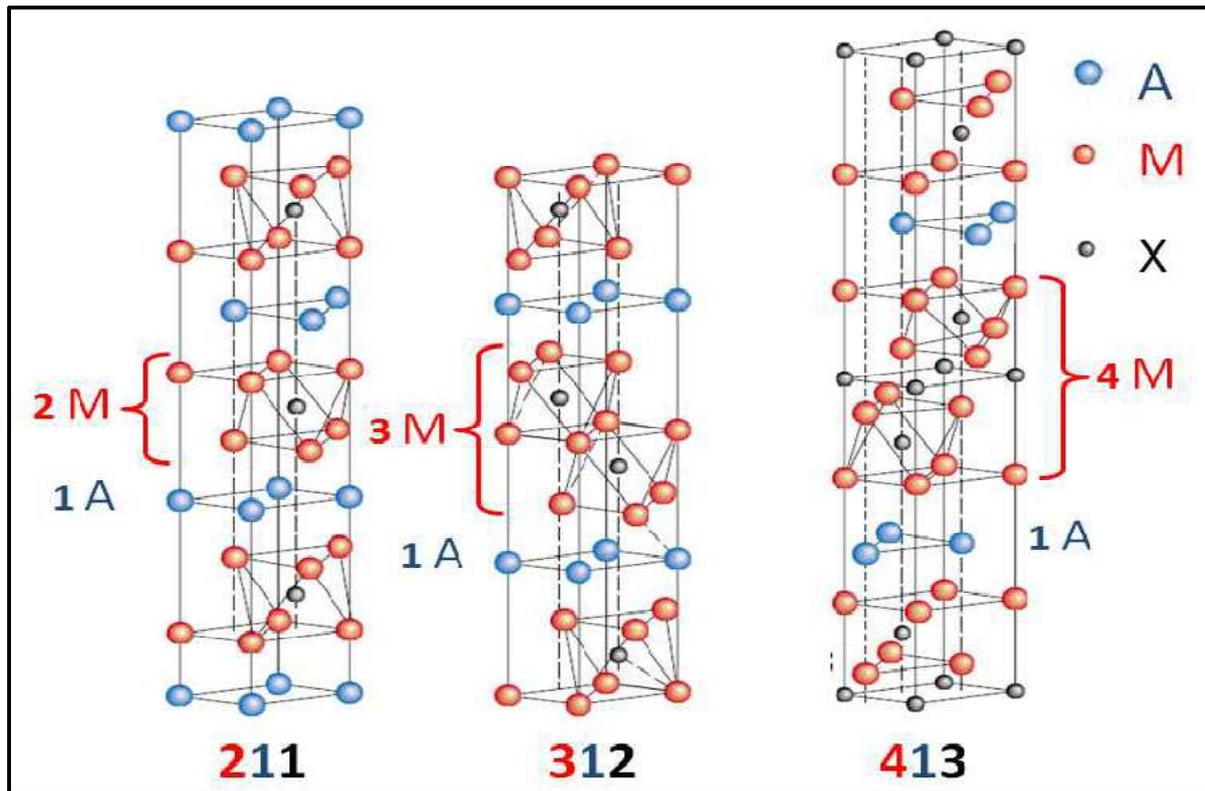


Figure II.2: Structure cristalline des phases MAX.

La phase MAX Ti_3SiC_2 appartient à la catégorie 312 avec des paramètres de maille a et c valant de $3,07 \text{ \AA}$ / $17,67 \text{ \AA}$. Tout comme la structure des autres phases 312, la maille élémentaire de la phase MAX Ti_3SiC_2 se présente comme un stratifié d'octaèdres de TiC séparés par des plans du Si, comme le montre la figure 9.

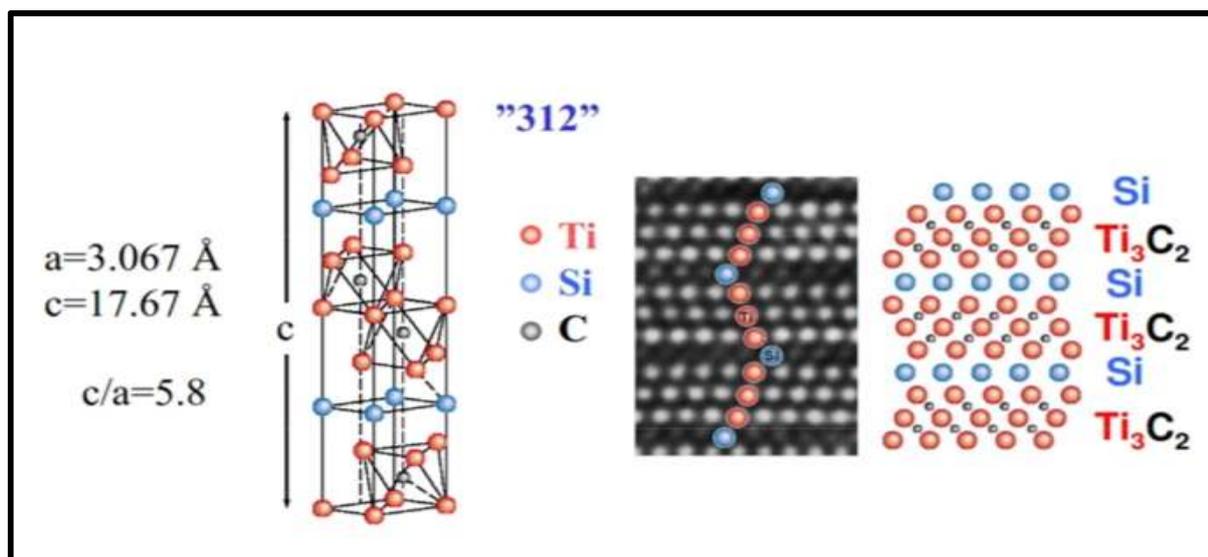


Figure II.3: Maille élémentaire de Ti_3SiC_2 et enchainement de plans.

II.3 Propriétés des phases MAX.

Les phases MAX combinent les meilleures propriétés physiques, thermiques, chimiques et électriques qu'il est intéressant de développer.

II.3.1 Propriétés mécaniques

La dureté des phases MAX est faible et plutôt anisotrope par rapport à la dureté des matériaux isotropes. Les duretés de ces phases ternaires synthétisées jusqu'à présent sont généralement comprises entre 2 et 5 GPa. Grande rigidité, un module de Young qui est proportionnel avec n ; autour de 300GPa pour les phases avec $n > 1$, bien que cette valeur soit intermédiaire aux carbures.

Le Ti_3SiC_2 a un module d'Young d'environ 320GPa et un module de cisaillement de 140GPa. Le coefficient de Poisson est de l'ordre de 0,2 pour les phases MAX synthétisées.

Les phases MAX sont polycristallines et très anisotrope. La déformation se fait essentiellement par glissement dans les plans de base. Des systèmes de glissement de dislocation particulièrement simples et actifs dès la température ambiante, ils sont très favorisés et engendrent des déformations au niveau des plans pouvant être assimilées à des déformations de feuilles, comme le montre la figure II .4 (Partie a. et b.). Les parties c. et d. illustrent l'effet des déformations de plan sur le grain, en forme de palette, de la phase MAX. Les parties e. et f. schématisent l'évolution de la déformation dans le cas d'un effort de compression sur un grain de phases MAX. Les parties g. et h. montrent le mode de déformation induit par les sollicitations composées (compression-flexion).

