

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
UNIVERSITÉ de BLIDA 1

Faculté de Technologie

Département de Génie de Mécanique



Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de

MASTER EN GENIE DES MATERIAUX

Spécialité : Génie matériaux

Intitulé du mémoire :

**Élaboration et caractérisation des composites à matrice
d'Aluminium renforcés par des particules bidimensionnelles
(dérivées à partir de TiC)**

Présenté par :

HAOUACHE RIADH

MESSAOUDANI ZAKARIA

Encadré par :

Dr. Chiker Nabil

Année universitaire 2024/2025

Résumé

L'objectif de ce travail est d'améliorer les propriétés de l'aluminium métallique en élaborant un composite à matrice d'aluminium renforcé par du dioxyde de titane (TiO_2) sous forme bidimensionnelle (2D), obtenu à partir du carbure de titane (TiC). Ce renforcement original vise à étudier l'influence de TiO_2 2D sur les propriétés mécaniques, notamment la dureté, ainsi que sur la résistance à la corrosion. Plusieurs échantillons avec différents teneurs en TiO_2 ont été préparés par frittage à chaud après un mélange homogène. Des essais de dureté (Vickers), d'observation microstructurale et de tribologie ont été réalisés. Les résultats ont montré que l'ajout progressif de TiO_2 améliore sensiblement la dureté et la résistance à la corrosion de la matrice. L'échantillon contenant **0.75% de TiO_2 2D** a présenté les meilleures performances globales, confirmant l'intérêt de cette approche innovante dans l'élaboration de matériaux composites performants.

Mots-clés : aluminium, composite, TiO_2 2D, frittage, dureté, corrosion, renfort céramique.

Abstract

The objective of this work is to enhance the properties of metallic aluminum by developing a composite material with an aluminum matrix reinforced by two-dimensional titanium dioxide (TiO_2 2D), obtained from titanium carbide (TiC). This innovative reinforcement aims to study the effect of TiO_2 2D on mechanical properties, particularly hardness, as well as corrosion resistance. Several samples with varying TiO_2 contents were prepared by hot pressing after homogeneous mixing. Hardness (Vickers), microstructural observations, and corrosion tests were carried out. The results showed that the gradual addition of TiO_2 significantly improved both the hardness and corrosion resistance of the matrix. The sample containing **0.75% of TiO_2 2D** exhibited the best overall performance, confirming the relevance of this innovative approach in the development of high-performance composite materials.

Keywords: aluminum, composite, TiO_2 2D, sintering, hardness, corrosion, ceramic reinforcement.

المخلص

مدعمة الألمنيوم من مصفوفة ذات مركبة مادة تطوير خلال من الألمنيوم معدن خصائص تحسين إلى العمل هذا يهدف يهدف هذا التدعيم (TiC)، والمتحصل عليه من كربيد التيتانيوم (2D) في شكله ثنائي الأبعاد (TiO_2) بتثاني أكسيد التيتانيوم تم تحضير عدة عينات . على الخصائص الميكانيكية، وخاصة الصلادة، وكذلك مقاومة التآكل TiO_2 2D المبتكر إلى دراسة تأثير ، والملاحظة (Vickers) وتم إجراء اختبارات الصلادة . باستخدام تقنية التلييد بالضغط بعد مزج متجانس TiO_2 بنسب مختلفة من . تحسن بشكل ملحوظ صلابة المادة ومقاومتها للتآكل TiO_2 أظهرت النتائج أن الإضافة التدريجية لـ . المجهرية، واختبارات التآكل أفضل أداء إجمالي، مما يؤكد أهمية هذا النهج المبتكر في تطوير TiO_2 2D من 0.75% وقد أظهر العينة التي تحتوي على مواد مركبة عالية الأداء

الخزفي التدعيم التآكل، الصلادة، التلييد، مركب،، الألمنيوم، : المفتاحية الكلمات

Remerciements

Nous commençons notre journée exceptionnelle, en exprimant notre gratitude envers Dieu pour nous avoir donné la force et la détermination nécessaires pour concrétiser notre projet.

Mes plus sincères félicitations et remerciements à nos familles, qui ont joué un rôle crucial dans notre parcours éducatif et dans la réalisation de cette grande réussite.

Un grand merci à Dr. Chiker Nabil son soutien continu, son encouragement constant. Nous vous en sommes très reconnaissants.

Nous tenons également à remercier les membres du jury pour avoir accepté d'évaluer notre travail.

Un grand merci à Adel Haddad pour tous les sentiments que vous nous portez, pour nous avoir chaleureusement accueillis, pour son aimable et précieuse aide.

Dédicace

Je dédie ce travail à :

À ma Chère Mère

À ma très chère mère, honorable et aimable Vous m'avez donné la vie, la tendresse et le courage pour réussir. Vos prières et vos bénédictions ont été d'un grand secours pour mener à bien mes études. Tout ce que je peux vous offrir ne pourra jamais exprimer pleinement l'amour et la reconnaissance que je vous porte Vous êtes pour moi la lumière qui me guide vers le chemin de ma réussite. En témoignage, je vous offre ce modeste travail pour vous remercier de vos sacrifices consentis et de l'affection dont vous m'avez toujours témoignée. Que Dieu vous accorde une longue vie, vous protège et vous garde en bonne santé. Je t'aime, maman.

À mon Père

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à mon père, qui a toujours été un pilier de force, de sagesse et de soutien tout au long de mon parcours. Par son travail, ses sacrifices et ses encouragements constants, il m'a transmis les valeurs de persévérance, de rigueur et d'honnêteté. Sans son appui moral et matériel, ce travail n'aurait jamais pu voir le jour. Merci du fond du cœur, papa, pour tout ce que tu as fait et continues de faire pour moi.

À mon amie

Je dédie ce travail en reconnaissance de ton soutien et ta patience tout au long de ce voyage académique. Tu as été mon bras droit, ma source inestimable de force. Grâce à toi, j'ai pu surmonter les défis et persévérer dans les moments difficiles. Mon support qui était toujours à mes côtés pour me soutenir. Merci de croire en moi et de m'encourager à chaque étape. Que dieu te garde.

À mon Cher frère Sidahmed et À ma Chère sœur Bassma

Vous êtes ma source de bonheur, de réconfort et de complicité sans pareille, vos sourires illuminent mes journées et votre amour m'encourage à aller de l'avant. Vous avez été à mes côtés, partageant chaque moment d'émotion durant la réalisation de ce travail, renforçant ainsi notre connexion profonde. Que dieu vous protège.

À toute ma famille

Haouache et Aoudj

À tous mes amies

Sidahmed, Zakaria, Abdou, Walide, Malek, Nabile, Fatah, Fathi, Mohamed.

Riadh Haouache

Dédicace

Je dédie cet ouvrage à **ma chère famille** et à toutes les familles Messaoudani et Douifi, ma source d'inspiration, de patience et de soutien indéfectible.

À mes parents, pour leurs sacrifices et leur confiance.

À mes frères et sœurs, pour m'avoir soutenu tout au long de ce parcours.

Et à **tous mes amis** : Riad, Mohammed, Djalil, Ahmed, Zaki, et Badereddine.

Tous mes amis du département de mécanique

Et à tous ceux qui ont cru en moi et m'ont encouragé à poursuivre mes efforts, de près ou de loin.

Zakaria Messaoudani

Sommaire

Résumé	
Remerciements	
Dédicaces	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste des abréviations	
	Page
Introduction générale	01
Chapitre 1 : Généralité sur les matériaux composites	
1. Introduction	03
1.1 Définition d'un matériaux composites	03
1.2 Classification des matériaux composites	03
1.2.1. Composites à matrice organique (CMO)	04
1.2.2. Composites à matrice céramique (CMC)	04
1.2.3. Composites à matrice métallique (CMM)	04
1.2.3.1 Types de composites à matrice métallique	06
1.3 Constituants des matériaux composites	08
1.3.1 La matrice.....	08
1.3.1.1 Composites à matrice aluminium.....	09
1.3.2 Les renforts.....	10
1.3.2.1 Les fibres.....	11
1.3.2.2 Composites à matrice métallique à renfort particulaire (CMMP).....	13
1.4 Différents types de matériaux composites	14
1.4.1 Composites à grande diffusion.....	14
1.4.2 Composites à hautes performances	15
1.5 Domaines d'application	15
1.6 Avantages et inconvénients des matériaux composites	15
1.6.1 Avantages des matériaux composites	15
1.6.2 Inconvénients des matériaux composites	16
1.7 Frittage des matériaux composites	16

1.7.1 Paramètres de frittage.....	16
1.7.1.1 Atmosphère de frittage	16
1.7.1.2 Température et durée du frittage	16
1.7.2 Différents types de frittage.....	17
1.7.2.1 Frittage en phase liquide	17
1.7.2.2 Frittage en phase solide.....	19
1.7.3 Procédés de frittage en phase solide.....	19
1.7.3.1 Spark Plasma Sintering (SPS).....	19
1.7.3.2 Hot Isostatic Pressing (HIP).....	20
1.7.3.3 Hot Pressing (HP)	21