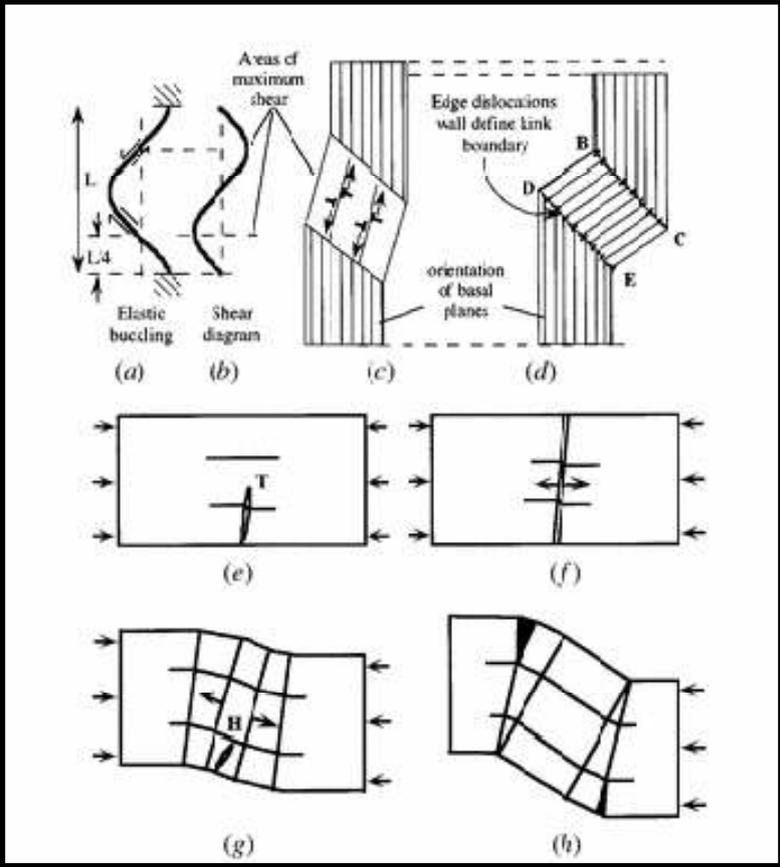


Figure II.4: Mode de glissement des dislocations dans les phases MAX : théorie des kink-band[17].

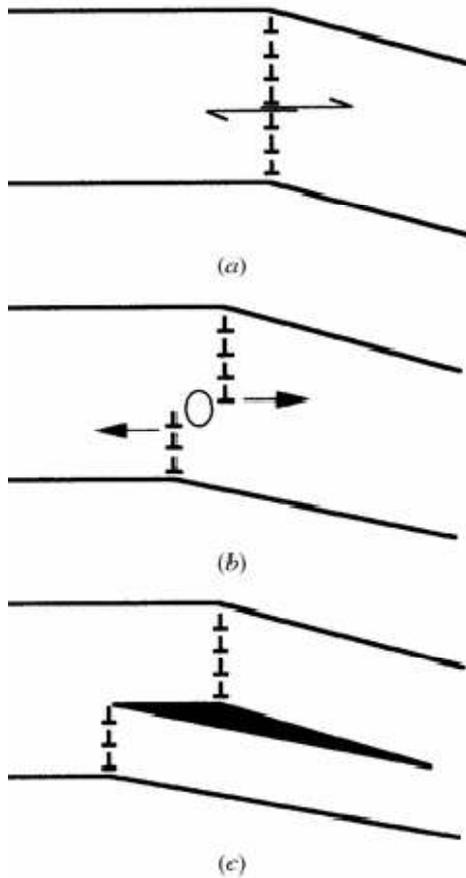


Figure II.5: Déplacement des lignes de dislocations dans les nano lamelles de phases MAX[17].

Les courbes déformation-contrainte des composés Ti_3SiC_2 montrent qu'à température ambiante et pour une vitesse de déformation de $5 \times 10^{-3} s^{-1}$, la rupture est fragile. La contrainte à la rupture est en fonction de la taille des grains : pour les microstructures à petits grains elle a lieu à 1GPa, et pour celles à gros grains à environ 700MPa. A $1200^\circ C$ il apparaît une zone non linéaire dans la courbe déformation-contrainte suivie d'une région de durcissement. A $1300^\circ C$, la réponse déformation-contrainte en compression, présente trois étapes, voir Fig. II.6. Sont respectivement A : un régime élastique, B : l'étape de déformation inélastique et C : un adoucissement avant rupture. Les allongements à la rupture dépendent de la température mais aussi de la vitesse de déformation [19].

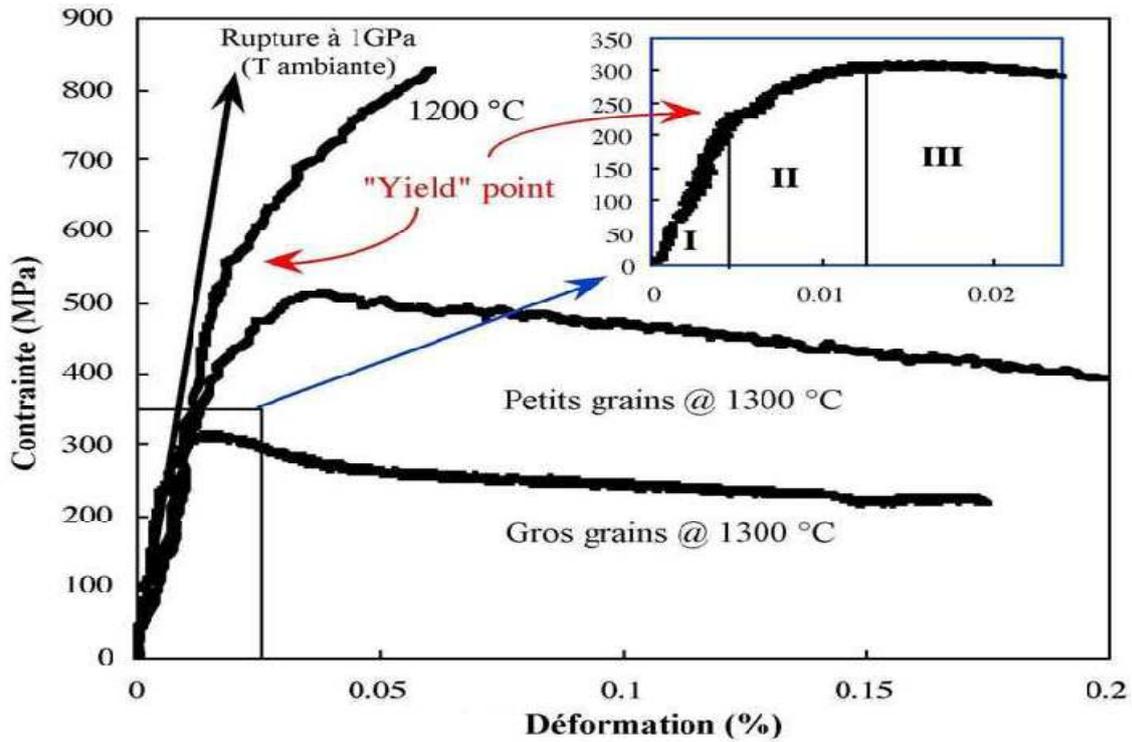


Figure II.6: Courbe de Déformation-contrainte pour la phase MAX Ti₃SiC₂ à 1300 °C [19].

II.3.2 Propriétés thermiques

D'une manière générale, les phases MAX sont connues comme étant de bons conducteurs thermiques. Le comportement thermique des phases MAX dépend de l'énergie de liaisons des atomes A dans la structure : s'ils sont faiblement liés, les couches de A peuvent constituer de puissants centres de diffusion des phonons, la contribution de K_{ph} à K_t se trouve alors réduite. De plus, comme dans le cas des carbures ou nitrures binaires, il existe de fortes interactions phonons-défauts ponctuels.

La conductivité thermique totale K_t est donnée par la formule suivante : $K_t = K_e + K_{ph}$

Où K_e est la contribution des électrons à la conductivité totale et K_{ph} est la contribution des phonons à la conductivité totale [16].

Le tableau II.2. Donne les valeurs de la conductivité totale et les contributions de quelques phases MAX comparées à celles des carbures- nitrures de base à titre de comparaison [16].

Composé	K_t (W/m•K)		300 K		1300 K	
	300 K	1300 K	K_e	K_{ph}	K_e	K_{ph}
Ti ₃ SiC ₂	34	33	33 (97%)	1 (3%)	32 (97%)	1 (3%)
Nb ₂ SnC	17.5	30.5	12.5 (72%)	5 (28%)	25 (82%)	5 (18%)
Ti ₄ AlN _{2,9}	12	20	2.8 (23%)	9.2 (77%)	10 (50%)	10 (50%)
Ti ₂ AlC	46	36	20 (43%)	26 (57%)		
TiC _x	33.5	39	12 (36%)	21.5 (64%)	24 (66%)	15 (38%)
TiC _{0.96}	14.4	33.4	7.35 (50%)	7.05 (50%)		
TiN _{0.99}	27.4	45.3	29.4			

Tableau II.2: Conductivité thermique de quelques composés binaires et ternaires [16].

II.3.3 Propriétés électriques

Les phases MAX sont de bons conducteurs électriques. Leurs résistivités électriques à la température ambiante varient entre 0,07 $\mu\Omega\cdot m$ et 2,7 $\mu\Omega\cdot m$; ce qui les place dans le domaine de la conduction. Le tableau II.3 rapporte les valeurs de la conductivité et de la résistivité électriques de quelques phases MAX. Comme les métaux usuels, la résistivité électrique des phases MAX décroît linéairement avec la température. Ainsi, pour $T > 100$ K, la résistivité en fonction de la température T est donnée par la relation :

$$\rho(T) = \rho_{300} [1 + \alpha(T - 300)] \text{ pour } T > 100K$$

Où α est le coefficient de température de la résistivité exprimé en K^{-1} [1].

Composes	Résistivité électrique $\rho(\mu\Omega m)$	Conductivité électrique ($\mu\Omega^{-1}m^{-1}$)
Ti ₂ SnC	0,22	4,54
Zr ₂ SnC	0,28	3,57
Nb ₂ SnC	0,45	0,22
Hf ₂ SnC	0,45	0,22
Ze ₂ PbC	0,36	2,77
Hf ₂ PbC	0,075	13,33
Ti ₃ SiC ₂	0,22	4,54
TiC	0,4	- 0,59 2,5- 1,69

Tableau II.2: Valeurs de la conductivité et de la résistivité électriques de quelques phases MAX et de composes binaires de base [20].

II.3.4 Propriétés chimiques

La résistance à l'oxydation est indispensable pour un matériau destiné à des applications sous air et à haute température. Cette propriété est connue chez les oxydes et, dans une moindre mesure, les céramiques (carbures, nitrures) mais, qui présentent de faibles résistance aux chocs thermiques. Aussi, la capacité du matériau à développer une couche d'oxyde protectrice, telle que l'alumine Al₂O₃ et la chromite Cr₂O₃, qui sert de barrière contre la diffusion de l'oxygène. Ainsi, les phases MAX, celles contenant de l'Al et du Cr (système Ti-

Al-C, Cr-Al-C, V-Al-C) présentent une bonne résistance à l'oxydation dans les gammes de température 500-1300°C, et une bonne tenue à la corrosion dans des milieux acides et basiques est également révélée.

Contrairement aux matériaux métalliques et céramiques, le nombre d'études menées sur la résistance de ces matériaux à la corrosion en milieu aqueux, du moins celles dont nous avons connaissance est relativement faible [17].

II.4 La synthèse

II.4.1 Synthèse des phases MAX en vrac

La synthèse précoce de Ti_3SiC_2 impliquait soit la réaction de réactifs gazeux à des températures aussi élevées que 2273 K, ou par CVD. Ces processus, cependant, ne sont pas pratiques procédés de fabrication de matériaux d'ingénierie en vrac forme. Lis et ses collègues ont publié une série d'articles sur près de 10 ans, sur la synthèse de vrac Ti_3SiC_2 . Ils ont utilisé la synthèse par combustion, et plus tard en combinaison avec pressage isostatique à chaud (HIP). Cependant, leurs tentatives ont toujours abouti à des échantillons contenant des éléments secondaires indésirables phases, principalement TiC. Leurs meilleurs échantillons contenaient environ 80–90 vol.-% Ti_3SiC_2 [18].

II.4.2 Synthèse par des films minces

La synthèse des films minces de phases MAX se réalise par trois méthodes, on peut citer les dépôts physiques en phase vapeur (PVD : Physicalvapordeposition), dépôts chimiques en phase vapeur (CVD : Chemicalvapordeposition) ainsi que les réactions de synthèse à l'état solide. Le principe du procédé CVD consiste à réaliser un dépôt à l'aide de composés volatils du revêtement à former. La réaction chimique des composés au niveau de la surface à revêtir génère le produit solide qui se fait en présence d'un apport de chaleur du substrat qui peut être chauffé par effet joule, induction, radiation thermique, ou laser [18].

II.4.3 Synthèse des poudres de phase MAX

La production de poudres de phase MAX offre une voie alternative pour le développement de vrac unique MAX phases, ainsi que plus d'applications telles que MAX composites à base de phases.

Comme indiqué ci-dessus, les premiers travaux sur la synthèse de Ti_3SiC_2 poudres a été menée par un processus de réaction de combustion, avec le meilleur produit contenant 55 vol.-% Ti_3SiC_2 . À procédé de réaction solide – liquide avec addition de NaF et une méthode de synthèse de fluctuation ont été appliqués à la synthèse Poudres Ti_3SiC_2 . Dans les deux cas, la teneur en Ti_3SiC_2 dans l'as poudre synthétisées était de 85% en poids. Le solide-liquide processus de réaction a également été utilisé pour synthétiser presque poudres de phase Ti_2SnC avec de petites quantités de métal Sn.