Chapitre 2 : Recherche bibliographique sur matériaux bidimensionnels (2D)

2.1. Introduction	22
2.2. Histoire des matériaux bidimensionnels (2D).....	22
2.3. Graphène	23
2.4. MXènes	24
2.4.1. Définition des MXènes	24
2.4.2. Applications des MXènes.....	25
2.5. Les oxydes bidimensionnels (2D).....	25
2.6. Dioxyde de titane (TiO ₂) bidimensionnel	26

Chapitre 3 : Matériels et méthodes

3.1. Description des appareils utilisés dans les différentes étapes expérimentales – issus du laboratoire de Génie des Matériaux (L'ERTI)	28
3.1.1 L'agitation magnétique.....	28
3.1.2. Balance de précision	28
3.1.3. L'étuve	29
3.1.4. Microscope optique.....	30
3.2. Matières premières	30
3.2.1. Matrice métallique : Aluminium.....	30
3.2.2. Le carbure de titane (TiC)	31
3.2.2.1. Propriétés physiques du TiC	32
3.2.2.2. Propriétés chimiques du TiC	32

3.3. Transformation du TiC (3D) en TiO ₂ en forme 2D	32
3.4. Elaboration des composites.....	36
3.5. Le frittage.....	38
3.6. Polissage grossie	40
3.7. Calcul de densité (par la méthode de poussée d'Archimède)	40
3.8. L'enrobage	41
3.9. Le polissage de finition	41
3.10. Observation microscopique.....	42
3.11. Essais de dureté	43
3.12. Essais de tribologie	44
3.12.1. Calcul de taux d'usure (WR)	45

Chapiter 4 : Résultats et discussions

4.1. Calcul de densité (méthode de la poussée d'Archimède)	47
4.2. Observation au microscope optique	49
4.3. Essai de dureté Vickers	52
4.4. Le comportement à l'usure et au frottement	54
4.5. Expertise des traces d'usure.....	56
4.6. Expertise des traces des billes	58
4.7. Le taux d'usure (WR).....	59
Conclusion générale	61

Liste des figures

	Page
Figure 1.1 : Schéma d'un composite.....	03
Figure 1.2 : Différents types de composites à matrice métallique.	07
Figure 1.3 : Différentes familles de matrices.	09
Figure 1.4 : Les différents types de renfort de base.....	11
Figure 1.5 : Morphologie des renforts particule.	14
Figure 1.6 : Les différents types de frittage.	17
Figure 1.7 : Représentation schématique des trois grandes étapes du frittage en phase liquide.	18
Figure 1.8 : Schéma du procédé de frittage étincelles plasmatiques (SPS).	20
Figure 1.9 : Schéma du procédé de pressage isostatique à chaud (HIP).	20
Figure 1.10 : Schéma du procédé de pressage à chaud (HP).	21
Figure 2.1 : Structure du graphite.	24
Figure 2.2 : Exfoliation de graphène à partir du graphite.	24
Figure 3.1 : Agitateur Magnétique : de laboratoire de recherche études et recherche en technologies industriels département mécanique université blida 1.	28
Figure 3.2 : Balance de de laboratoire de recherche études et recherche en technologies industriels département mécanique université blida 1.	29
Figure 3.3 : Étuve de laboratoire de recherche études et recherche en technologies industriels département mécanique université blida 1.	29
Figure 3.4 : Microscope optique de laboratoire de recherche études et recherche en technologies industriels département mécanique université blida 1.	30
Figure 3.5 : La poudre d'aluminium (Al) utilisé.....	31
Figure 3.6 :(a), (b) la poudre de carbure de titane (TiC) utilisé.	31
Figure 3.7 : (a) La masse de l'hydroxyde de sodium, (b) boîte de l'hydroxyde de sodium marque de (SIGMA-ALOAICH), (c) la masse de carbure de titane TiC.....	33
Figure 3.8 : Précurseur (TiC + NaOH).	33
Figure 3.9 : (a) filtration de solution, (b) bouteille de l'éthanol utilisé.....	34
Figure 3.10 : (a) l'étuve à température ambiante ;(b) boîte de prélèvement pour l'agitation à main.	34
Figure 3.11 : (a) la poudre récupérée du l'étuve, (b) mortier.....	35

Figure 3.12: La poudre finale de titanates (TiO ₂).	35
Figure 3.13: Micrographies MEB typiques à faible (colonne de gauche) et à fort (colonne de droite) grossissement de particules mésoporeuses de taille micrométrique de HDNs, obtenues à partir de la réaction de 50 mL de NaOH 5 M avec TiC a 95 °C pendant 7 jours. [32]	36
Figure 3.14 : Schéma de la croissance des nanotubes (NT) / nanofils (NW) à l'interface entre le précurseur et la solution de réaction. Ce mécanisme ne peut pas être le seul, car il existe des preuves solides du ripening d'Ostwald et/ou de la combinaison des particules mésoporeuses en entités plus grandes.	36
Figure 3.15 : Mélange des poudres avec un agitateur magnétique.	37
Figure 3.16: (a) papier en graphite utilisé, (b) moule en graphite utilisé.....	38
Figure 3.17: Le cycle thermique utilisé.....	39
Figure 3.18: La machine de frittage (HP) utilisé de (laboratoire études et recherche en technologie industrielle).	39
Figure 3.19: Échantillons après l'opération de frittage (HP).....	40
Figure 3.20 : Échantillon après Polissage grossie.....	40
Figure 3.21: Mesure la masse immergée.....	41
Figure 3.22: L'enrobage des échantillons.	41
Figure 3.23: Polissage avec machine la marque (PRESI).....	42
Figure 3.24 : Polissage avec machine la marque (PRESI).....	42
Figure 3.25 : Microscope optique" Nikon Eclipse LV150N "utilisé.....	43
Figure 3.26 : (a) NEMESIS 9100 Duromètre "INNOVATEST " utilisé, (b) Gros plan sur le test de dureté.....	44
Figure 3.27: Essais de tribologie avec machine "Anton Paar".....	45
Figure 3.28 : Echantillon après le test de tribologie.....	45
Figure 4.1 : Variation de la densité en fonction du pourcentage de TiO ₂ dans les échantillons(1(0%TiO ₂), 2(0,25%TiO ₂), 3(0,5%TiO ₂), 4(0,75%TiO ₂), 5(1%TiO ₂)).	48
Figure 4.2 : Micrographies résultants par la microscopie optique (grandissement de 100µm) sur les composites (Al/TiO ₂) avec différents pourcentages de renfort(a (0%), b (0.25%), c (0.5%), d (0.75%), e (1%)).....	50

Figure 4.3 : Micrographies résultants par la microscopie optique (grandissement de x200) sur les composites (Al/TiO ₂) avec différents pourcentages de renfort (a (0%), b (0.25%), c (0.5%), d (0.75%), e (1%)).....	51
Figure 4.4 : Histogramme de la dureté Vickers pour les déférents échantillons. (1(0%TiO ₂), 2(0,25%TiO ₂), 3(0,5%TiO ₂), 4(0,75%TiO ₂), 5(1%TiO ₂))......	53
Figure 4.5 : A, B, C, D, E, la variation de coefficient de frottement avec une charge 1 N des échantillons (1(0%TiO ₂), 2(0,25%TiO ₂), 3(0,5%TiO ₂), 4(0,75%TiO ₂), 5(1%TiO ₂)). respectivement. F, G, H, I, J, représentant les profilomètre 2D des traces d'usures des échantillons (1(0%TiO ₂), 2(0,25%TiO ₂), 3(0,5%TiO ₂), 4(0,75%TiO ₂), 5(1%TiO ₂)). respectivement.	55
Figure 4.6 : Variation du coefficient de friction en fonction des pourcentages de TiO ₂ T(a(0%TiO ₂), b(0,25%TiO ₂), c(0,5%TiO ₂), d(0,75%TiO ₂), e(1%TiO ₂)). ..	55
Figure 4.7 : Micro graphies de microscope optique des traces d'usure à des échantillon.(a(0%TiO ₂), b(0,25%TiO ₂), c(0,5%TiO ₂), d(0,75%TiO ₂), e(1%TiO ₂)). ..	56
Figure 4.8 : micro graphies de microscope optique des traces des billes(a(0%TiO ₂), b(0,25%TiO ₂), c(0,5%TiO ₂), d(0,75%TiO ₂), e(1%TiO ₂))......	58
Figure 4.9 : Variation du taux d'usure en fonction des échantillons (1(0%TiO ₂), 2(0,25%TiO ₂), 3(0,5%TiO ₂), 4(0,75%TiO ₂), 5(1%TiO ₂))......	59

Liste des tableaux

	Page
Tableau 1.1: Types et diamètres utilisés dans les composites à matrice métallique.....	07
Tableau 3.1 : Les différents compositions des composites élaborés.....	37
Tableau 4.1 : Les masses volumique ρ_{exp} ; et taux de porosités des différents échantillons....	48
Tableau 4.2: Résultats de la dureté Vickers (Gpa) pour différents échantillons.	52
Tableau 4.3: Le taux d'usure (WR).....	59

Liste des abréviations

CMO : Composites à matrice organique.