Les poudres de phase MAX, enregistrées sous le nom Maxthal 312 (Ti_3SiC_2) et Maxthal 211 (Ti_2AlC), sont commercialement disponible, avec les informations de fabrication en partie disponible dans un brevet [18].

II.5 Domaine d'application des phases MAX

Le plus grand impact potentiel de ces matériaux sera sur le secteur des transports, en gardant à l'esprit la nécessité d'augmenter l'efficacité de nos voitures et avions.

Les phases MAX remplacent les céramiques usinables, les meubles de four, les protections contre la corrosion et les échangeurs de chaleur. D'autres applications qui comprennent : les électrodes, les filtres à gaz des échappements, les biomatériaux, les revêtements de surface et les matériaux d'amortissement (haute rigidité et jusqu'à haute température).

Chapitre III : Matériaux de l'étude et techniques expérimentale.

III.1 Introduction :

Dans ce chapitre, nous présentons d'abord les matières premières utilisées qui sont le type de phases MAX Ti_3SiC_2 utilisées comme renfort et le M50 comme matrice. Ainsi que les techniques expérimentales qui sont la microscopie optique (MO), la dureté et la tribologie.

III.2 Matériaux d'étude :

Pour préparer l'acier M50 nous avons utilisé les poudres suivants : C, Ni, Cr, Cu, V, Al et Fe en fractions pondérales 0.75, 0.20, 5.00, 0.15, 4.20, 0.3 et 89.39 %, respectivement.

Et la phase max Ti_3SiC_2 comme renfort.

Le tableau 1 représente les différents échantillons élaborés

échantillons	%M50 Poids	poids	% Ti_3SiC_2	poids
1	100%	0	0%	4.0
2	95%	3.8	5%	0.2
3	90%	3.6	10%	0.4
4	85%	3.4	15%	0.6
5	80%	3.2	20%	0.8

Tableau III.1: mélanges de poudres avec 5 %, 10 %, 15 %, 20 % en poids de Ti_3SiC_2 dans la matrice M50.

III.3 Mélanges de poudre :

Les poudres étaient mélangées par un mélangeur de poudre que nous avons fabriqué lors de cette étude. Ou les poudre ont été placés dans des boites en plastique avec des billes en aciers. Chaque composition a été mélangé pour une durée de 30 min. la figure III.1 montre le mélangeur fabriqué.



FigureIII.1: Le mélangeur.

III.4 Compactage :

Après le mélange de poudre, ces derniers sont soumis à une compression sur un ensemble presse hydraulique-pastilleuse cylindrique montré sur la figure III.2

Chaque poudre est mise entre les deux pistons de la pastilleuse après on va appliquer une pression de 10 tonnes sur un poinçon par le biais de notre presse à partir de 15 min.



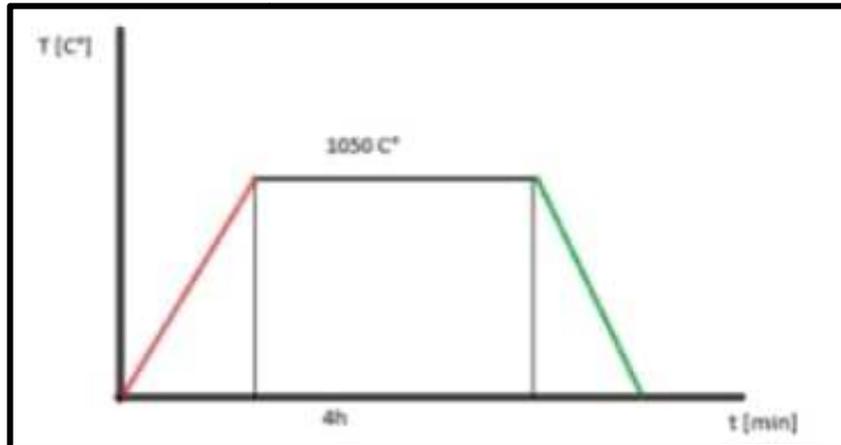
FigureIII.1: Presse de compactage de poudre.

III.5 Frittage des mélanges :

Après l'obtention des échantillons, on procède à l'opération du frittage.

Frittage des échantillons à 1050 °C pendant 4 heure.

Le tt a été fait au sein de la societe ALGESCO – Guerrouaoublida



FigureIII.2: Graphe de traitement thermique .

III.6 Polissage mécanique :

Pour l'observation microstructurale, les échantillons ont subi des opérations de polissage avec une polisseuse mécanique à l'aide des papiers abrasifs – 220,400,600,800,1200 et 4000, sous un jet d'eau jusqu'à la disparition des impuretés et les rayures de la surface.

Le polissage de finition a été fait à l'aide de la suspension diamante de 3 μ et 4 μ .

Les échantillons sont ensuite lavés et nettoyer avec de l'alcool puis séchés. Ces échantillons sont soumis par la suite à la caractérisation et à l'analyse avec le microscope optique (MO).



FigureIII.3: machine de polissage.

III.7 Microscope :

Le microscope optique ou microscope photonique est un instrument d'optique muni d'un objectif et d'un oculaire qui permet de grossir l'image d'un objet de petites dimensions (ce qui caractérise sa puissance optique) et de séparer les détails de cette image (et son pouvoir de résolution) afin qu'il soit observable par l'œil humain. Il est utilisé en biologie, pour observer les cellules, les tissus, en pétrographie pour reconnaître les roches, en métallurgie et en métallographie pour examiner la structure d'un métal ou d'un alliage.

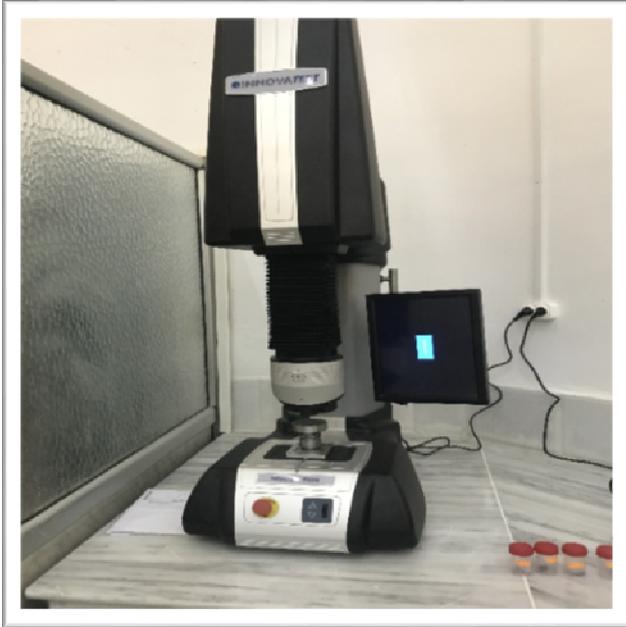


FigureIII.4: Microscope optique (MO).

III.8 La dureté :

La dureté des échantillons élaborés a été mesurée à l'aide d'un pénétrateur de dureté Vickers (INOVAEST NEMESIS 9100) à température ambiante pendant 10 s sous une charge de 5 Kgf. Une moyenne de 5 lectures pour chaque composition est rapportée dans le texte.

Les essais de dureté ont été faits au sein du laboratoire LERTI de l'université de Blida 1



FigureIII.5: Appareille de dureté Vickers (INOVAEST NEMESIS 9100).

III.9 Tribologie :

La tribologie est la science et l'ingénierie des surfaces en interaction en mouvement relatif. Il comprend l'étude et l'application des principes de frottement, de lubrification et d'usure.

On a effectué des essais de tribologie sur les échantillons élaborés, en utilisant un tribometre de type ANTON PAAR.

Les conditions des essais étaient : Une vitesse de 5 cm/s sur une distance de 100 m et des charges de 1 et 5 N.

Les essais de tribologie ont été faits au sein du laboratoire LERTI de l'université de Blida 1



FigureIII.6: Tribomètre

Chapitre IV : Résultats et discussion

IV.1 Introduction :

Dans ce chapitre, nous allons présenter les résultats de la caractérisation microstructurale obtenues, la dureté et le tribologie d'échantillon seront interprétés et discutés.

IV.2 Microscope optique :

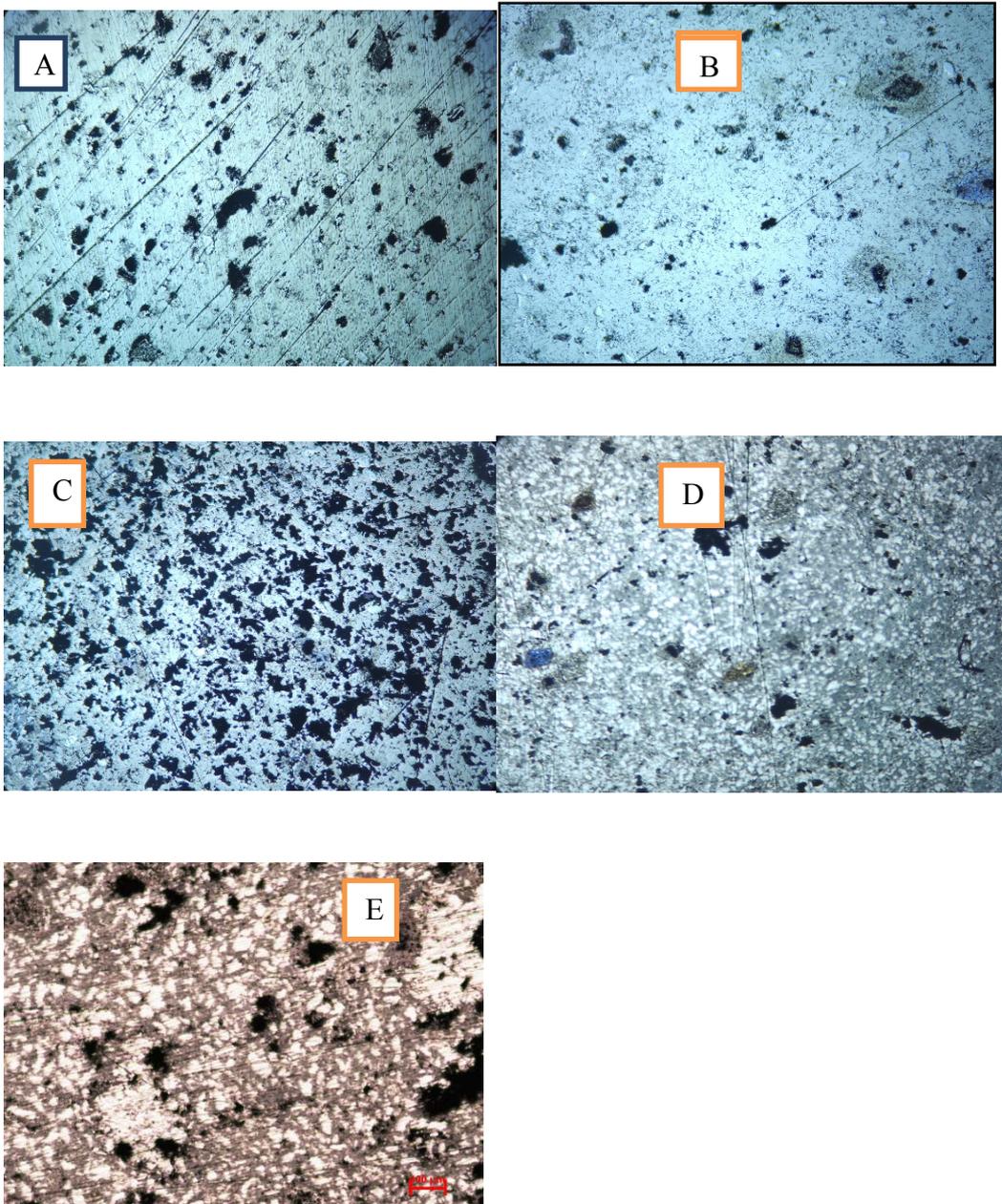
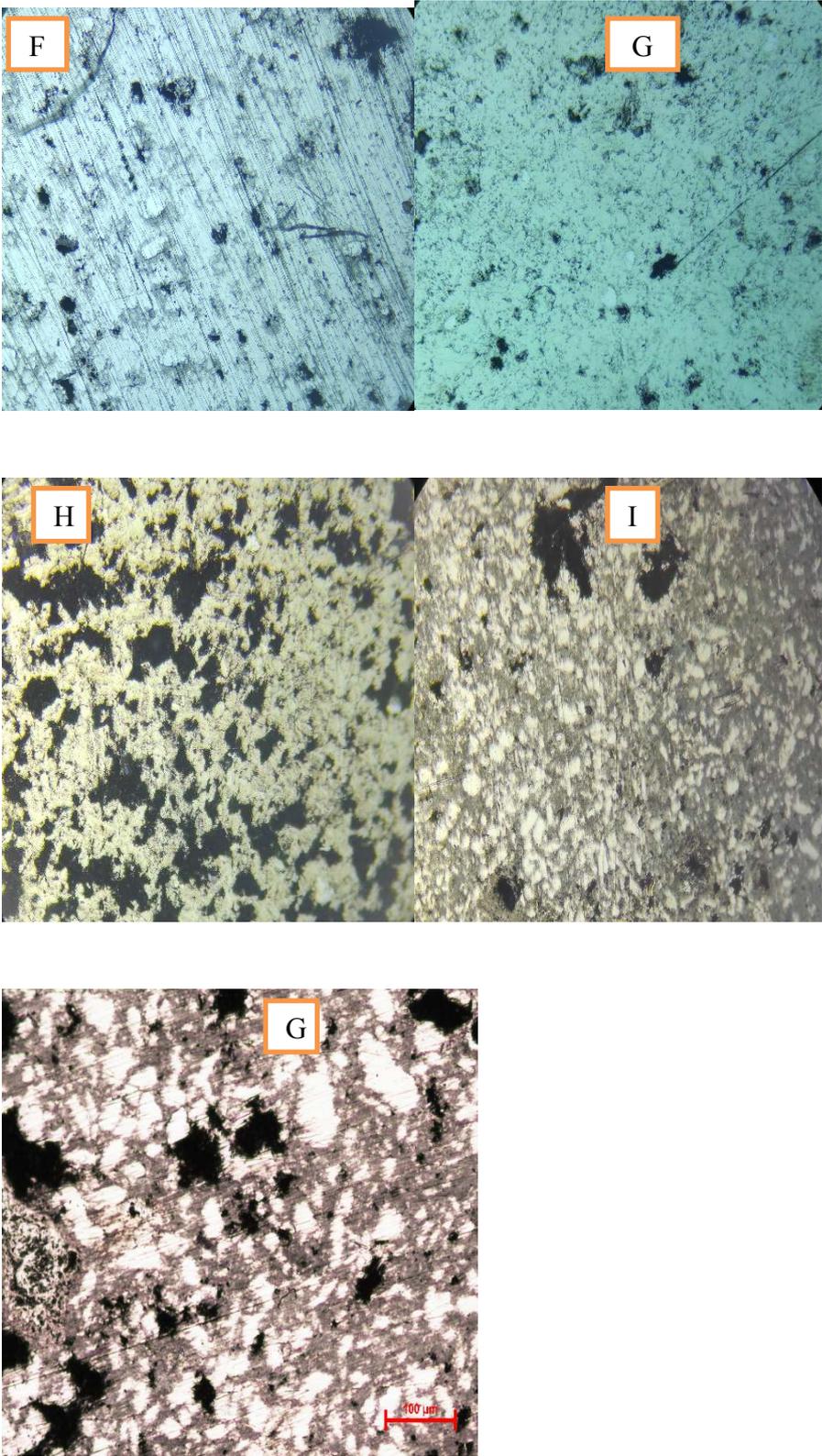