CMC : Composites à matrice céramique.

CMM : Composites à matrice métallique.

CMM_p : Composites à matrice métallique à renfort particulaire.

PAN : polyacrylonitrile.

TiC : carbure de titane.

SiC : carbure de silicium (SiC).

AMC : Aluminium Matrix Composites.

WC : carbures de tungstène.

TaN : Nitrure de tantale.

ZrN : Nitrure de zirconium.

Si₃N₄ : Nitrure de silicium.

TiN : Nitrure de titane.

Tac : Carbure de tantale.

HIP: Hot Isostatic Pressing.

SPS: Spark Plasma Sintering.

HP : Hot Pressing.

BN : le nitrure de bore hexagonal.

h-BN : nitrure de bore hexagonal

MAX. : maximum

TiO₂ : dioxyde de titane (TiO₂) titania

NaOH : hydroxyde de sodium

L'ERTI : laboratoire de recherche études et recherche en technologies industriels département
mécanique université blida 1

WR : taux d'usure

Introduction générale

Depuis plusieurs décennies, le développement de nouveaux matériaux aux propriétés améliorées est au cœur des recherches scientifiques et industrielles. Parmi ces matériaux, les composites à matrice métallique (CMM) suscitent un intérêt particulier en raison de leur capacité à combiner les avantages des métaux (tels que leur ductilité et leur conductivité) avec ceux des particules de renforcement, souvent plus dures ou plus résistantes à la corrosion. L'objectif est ainsi de concevoir des matériaux aux performances mécaniques, thermiques ou chimiques accrues, adaptés à des applications variées allant de l'aéronautique à l'industrie automobile [1].

Dans ce contexte, l'intégration de matériaux bidimensionnels (2D) comme renforts dans des matrices métalliques ouvre de nouvelles perspectives. Depuis la découverte du graphène, les matériaux 2D font l'objet d'intenses recherches en raison de leurs propriétés exceptionnelles : grande surface spécifique, propriétés mécaniques remarquables, stabilité chimique et potentiel dans de nombreux domaines. Toutefois, l'exploitation de ces matériaux dans le domaine des composites métalliques reste encore un champ relativement jeune, offrant de nombreux défis à relever.

Le présent travail s'inscrit dans cette dynamique innovante. Il vise à élaborer un composite à matrice d'aluminium (Al) renforcée par des particules de dioxyde de titane (TiO_2) sous forme bidimensionnelle, obtenu à partir d'un précurseur tridimensionnel, le carbure de titane (TiC). La transformation du TiC en TiO_2 bidimensionnel constitue une étape clé de ce travail, permettant de tirer parti des propriétés particulières de ces feuillets 2D.

Pour atteindre cet objectif, le mémoire est structuré en quatre chapitres :

Le premier chapitre est consacré à une présentation générale des composites, en mettant l'accent sur les composites à matrice métallique, leurs intérêts, leurs types et leurs principales applications.

Le deuxième chapitre s'intéresse aux matériaux bidimensionnels, en présentant leur définition, leur origine historique ainsi que les enjeux actuels liés à leur utilisation.

Le troisième chapitre décrit la méthodologie expérimentale mise en œuvre pour convertir le TiC tridimensionnel en TiO_2 bidimensionnel, puis détaille les différentes étapes de fabrication du composite : mélange homogène, frittage sous pression, polissage, observation microscopique, mesures de dureté (Vickers) et tests de corrosion.

Enfin, le quatrième chapitre expose les résultats obtenus, leur analyse et leur interprétation, permettant d'évaluer l'influence de l'incorporation du TiO₂ 2D sur les propriétés mécaniques et chimiques de la matrice métallique.

Chapitre 1

Généralité sur les matériaux composites

1. Introduction

L'un des objectifs de ce premier chapitre est de fournir une compréhension globale des matériaux composites en présentant leur constitution, leurs propriétés et leurs structures. En raison de la grande diversité de ces matériaux, il serait cependant inapproprié d'en faire un exposé exhaustif. En effet, aucun matériau ne possède à lui seul l'ensemble des propriétés mécaniques recherchées. Pour pallier ces limites, de nombreux travaux ont été menés afin de combiner différentes propriétés au sein d'un même matériau. C'est ainsi qu'est née la technologie des matériaux composites, qui consiste à associer plusieurs matériaux hétérogènes pour bénéficier d'avantages fonctionnels remarquables tels que la légèreté, la résistance mécanique et chimique, une maintenance réduite ainsi qu'une grande liberté de conception.

1.1. Définition d'un matériaux composites [2]

Un composite est l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux non miscibles de natures différentes, et dont les qualités se complètent afin d'obtenir un matériau hétérogène et fortement anisotrope dont les performances sont supérieures à celles de ses constituants de base, ou mieux encore, par effets de synergie. Les matériaux composites ne sont pas alliés, mais associés

Un matériau composite nécessite l'association intime d'au moins deux composants : le renfort et la matrice, qui doivent être compatibles entre eux et se solidariser (Figure 1.1) ; ce qui introduit la notion d'un agent de liaison, l'interface assure la compatibilité renfort matrice, transmet les contraintes d'un constituant à l'autre sans déplacement relatif.

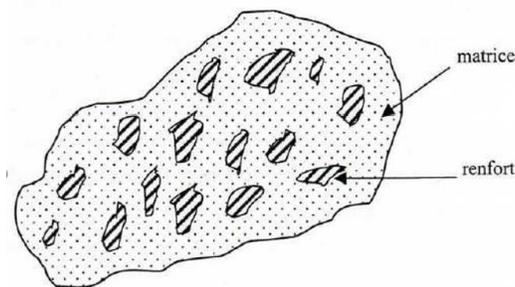


Figure 1.1 : Schéma d'un composite [3].

1.2. Classification des matériaux composites

Il existe aujourd'hui un grand nombre de matériaux composites que l'on classe généralement en trois familles en fonction de la nature de la matrice :

1.2.1. Composites à matrice organique (CMO)

Elles sont obtenues à partir de polymères thermoplastiques ou thermodurcissables. Dans le cas des résines thermodurcissables, la mise en forme est effectuée impérativement avant l'étape de polymérisation au cours de laquelle le matériau devient, de façon irréversible, rigide ; les produits couramment utilisés sont à base de résines polyester insaturé, époxyde ou phénolique. Pour les résines thermoplastiques, la plasticité nécessaire à la mise en forme est obtenue à volonté par simple chauffage de la matrice, le matériau reprenant sa rigidité lors du refroidissement. Cette particularité permet leur emploi pour des applications en très grande série (pièces d'automobile) ; outre la cadence plus élevée de fabrication, une opération de recyclage de pièces peut aussi être envisagée [4].

1.2.2. Composites à matrice céramique (CMC)

Les composites à matrice céramique (CMC) sont actuellement développés pour diverses applications à haute température, y compris les turbines à gaz. Ces dernières années sont apparues les disques en céramique, qui ont des capacités thermiques élevées, une bonne résistance mécanique à haute température et des taux d'usures moins élevés que la fonte grise. Leur utilisation reste cependant limitée en raison de leur fragilité et leur faible résistance à la rupture et les difficultés dans la fabrication des pièces de formes complexes. Des conceptions avec des revêtements céramiques semblent plus réalistes [4].

Les CMC sont généralement classés en deux catégories de matériaux, l'une à base d'oxyde et l'autre sans oxyde. Les CMC à base d'oxyde sont constituées de fibres d'oxydes et une matrice d'oxyde tels que Al_2O_3 / Al_2O_3 . Les CMC sans base d'oxydes peuvent être constitués de fibres de carbone avec une matrice en carbone (C / C), de fibres de carbone avec une matrice de carbure de silicium (C / SiC) et aussi de fibres de carbure de silicium avec une matrice de carbure de silicium (SiC / SiC). Les composites CMC sont fabriqués par plusieurs procédés. L'architecture des fibres varie d'un matériau à l'autre [5].

1.2.3. Composites à matrice métallique (CMM)

Comme leur nom l'indique, ces composites sont constitués d'une matrice en

alliage métallique et d'un renfort en particules. Leur conception vise à combiner une bonne ténacité de la matrice en alliage métallique avec une résistance mécanique élevée des particules, offrant ainsi des propriétés isotropes, contrairement aux composites à fibres. Ces matériaux se distinguent par :

- La disponibilité d'une gamme de renfort à des coûts compétitifs,
- Le progrès enregistré dans le développement des procédés de fabrication de ces composites ayant des microstructures et des propriétés reproductibles.

On essaie actuellement des disques composites où la partie utile en fonte est soutenue par un substrat d'aluminium plus léger. Le renfort est généralement constitué de particules de carbure de silicone SiC. Les composites à matrice aluminium (Al-MMC) ont des rapports module de Young/densité largement supérieurs à ceux des aciers ou des alliages de titane, et leur module d'élasticité des composites Al-MMC dépend de la fraction volumique du renfort. Pour ce genre de matériau, les problèmes de dilatation différentielle ne sont pas encore résolus [4].