Figure IV.1: Microscopies optiques des différents composites avec un agrandissement de x50
(A: M50, B : 5% Ti₃SiC₂, C : 10% Ti₃SiC₂, D : 15% Ti₃SiC₂, E : 20% Ti₃SiC₂)



FigureIV.2:Microscopiesoptique des différents composites avec un agrandissement de x100(F:M50, G : 5%Ti3SiC2 , H : 10%Ti3SiC2 , I : 15%Ti3SiC2 , J : 20%Ti3SiC2)

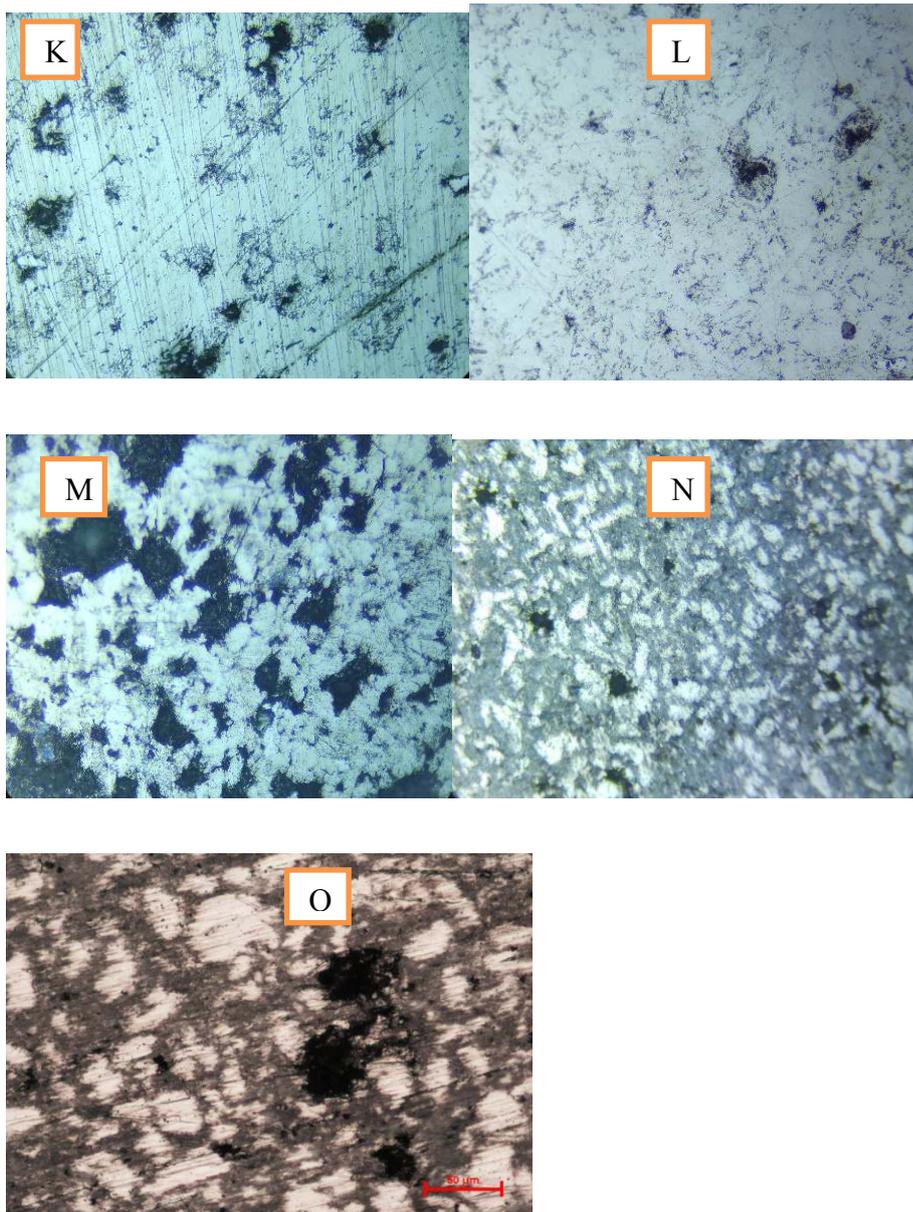


Figure IV.3: Microscopies optiques des différents composites avec un agrandissement de x200 (K: M50, L : 5% Ti₃SiC₂, M : 10% Ti₃SiC₂, N : 15% Ti₃SiC₂, O : 20% Ti₃SiC₂)

Les fig. IV.1, IV.2, IV.3 présentent les microscopies optiques des composites élaborés avec différents agrandissements.

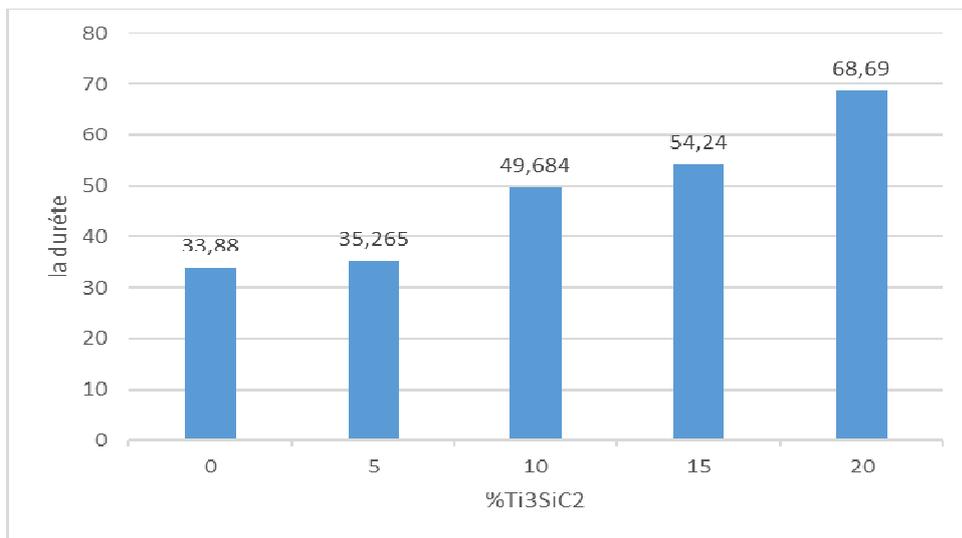
Les résultats d'analyse au microscope optique MO montrent l'existence de porosité (couleur sombre) dans les différents composites, qui est due au moyen d'élaboration. Et montre la bonne dispersion du renfort (couleur grise) dans la matrice (phase claire).