En général, les composites à matrice métallique se composent d'au moins deux composants : une matrice métallique, souvent une saïques (alliage), et un renfort qui peut être un composé intermétallique, un oxyde, un carbure ou un nitrure. Dans la production, la matrice et le renfort sont mélangés pour former un matériau homogène à partir d'un alliage à deux phases ou plus, où la phase secondaire se forme sous forme de particules ou de réactions eutectiques ou eutectoïdes.

En d'autres termes, un composite commence initialement comme des composants distincts, c'est-à-dire la matrice métallique et le renforcement. Dans tous les cas, la matrice est définie comme un métal, mais un métal pur est rarement utilisé comme matrice ; il s'agit généralement d'un alliage [6].

Si l'on considère le terme composite dans son sens le plus large, un morceau de métal commun (polycristallin) peut être vu comme un composite constitué de nombreux grains. Cependant, pour désigner un matériau comme composite, il est nécessaire de respecter des critères stricts :

- Il doit s'agir d'une combinaison d'au moins deux matériaux chimiquement distincts, avec une interface distincte séparant les constituants.
- Les matériaux distincts formant le composite doivent être combinés de manière tridimensionnelle. Par exemple, les stratifiés comme les métaux plaqués ou les sandwichs en nid d'abeille ne sont pas considérés comme des matériaux composites de base si le même métal est utilisé partout.
- Le composite doit être conçu pour obtenir des propriétés qui ne pourraient pas être atteintes par les matériaux constitutifs pris isolément.

1.2.3.1. Types de composites à matrice métallique [7]

Tous les CMM ont un métal ou un alliage métallique comme matrice. Le renfort peut être métallique ou céramique. Dans un cas inhabituel, le renfort se présente sous la forme d'un PMC renforcé de fibres (une feuille d'époxy renforcé de fibres de verre ou d'époxy renforcé de fibres d'aramide). Il existe quatre types de CMM :

- CMM renforcés de particules : Ces composites intègrent des particules généralement céramiques, telles que le carbure de silicium (SiC) ou l'alumine, dispersées dans la matrice métallique. Cette configuration améliore des propriétés comme la résistance à l'usure et la dureté.
- CMM à fibres courtes ou à moustaches renforcées : Dans cette catégorie, des fibres courtes ou des moustaches (cristaux en forme d'aiguilles) sont incorporées à la matrice. Ces renforts, souvent en céramique, augmentent la résistance mécanique et la rigidité du composite.
- CMM continus renforcés de fibres ou de feuilles : Ces composites utilisent des fibres longues et continues, ou des feuilles, pour renforcer la matrice métallique. Cette structure confère au matériau une anisotropie marquée, offrant une résistance élevée dans la direction des fibres.
- CMM stratifiés ou stratifiés : Également appelés composites laminés, ils sont constitués de couches alternées de matériaux différents, combinant les avantages de chaque composant pour obtenir des propriétés mécaniques spécifiques.

La figure 1.2 illustre schématiquement ces différents types de CMM. Le lecteur peut facilement visualiser que les composites continus renforcés de fibres seront les plus anisotropiques de tous. Le tableau 1.2 présente des exemples de certains renforts importants utilisés dans les CMM, ainsi que leurs diamètres.

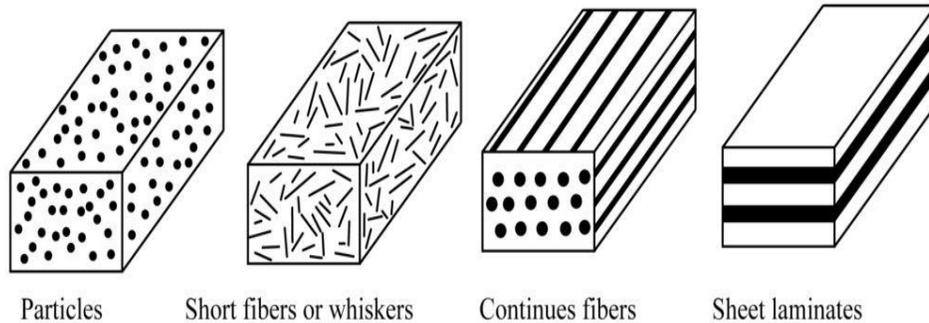


Figure 1.2 : Différents types de composites à matrice métallique [7].

Tableau 1.1 : Types et diamètres utilisés dans les composites à matrice métallique.

Type	Diamètre	Exemples
Particule	1-25 μm	SiC, Al_2O_3 , BN, B_4C , WC, TIC
Fibre courte ou whiskers	1-5 μm	C, SiC, Al_2O_3 , $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$
Fibre continue	3-150 μm	SiC, Al_2O_3 , C, B, W, Nb-Ti, Nb_3Sn
Nanoparticule	<100 nm	C, Al_2O_3 , SiC
Nanotube	<100 nm	C

Les CMM renforcés de façon discontinue (on utilise le terme CMM renforcés de façon discontinue pour désigner les CMM ayant des renforts sous forme de fibres courtes, de moustaches ou de particules) ont pris une importance particulière pour les raisons suivantes :

- Les composites renforcés de particules sont peu coûteux par rapport aux composites renforcées de fibres continues. Le coût est un élément important et essentiel pour un grand volume d'utilisation.
- Le traitement par coulée ou par métallurgie des poudres, suivi du traitement

secondaire conventionnel par laminage, forgeage et extrusion, peut être utilisé.

- Des températures d'utilisation plus élevées sont possibles qu'avec le métal non renforcé.
- Module et résistance améliorés.
- Stabilité thermique accrue.
- Meilleure résistance à l'usure.
- Propriétés relativement isotropes par rapport à celles des composites renforcés de fibres.

Dans la vaste catégorie des composites renforcés discontinus, les CMM fabriqués par coulée de métal liquide sont moins chers à produire que les composites de métallurgie des poudres [9].

1.3. Constituant des matériaux composites

1.3.1. La matrice [10]

La matrice est effectivement la phase continue d'un matériau composite. Elle entoure et maintient en place le renfort (fibres, particules, etc.), assurant ainsi la cohésion globale du matériau. Voici les fonctions principales de la matrice dans un composite :

- **Cohésion mécanique** : La matrice lie les renforts entre eux, permettant au composite de fonctionner comme un ensemble homogène
- **Transfert des charges** : Elle transmet les efforts mécaniques appliqués au composite vers les renforts, qui supportent la majorité des contraintes.
- **Protection du renfort** : La matrice protège les fibres ou particules des agressions chimiques, mécaniques et environnementales (corrosion, abrasion, etc.).
- **Influence sur les propriétés** : Dans les composites à matrice métallique, notamment ceux à base d'aluminium, la matrice joue un rôle crucial non seulement dans la résistance mécanique, mais aussi dans la conductivité thermique, la résistance à la température, et la durabilité du matériau.

On peut retrouver dans l'organigramme ci-dessous, les différentes familles de matrices :

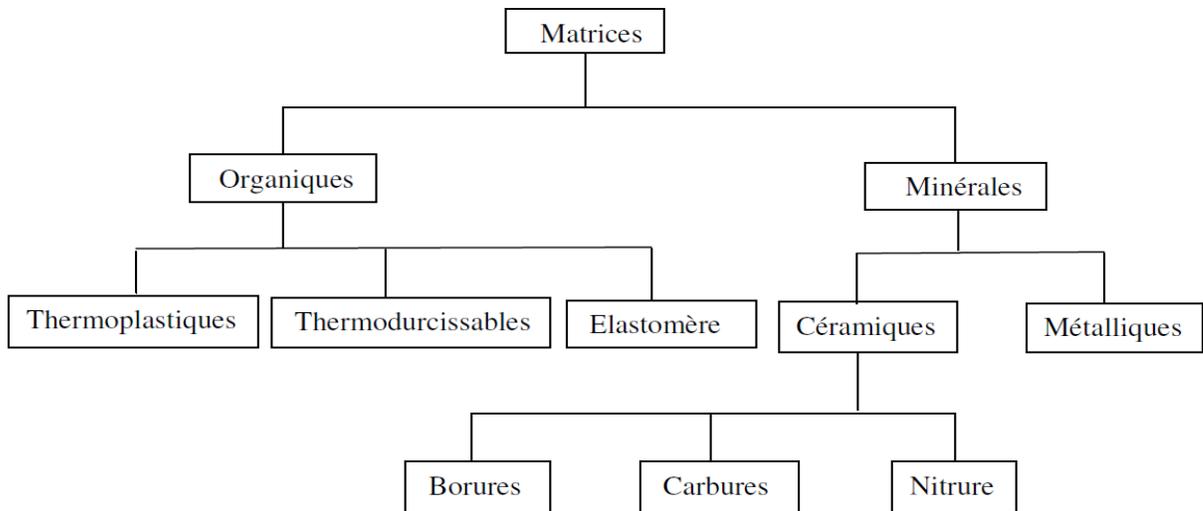


Figure 1.3 : Différentes familles de matrices [11].

1.3.1.1. Composites à matrice aluminium [10]

Dans un contexte industriel où la recherche de matériaux légers, résistants et durables est de plus en plus importante, les matériaux composites jouent un rôle de plus en plus central. Les composites à matrice métallique à base d'aluminium apparaissent comme une solution innovante, capable de répondre à des exigences mécaniques et thermiques élevées tout en conservant une masse volumique réduite, un critère crucial dans les domaines de l'aéronautique, de l'automobile et de l'électronique.

Cette revue concerne les composites à matrice métallique, et plus spécifiquement les composites à matrice aluminium (AMC, pour Aluminium Matrix Composites). Dans les AMCs, l'un des constituants est l'aluminium ou un alliage d'aluminium, qui forme un réseau interconnecté et est appelé phase matricielle. L'autre constituant est incorporé dans cette matrice d'aluminium ou d'alliage d'aluminium, et sert de renfort ; ce renfort est généralement non métallique et, dans la plupart des cas, céramique, comme le carbure de silicium (SiC) ou l'alumine (Al_2O_3) et tic carbure de titane.

Les propriétés des AMCs peuvent être ajustées en modifiant la nature des constituants et leur fraction volumique.

Les principaux avantages des AMC par rapport aux matériaux non renforcés sont les suivants :

- Résistance mécanique accrue.
- Rigidité améliorée.
- Densité (poids) réduite.
- Meilleures propriétés à haute température.
- Coefficient de dilatation thermique contrôlé.
- Gestion thermique/amélioration de la dissipation de chaleur.
- Performances électriques améliorées et ajustables.
- Meilleure résistance à l'abrasion et à l'usure.
- Meilleur contrôle de la masse (notamment dans les applications à mouvement alternatif).
- Amélioration des capacités d'amortissement.

Ces avantages peuvent être quantifiés pour une meilleure compréhension. Par exemple, le module d'élasticité de l'aluminium pur peut être augmenté de 70 GPa à 240 GPa en le renforçant avec 60 % en volume de fibres continues d'aluminium. Par ailleurs, incorporation de 60 % en volume de fibres d'alumine dans de l'aluminium pur permet de réduire le coefficient de dilatation thermique de 24 ppm/°C à 7 ppm/°C. De même, il est possible de fabriquer des composites Al-9 % Si avec 20 % en volume de particules de SiC (SiCp), présentant une résistance à l'usure équivalente, voire supérieure, à celle de la fonte grise.

Tous ces exemples illustrent qu'il est possible de modifier plusieurs propriétés technologiques de l'aluminium ou des alliages d'aluminium dans des proportions de deux à trois ordres de grandeur en incorporant un renfort approprié avec une fraction volumique adéquate.

1.3.2. Les renforts

Les renforts contribuent à améliorer la résistance mécanique et la rigidité des matériaux composites et se présentent sous forme filamentaire, allant de la particule de forme allongée à la fibre continue qui donne au matériau un effet de résistance orientée [12].

Les différents types de renforts sont cités dans l'organigramme ci-dessous :

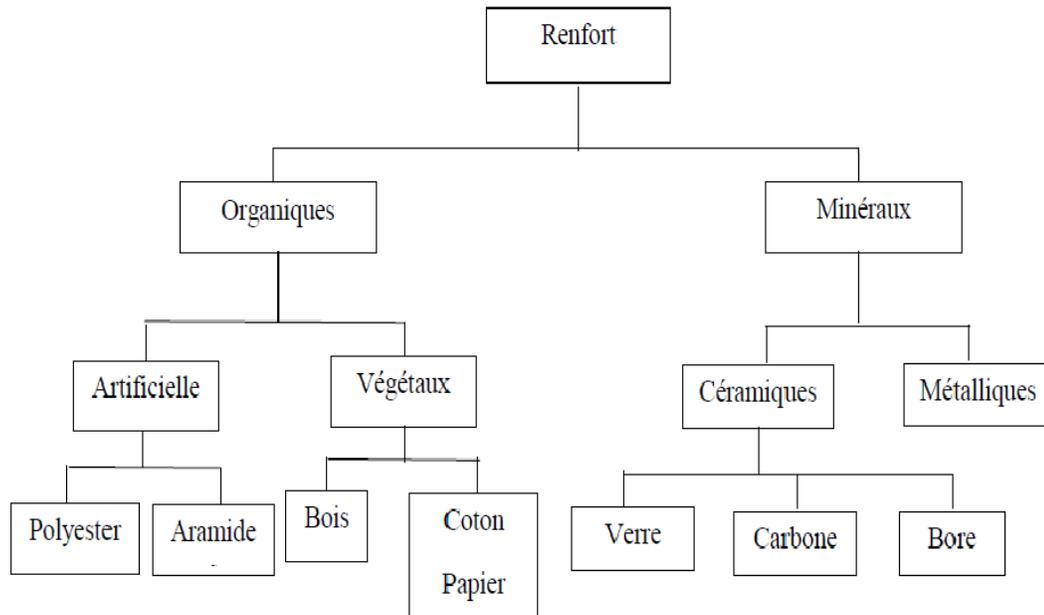


Figure 1.4 : Les différents types de renfort de base [13].

1.3.2.1. Les fibres

Les fibres utilisées se présentent soit sous forme continues (fibres longues), soit sous forme discontinues (fibres courtes) [14].

- **Fibres longues** : Elles sont coupées au moment de la fabrication du matériau composite, ou qui peuvent être utilisées telles quelles ou bien tissés.
- **Fibres courtes** : Elles sont à quelques centimètres, ou fractions des millimètres, ou on distingue les feutres et les mats (particules).

1.3.2.1.1. Natures des fibres

- **Les fibres de verre** [15]

Le terme fibres de verre désigne à la fois les fibres utilisées comme isolant thermique et celles utilisées comme renforts associées à des matrices organiques pour donner des composites. La principale application des fibres de verre textile est le renforcement des plastiques. Cependant leur champ d'applications s'est élargi à d'autres matrices (ciment, plâtre, bitume...) et à d'autres utilisations.

- **Fibres de carbone [9]**

Les fibres de carbone ont de très fortes propriétés mécaniques et sont élaborées à partir d'un polymère de base, appelé précurseur. Actuellement, les fibres précurseurs utilisées sont des fibres acryliques élaborées à partir du polyacrylonitrile (PAN). La qualité des fibres de carbone finales dépend fortement des qualités du précurseur.

Le principe d'élaboration est de faire subir aux fibres acryliques une décomposition thermique sans fusion des fibres aboutissant à une graphitisation. Le brai qui est un résidu de raffinerie issu du pétrole ou de la houille est également utilisé pour produire des fibres de carbone.

Quelques exemples de fibres de carbone classiquement rencontrés : T300, T800, MR40, TR50, IM6, IM7, GY, M55J.

- **Fibres aramides [9]**

Les fibres aramides ont des propriétés mécaniques élevées en traction comme les carbones mais leurs résistances à la compression est faible. La faible tenue mécanique en compression est généralement attribuée à une mauvaise adhérence des fibres à la matrice dans le matériau composite. Pour y remédier, des enzymages des fibres peuvent être utilisés. L'utilisation de composites à fibres hybrides permet également de remédier aux faiblesses des composites à fibres aramides. Des renforts hybrides de type verre-kevlar ou carbone-kevlar sont largement utilisés dans le domaine des loisirs (ski, raquette de tennis).

Quelques exemples de fibres aramides : KEVLAR (Dupont de Nemours, USA), TWARON (Akzo, Allemagne-Hollande), TECHNORA (Teijin, Japon).

- **Fibres céramiques [9]**

Les matériaux composites de type céramiques sont souvent constitués de renforts et de matrice en céramique. Les fibres sont élaborées par dépôt chimique en phase vapeur sur un fil support. Ces fibres sont rencontrées dans des applications où la température est très élevée entre 500°C et 2 000°C. Ces matériaux sont utilisés notamment dans les parties chaudes des moteurs d'avions. Quelques exemples de fibres céramiques :

- fibres de Carbone de Silicium.
- fibres de Bore.

- fibres de Bore carbure de silicium.

1.3.2.2. Composites à matrice métallique à renfort particulaire CMMP

Les composites à matrice métallique représentent une nouvelle classe de matériaux qui tend à se développer de plus en plus. Les développements industriels se sont orientés très tôt vers les CMMP. Les composites renforcés par des particules sont surtout recherchés pour leurs performances en frottement et en usure. Un matériau composite est dit à particules lorsque le renfort se trouve sous forme de particules. Une particule, par opposition aux fibres, ne possède pas de dimension privilégiée. Les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux ou des matrices, comme la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, la diminution du retrait. Selon la morphologie des particules et leur répartition, il est possible de faire varier les propriétés dans des proportions intéressantes. C'est le cas, par exemple, de la majorité des propriétés physiques telles que le coefficient de dilatation thermique, la diffusivité thermique, la résistance électrique...etc [16].