IV.3 .La dureté :

La dureté des échantillons élaborés a été mesurée à l'aide d'un pénétrateur de dureté Vickers (INOVAEST NEMESIS 9100) à température ambiante pendant 10 s sous une charge de 5 Kgf. Une moyenne de 5 lectures pour chaque composition est rapportée dans le texte.

%Ti3SiC2	0%	5%	10%	15%	20%
la dureté	33.88	35.265	49.684	54.24	68.69

TableauIV.1 les valeurs de la dureté



FigureIV.4: Courbe de dureté Vickers pour les différents composites élaborés

Le figure IV.4 présente la dureté Vickers de tous les composites M50 pur et compositesM50/Ti3SiC2.

Les valeurs de dureté ont été augmenté avec l'augmentation du %Ti3SiC2, et présentait des valeurs beaucoup plus élevées par rapport au M50, ce qui prouve que la phase MAX à jouer bien le rôle du renfort.

IV.4 Résultats de tribologie

Les fig. IV.5 et fig. IV.6 montrent la variation du coefficient de frottement (μ) par rapport à une distance de glissement de 100 m sous toutes les charges appliquées (1 et 5N) de M50 pur et des composites M50/Ti₃SiC₂.

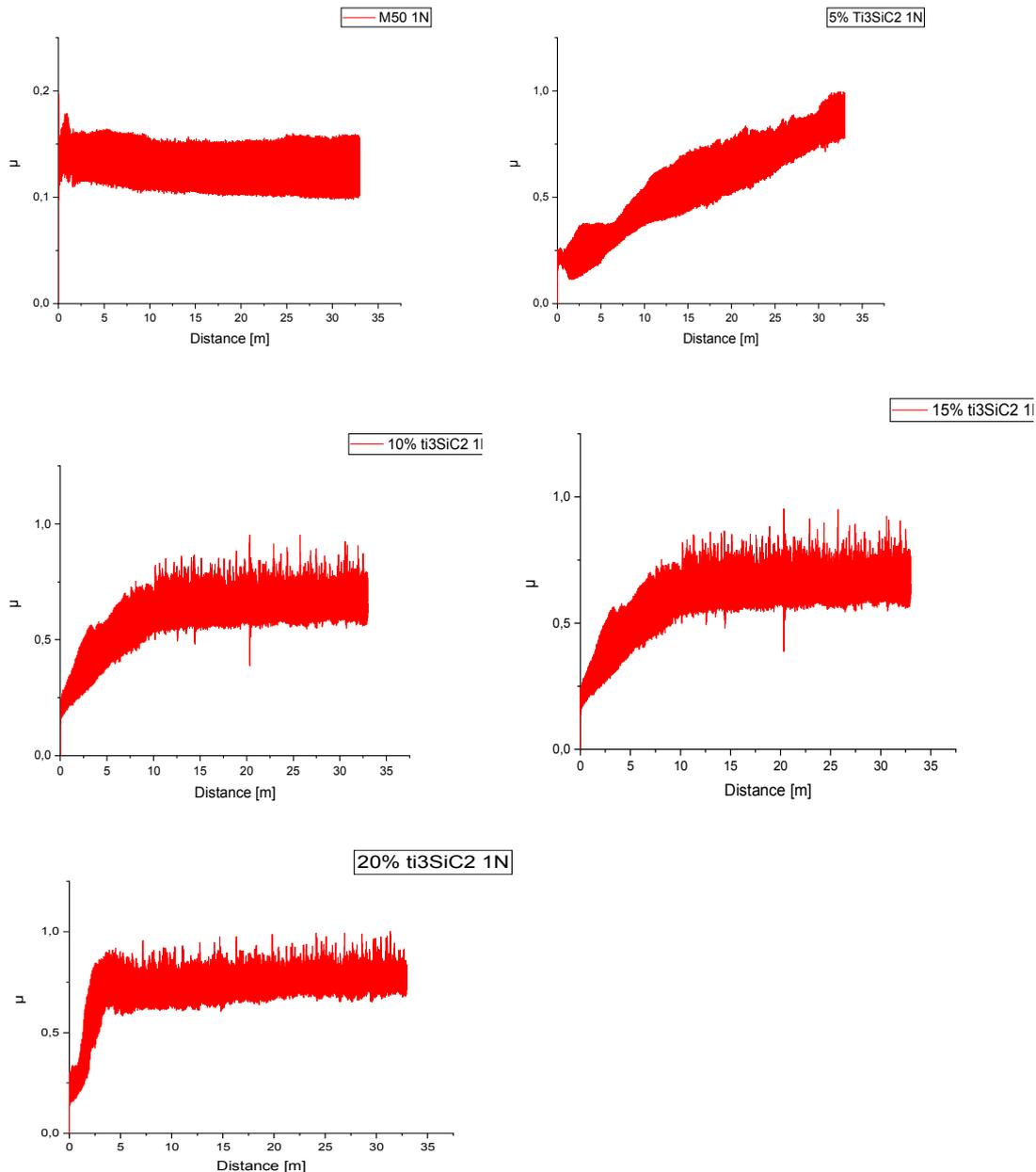
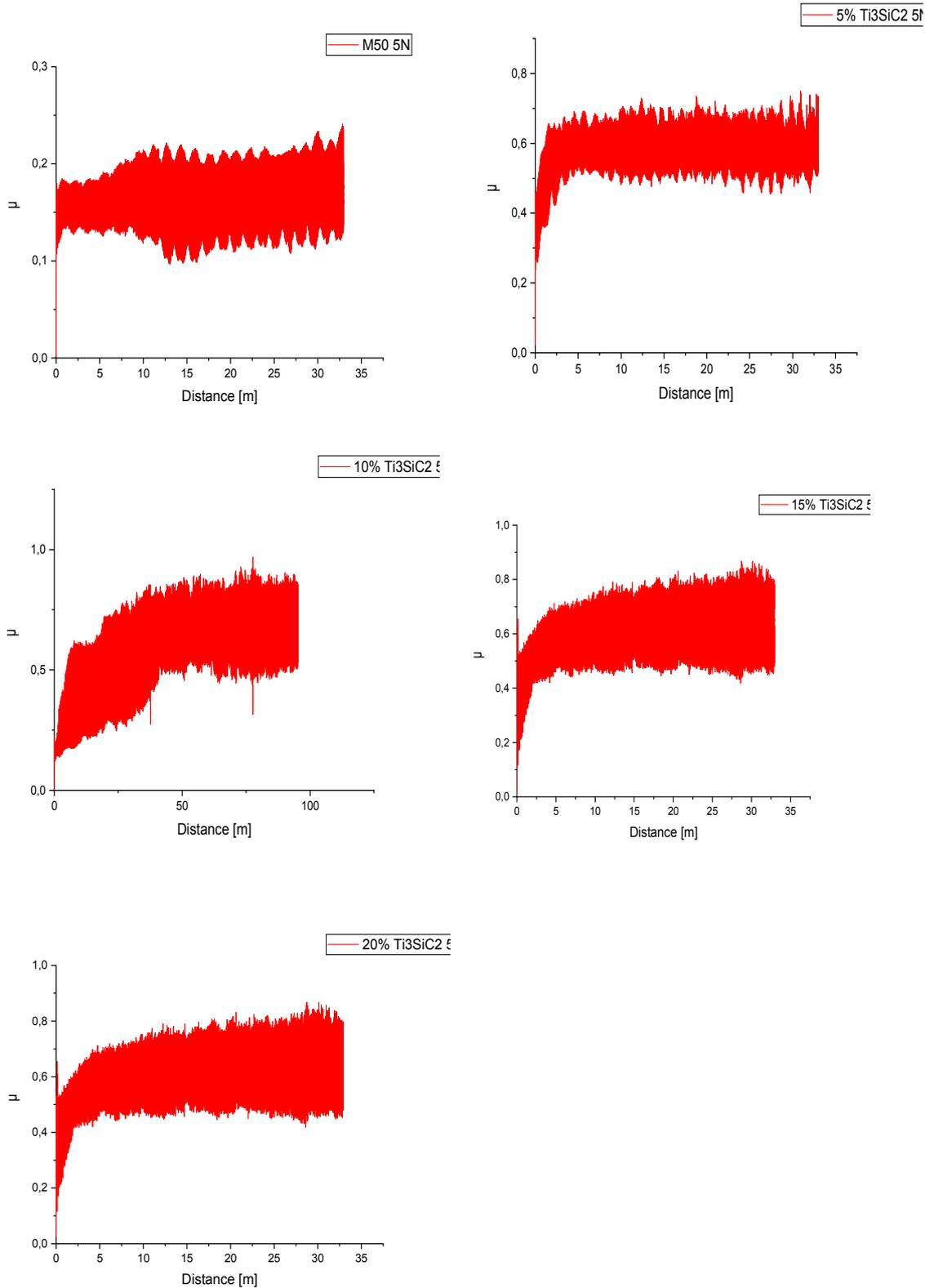