Les cermets sont des CMMP composés de céramique-métal. Les cermets les plus courants sont les carbures cémentés. Ils contiennent des particules extrêmement dures d'une céramique réfractaire, à base de carbures de tungstène (WC) ou de titane (TiC), entre autres, qui sont liées par une matrice constituée d'un métal tel que le cobalt ou le nickel, cuivre. On utilise souvent les cermets pour fabriquer des outils d'usinage des aciers durs. Les particules de carbure donnent du tranchant à ces outils, mais elles sont très fragiles et ne peuvent donc supporter seules les contraintes dues au frottement avec la pièce à usiner. En les incorporant à une matrice métallique ductile, qui les isole et empêche la propagation des fissures d'une particule à l'autre, on obtient un composite plus tenace. La matrice et la phase particulaire doivent être suffisamment réfractaires pour résister aux températures élevées résultant du frottement entre l'outil et la pièce à usiner, qui est généralement très dure. Le choix de l'association matrice-particules dépend des propriétés souhaitées. Par exemple, des inclusions de plomb dans des

alliages de cuivre augmenteront leur facilité d'usinage. Des particules de métaux fragiles tel le tungstène, le chrome et le molybdène, incorporées dans des métaux ductiles augmenteront leurs propriétés à températures élevées, tout en conservant le caractère ductile à température ambiante. Les renforts qui sont généralement des céramiques tels que les carbures (SiC, TaC, TiC, WC, B₄C), les nitrures métalliques (TaN, ZrN, Si₃N₄, TiN), les oxydes métalliques (ZrO₂, Al₂O₃, ThO₂) et les borures métalliques (TaB₂, ZrB₂, TiB₂, BM), présentent des modules de Young, des contraintes de ruptures et des duretés assez élevés, en plus d'une bonne résistance à l'oxydation et à la corrosion à hautes températures. Ils offrent des propriétés très attrayantes avec la matrice métallique : module d'Young très élevé, très bon comportement en fatigue thermique, très bonne résistance à l'usure et un très bon rapport résistance mécanique/densité [17].

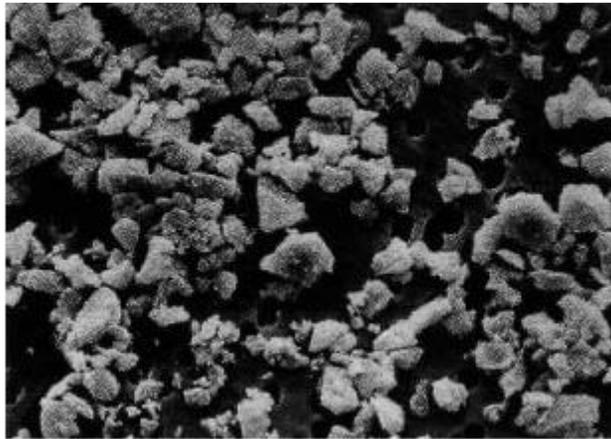


Figure1.5 : Morphologie des renforts particule.

1.4. Différents types de matériaux composites

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

1.4.1. Composites à grande diffusion [18]

Les matériaux composites à grande diffusion offrent des avantages essentiels, qui sont l'optimisation des coûts par diminution des prix de revient, sa composition de résine organique et des fibres longues ou courtes (sous forme de mat ou tissu) et la simplicité du principe d'élaboration du matériau.

1.4.2. Composites à hautes performances [18]

Les matériaux composites à hautes performances sont utilisés dans le domaine d'aéronautique où le besoin d'une grande performance déduite des hautes valeurs ajoutées.

Les renforts sont plutôt des fibres longues. Le taux de renfort est supérieur à 50%. Ces composites sont élaborés par les procédures suivantes :

- Drapage autoclave, enroulement filamentaire.
- Beaucoup de procédés encore manuels.

1.5. Domaines d'application

Les excellentes performances mécaniques des matériaux composites connaissent un essor considérable dans de nombreux secteurs industriels en raison de leurs propriétés mécaniques exceptionnelles, leur légèreté, leur résistance à la corrosion, et leur adaptabilité à divers environnements. Ces matériaux, résultant de l'association d'une matrice et d'un renfort, permettent d'obtenir des performances supérieures à celles des matériaux traditionnels. Cependant ils restent très chers à fabriquer. Leurs domaines d'application sont :

- Électricité et électronique,
- Bâtiment et travaux publics,
- Transports routiers, ferroviaires, maritimes, aériens et spatiaux (notamment militaire),
- Santé (instrumentation médicale),
- Sports et loisirs (skis, raquette de tennis, planche à voile, surf, club de golf, aviron ...).

Ainsi on note que les matériaux composites sont surtout utilisés pour des applications où une haute performance est recherchée et où le prix n'est pas le facteur primordial.

1.6. Avantages et inconvénients des matériaux composites

1.6.1. Avantages des matériaux composites

Les composites sont préférés à d'autres matériaux parce qu'ils offrent des atouts liés à :

- Leur légèreté.
- Leur résistance à la corrosion et aussi à la fatigue.
- Leur insensibilité aux produits comme les graisses, les liquides hydrauliques, les

peintures et les solvants.

- Leur possibilité de prendre plusieurs formes, d'intégrer des accessoires et permettre la réduction de bruit. [4]

1.6.2. Inconvénients des matériaux composites [11]

Cependant certains inconvénients freinent leur diffusion :

- Les coûts des matières premières et des procédés de fabrication.
- La gestion des déchets engendrés et la réglementation de plus en plus stricte.

1.7. Frittage des matériaux composites

Le frittage est une étape cruciale dans l'élaboration des matériaux composites à matrice métallique, permettant la consolidation des poudres sous l'effet combiné de la température et parfois de la pression. Parmi les procédés les plus couramment utilisés figurent le frittage sous pression (Hot Pressing - HP), le frittage isostatique à chaud (Hot Isostatic Pressing - HIP) et le frittage par courant électrique pulsé (Spark Plasma Sintering - SPS).

1.7.1. Paramètres de frittage

1.7.1.1. Atmosphère de frittage

Le frittage peut être effectué sous différentes atmosphères et chacune d'elle influe sur la qualité du produit final.

Les pièces frittées sous air sont exposées à l'oxygène et à la vapeur d'eau ce qui altère considérablement les propriétés physico-chimiques des produits frittés par l'inclusion des oxydes qui sont souvent fragiles et altèrent les propriétés mécaniques.

Par contre une atmosphère neutre (ex : azote ou argon) protège la composition d'une corrosion à haute température durant le frittage mais les oxydes existant avant le frittage restent dans le fritté.

1.7.1.2. Température et durée du frittage

La température fait augmenter rapidement la vitesse du frittage que l'on peut caractériser par la valeur du retrait. Cependant, les températures très élevées, par rapport à la température de fusion, ne sont pas toujours utilisées car elles provoquent des déformations des pièces par fluage.

La durée de l'opération de frittage comprend la montée et le maintien en température ainsi que le refroidissement. La montée en température est assez lente pour permettre l'évacuation du lubrifiant puis un maintien à la température maximale tel que la durée de parcours dans le four est de 2 à 4 h. La durée du processus de frittage représente le temps nécessaire pour atteindre une

densification complète du matériau. Elle dépend de plusieurs paramètres, mais elle est dominée par la fraction volumique du liquide et de la température de frittage [19].

1.7.2. Différents types de frittage

D'un point de vue technologique on distingue deux types de frittage : naturel qui effectué sans contrainte mécanique (chauffage sous air ou sous atmosphère contrôlée) et frittage sous charge effectué en appliquant une pression extérieure simultanément au chauffage. Ce dernier est particulièrement utilisé pour les matériaux difficiles à fritter ou pour obtenir des densités proches de la densité théorique.

D'un point de vue physico-chimique, on distingue deux types de frittage : frittage en phase solide et frittage en phase liquide. Si le matériau après frittage à la même composition chimique que la poudre initiale, on parle de frittage non réactif. Dans certains cas, la poudre initiale peut être composée d'un mélange de deux (ou plusieurs) composés chimiques ; le traitement thermique permet de former un nouveau composé chimique et de densifier ce nouveau matériau ; on parle alors de frittage réactif. La figure 1.6 présente les différents types de frittage. [20]

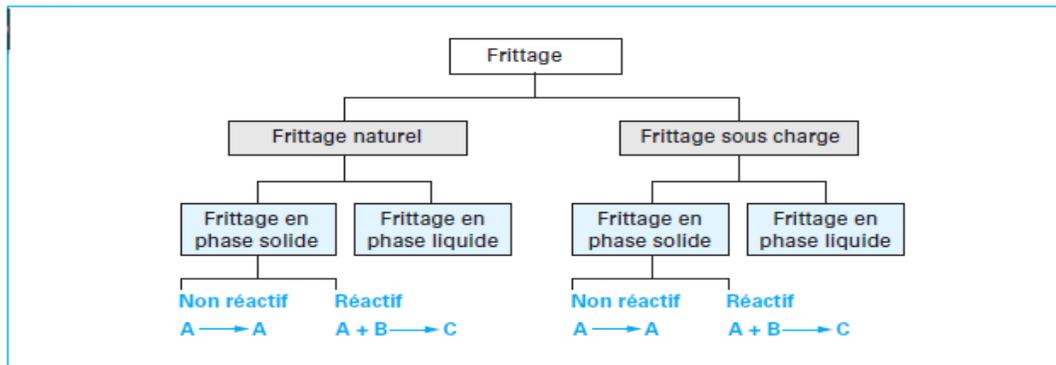


Figure 1.6 : Les différents types de frittage.

1.7.2.1. Frittage en phase liquide

Procédé d'élaboration des matériaux à partir d'une poudre ayant au moins deux constituants. La température de fusion de l'un des deux doit être inférieure à la température de frittage, dans le but de permettre l'apparition de la phase liquide qui densifiera le comprimé. Les mécanismes mis en jeu font intervenir des phénomènes de fusion, de mise en solution, de diffusion, d'écoulement liquide par capillarité, de réarrangement des particules solides et l'élimination de la porosité.

Lors du frittage en présence d'une phase liquide, On distingue trois étapes principales, correspondant successivement au réarrangement, à la dissolution précipitation et à la coalescence des grains (figure 1.7) [21].

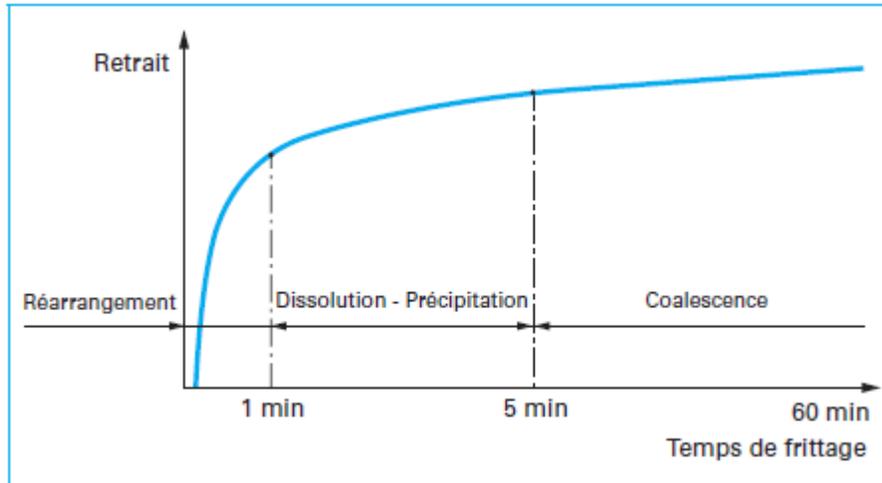


Figure 1.7 : Représentation schématique des trois grandes étapes du frittage en phase liquide.

1.7.2.1.1. Réarrangement des particules

La première étape du frittage en phase liquide est caractérisée par une augmentation très rapide de la densité apparente du matériau. Ce phénomène est lié à l'apparition de la phase liquide qui, jouant le rôle de lubrifiant, permet le glissement des particules les unes sur les autres sous l'effet des différentes contraintes existant au sein de l'empilement.

1.7.2.1.2. Dissolution-précipitation

A la fin du réarrangement, les particules forment un empilement de grains liés entre eux par un film de fluide. Le système ainsi formé ne peut évoluer par simple réarrangement. La densification se fait alors par les phénomènes de dissolution précipitation.

Les forces de pression créées par la capillarité augmentent la contrainte au sein des particules. Les parties en contact sont dissoutes, diffusent dans le liquide et précipitent sur les surfaces libres.

1.7.2.1.3. Grossissement des grains (coalescence)

Cette étape appelée aussi "évolution microstructurale" est plus lente que les deux précédentes étapes, elle est caractérisée par :

- La formation de grains plus gros : Le rapprochement des grains au niveau des interfaces conduit à la naissance de gros grains.
- La Croissance des grains par dissolution-précipitation : Les petites particules dissoutes précipitent sur les grandes particules et contribuent à leur grossissement.
- L'élimination de la porosité restante par diffusion vers la surface.

1.7.2.2. Frittage en phase solide

Au cours du frittage en phase solide tous les constituants restent solides. La densification est produite par la soudure et le changement de forme des grains. Ce frittage peut donc être monophasé à un constituant ou polyphasé. On peut, ajouter des additifs qui permettent, sans créer de phase liquide, d'accélérer la densification. Ce mode de frittage est particulièrement utilisé pour les céramiques techniques dont la pureté des joints de grains est importante pour les propriétés d'usage : thermomécaniques (outils de coupe, barrières thermiques, combustible nucléaire), électriques ou magnétiques (diélectriques, varistances, supraconducteurs), optiques, voire biologiques [22].

Durant le frittage, trois étapes se succèdent : la formation des ponts, le grossissement des grains et l'élimination de la porosité.

1.7.3. Procédés de frittage en phase solide

1.7.3.1. Spark Plasma Sintering (SPS)

Le SPS est une technique avancée qui combine l'application simultanée d'une pression uniaxiale et le passage d'un courant électrique pulsé à haute intensité à travers la poudre contenue dans un moule en graphite. Ce courant provoque un échauffement très rapide (plus de 100°C/min) par effet Joule directement au niveau des particules, ce qui accélère fortement la diffusion et la densification. Cette méthode permet d'obtenir des matériaux très denses (jusqu'à 99,5% de densité théorique) en quelques minutes seulement, avec une microstructure fine et homogène, limitant la croissance des grains et améliorant ainsi les propriétés mécaniques comme la dureté et la ténacité. Le SPS est particulièrement adapté aux matériaux réfractaires et composites complexes, sans nécessité d'ajout de liants, ce qui garantit une grande pureté du produit final.

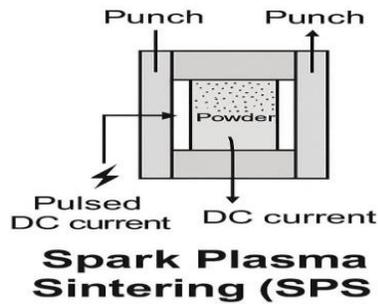


Figure 1.8 : Schéma du procédé de frittage étincelles plasmatiques (SPS).

1.7.3.2. Hot Isostatic Pressing (HIP)

Le HIP est une technique de frittage sous pression isostatique, c'est-à-dire que la pression est appliquée de manière uniforme dans toutes les directions grâce à un gaz inerte (argon, azote) injecté dans une enceinte fermée. La température est élevée mais souvent un peu inférieure à celle du frittage classique, tandis que la pression peut atteindre environ 100 MPa (1000 atm) ou plus. Cette pression homogène permet d'éliminer les pores et d'atteindre une densité très proche de la densité théorique, même pour des formes complexes en 3D. Le HIP est très utilisé pour densifier des céramiques avancées, des alliages à haute performance et des pièces issues de fabrication additive, offrant une excellente uniformité et des propriétés mécaniques supérieures. Cependant, c'est un procédé plus coûteux et complexe que le frittage classique.

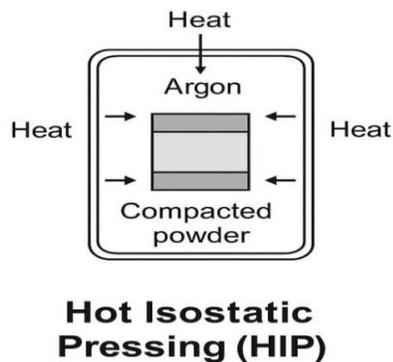


Figure 1.9 : Schéma du procédé de pressage isostatique à chaud (HIP).

1.7.3.3. Hot Pressing (HP)

Le Hot Pressing est un procédé plus traditionnel où la poudre est chauffée sous pression uniaxiale dans un moule. La pression est appliquée uniquement dans une direction, ce qui peut entraîner des gradients de densité dans la pièce. Ce procédé est plus simple que le SPS et le HIP, mais généralement moins rapide et moins efficace pour obtenir une densification complète et homogène, surtout pour les matériaux réfractaires ou complexes [22].

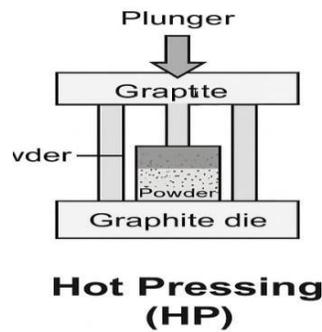


Figure 1.10 : Schéma du procédé de pressage à chaud (HP) [23].

Chapitre 2

Recherche bibliographique

sur matériaux

bidimensionnels (2D)

Chapitre 2 : Recherche bibliographique sur matériaux bidimensionnels (2D)

2.1. Introduction

Un matériau bidimensionnel, souvent appelé matériau 2D ou monocouche, est formé d'une unique couche d'atomes ou de molécules.