Figure IV.5: Les graphes de la variation du coefficient de frottement (μ) par rapport à une distance de glissement de 100 m et charges de 1 N.

Chapitre IV : Résultats et discussion



FigureIV.6: La variation du coefficient de frottement (μ) par rapport à une distance de glissement de 100 m et charges de 5 N.

Chapitre IV : Résultats et discussion

Nous avons observé que le coefficient de frottement μ de M50 pur dans la fig. IV.5 et la fig. IV.6 obtient presque même valeur entre 0.1 et 0.2.

Dans la fig. IV.5 et la fig. IV.6 on peut observer que les composites M50/Ti₃SiC₂ ont des valeurs de coefficient de frottement μ plus élevées que celle du M50 pur ; ce qui peut être expliqué par la présence des particules dures au cours de glissement, qui jouent le rôle d'obstacle pour la bille lors de la friction, et par conséquent la valeur de coefficient de frottement augmente.

Conclusion général

Dans ce travail ont été étudiés la microstructure, la dureté et la tribologie d'échantillons élaborés à partir de mélange de poudre de M50 et phase MAX (Ti_3SiC_2) par la technique du frittage à $1050^{\circ}C$ pendant 4h. Ces composites ont été synthétisés à partir des mélanges de poudres initialement préparés, mélangés et broyés pendant 30min.

Les échantillons renforcés donnent une dureté plus élevée que celle du M50 pur, cela pourrait également signifier qu'ils peuvent avoir une meilleure résistance à l'usure.

Le coefficient de frottement augmente avec l'augmentation du Ti_3SiC_2 .

Références bibliographiques

- [1] Berthelot J-M. Matériaux composites. Editions Eyrolles, 2010.
- [2] Optimisation de la configuration des tubes en matériaux composites sous pression.2018/2019.
- [3] Elaboration et caractérisation microstructurale d'un CMMp à matrice de fer et particules de phase MAX.2016/2017.
- [4] Damien Ducret, « Elasticité anisotrope et endommagement des matériaux composites, caractérisation ultrasonore et modélisation micromécanique » Thèse de doctorat, institut national des sciences appliquées, Lyon, 2000.
- [5] ROUAM Kamila, « Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique d'un stratifié renforcé par des fibres naturelles », Mémoire de Magister l'université M'HAMED BOUGARA – BOUMERDES ; 2013/2014.
- [6] Berthelot, J.M., « Matériaux composites, comportement mécanique et analyse des structures » Livre, éditions : Lavoisier, 2005.
- [7] « Glossaire des matériaux composites » - carma –Actualisation octobre 2006.
- [8] METRANE NOUREDDINE. Contribution à l'étude du comportement d'un matériau composite à base de fibres de carbone pour la réalisation de prothèses orthopédiques (ONAAPH Annaba).2018/2019.
- [9] Charewicz A. et Daniel I.M., « Damage Mechanisms and accumulation in graphite epoxy Laminates ». Composite Materials fatigue and fracture », ASTM STP 907, pp. 274-297, 1986.
- [10] Abdelmadjid Si Salem, « Développement d'une poutre en béton-composite : analyse expérimentale et modélisation » Thèse de Doctorat, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, 2016.
- [11] Michel Dupeux, « Aide-mémoire science des matériaux », Dunod, Paris, 2004.
- [12] LasaadNINOUH.Caractérisation d'un bio-composite polypropylène/fibres de palmier dattier en flexion trois points.2018/2019.
- [13] TOUMI Wafa.Optimisation de la configuration des tubes en matériaux composites sous pression.2018/2019.

- [14] KAUCHE Naima. PRISE EN COMPTE DU VIEILLISSEMENT ET DE L'ENDOMMAGEMENT DANS LE DIMENSIONNEMENT DE STRUCTURES EN MATERIAUX COMPOSITES.2016/2017.
- [15] KAHINA KHELOUI. Elaboration de l'intermétallique FeAl utilise comme renfort particulaire dans les matériaux composites. 2010-2011
- [16] V. Dolique, Elaboration et caractérisation structurale de films minces et revêtements de Ti₂AlN , Thèse de doctorat de l'université de Poitiers,2007.
- [17] M. Naguib, V. N. Mochalin, M. W. Barsoum, Y. Gogots, MXenes : A New Family Of Two-Dimensional Materials, Advanced Materials, Volume 26, Issue 7, Pages 992-1005, 2014.
- [18].Z. M. Sun.Progress in research and development on MAX phases: a family of layered ternary compounds. Nagoya 463-8560, Japon.
- [19] Noël Haddad. Etude des propriétés diélectriques des phases MAX par spectroscopie de pertes d'énergies des électrons. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Université Paris Sud – Paris XI, 2009. Français.