Depuis que le graphène (une seule couche de graphite) a été isolé avec succès en 2004, de nombreuses études ont été menées pour obtenir d'autres matériaux similaires, comme le disulfure de molybdène (MoS_2), le nitrure de bore hexagonal (BN) ou certains hydroxydes. Ce fort intérêt s'explique par leurs propriétés particulières et les nombreuses applications possibles, notamment dans le solaire, l'électronique ou la purification de l'eau [24].

Le graphène est composé d'une seule couche d'atomes de carbone organisés en forme d'alvéoles, comme un nid d'abeilles. Il représente la base de plusieurs autres formes du carbone : le graphite, utilisé par exemple dans les crayons ou certains réacteurs, est un empilement régulier de couches de graphène ; les fullerènes, découverts en 1985, ont une forme sphérique ; et les nanotubes de carbone, identifiés en 1991, sont formés en enroulant une feuille de graphène sur elle-même. En 2004, Konstantin Novoselov et Andre Geim ont réussi à isoler pour la première fois une feuille de graphène libre, ce qui a marqué un tournant majeur. Depuis, ce matériau fascine par ses propriétés mécaniques et électroniques exceptionnelles, devenant un sujet d'étude majeur, aussi bien pour la recherche fondamentale que pour des applications pratiques [25].

2.2. L'histoire des matériaux bidimensionnels (2D)

Tout commence véritablement en 2004, lorsque Andre Geim et Konstantin Novoselov, à l'Université de Manchester, parviennent à isoler une unique couche d'atomes de carbone, appelée graphène. En utilisant une méthode simple consistant à exfolier le graphite avec du ruban adhésif, ils ont réussi à mettre en évidence les propriétés remarquables de ce matériau : excellente conductivité électrique, grande résistance mécanique et mobilité électronique élevée. Cette avancée majeure leur a valu le prix Nobel de Physique en 2010.

Depuis, l'intérêt pour les matériaux bidimensionnels s'est considérablement élargi. D'autres composés ont été explorés, tels que les dichalcogénures de métaux de transition (comme le MoS_2 ou le WS_2), le nitrure de bore hexagonal (h-BN), le phosphorène ou encore le borophène. On s'intéresse également aux MXenes, une famille de carbures, nitrures et carbonitrures de métaux de transition obtenus par exfoliation chimique des phases MAX. À cela s'ajoutent les Xènes (silicène, germanène, stanène), qui sont des matériaux analogues au graphène mais constitués respectivement de silicium, de germanium et d'étain.

Chapitre 2 : Recherche bibliographique sur matériaux bidimensionnels (2D)

Afin de permettre une production plus efficace de ces matériaux, de nouvelles méthodes de synthèse ont été développées, telles que l'exfoliation liquide ou le dépôt chimique en phase vapeur (CVD). Grâce à la diversité de leurs propriétés électroniques, optiques et mécaniques, ces matériaux offrent de nombreuses possibilités d'applications dans des domaines variés : nanoélectronique, optoélectronique, capteurs ou encore stockage d'énergie. Aujourd'hui, la recherche dans ce domaine évolue rapidement, avec la découverte de nouveaux matériaux et la mise au point de structures atomiques de plus en plus complexes [24].

2.3. Graphene

Le graphène est un allotrope bidimensionnel du carbone, dérivé directement du graphite. Ce dernier est un matériau courant, que l'on retrouve par exemple dans les mines de crayon ou certaines piles. Il est composé d'atomes de carbone arrangés selon un motif hexagonal qui rappelle la structure d'un nid d'abeilles. Le graphite fait partie, avec le diamant, la lonsdaléite et la chaoite, des formes naturelles du carbone. Il s'agit d'un élément que l'on trouve à l'état natif, principalement dans les roches issues du métamorphisme régional, mais qui peut aussi se former à partir de charbon organique, de magma, ou encore par réduction de carbonates. C'est pourquoi il est disponible en grande quantité et à faible coût. La structure du graphite repose sur des couches planes appelées « graphènes », séparées entre elles par une distance d'environ 0,336 nanomètre [26].

Dans chaque couche, les atomes de carbone sont liés par des liaisons covalentes fortes de type sigma, formées par trois électrons sp^2 , tandis que le quatrième électron (de type p) participe à des liaisons conjuguées. Ces liaisons permettent aux électrons de circuler librement, ce qui confère au graphite une excellente conductivité électrique et thermique, ainsi que sa couleur noire caractéristique. Les couches de graphène sont maintenues entre elles par des forces de van der Waals, qui sont faibles, ce qui explique pourquoi le graphite est facile à cliver et pourquoi il est relativement tendre. Cette faible cohésion entre les couches facilite aussi l'exfoliation du graphène.

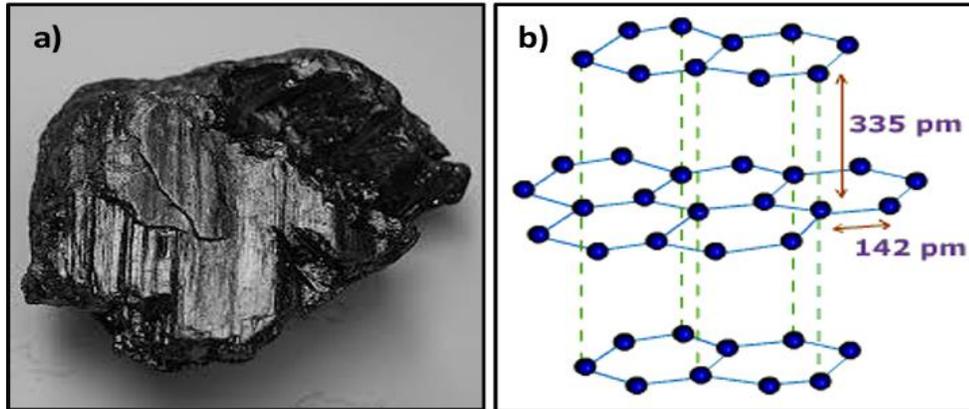


Figure 2.1: Structure du graphite.

Une seule couche d'atomes de carbone disposés dans une telle structure en nid d'abeille forme une seule feuille de graphène (Figure 2.2). Plusieurs feuilles empilées les unes sur les autres sont considérées comme du graphène multicouche, jusqu'à ce que le matériau devienne graphite (habituellement sur environ 30 couches, bien qu'une normalisation claire fasse cruellement défaut à l'heure actuelle).

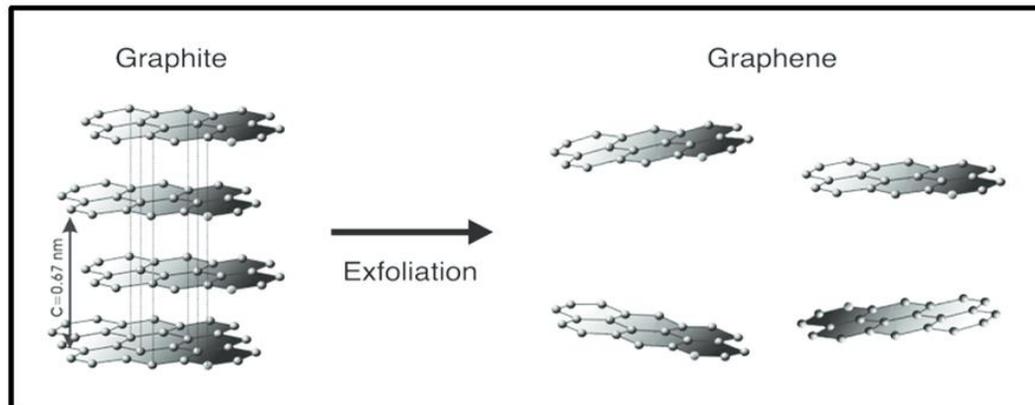


Figure 2.2 : Exfoliation de graphène à partir du graphite.

2.4. MXènes

2.4.1. Définition des MXènes

Les MXènes sont une nouvelle famille de matériaux bidimensionnels (2D) dérivés des phases MAX, qui sont des carbures et nitrures de métaux de transition [27].

Ils ont été découverts en 2011 à l'Université Drexel aux États-Unis. Ces matériaux présentent des propriétés exceptionnelles, notamment une grande conductivité électrique, une excellente stabilité chimique et une capacité d'adsorption élevée, ce qui les rend prometteurs pour

Chapitre 2 : Recherche bibliographique sur matériaux bidimensionnels (2D)

diverses applications comme le stockage d'énergie, la filtration de l'eau et les antennes de télécommunication [27,28].

Les MXènes sont obtenus en retirant, par traitement chimique, l'élément A des phases MAX (comme l'aluminium ou le silicium), ce qui permet d'obtenir de fines couches de matière proches de la structure bidimensionnelle. Depuis leur mise en évidence, ces matériaux ont suscité un vif intérêt dans le milieu scientifique, avec un nombre croissant de publications chaque année portant sur leurs propriétés et leurs nombreuses applications potentielles [29].

2.4.2. Applications des MXènes

La chimie riche et la morphologie uniques des MXènes, en plus de leurs bonnes conductivités électroniques, les rendent de bons candidats pour de nombreuses applications allant des capteurs et des matériaux de dispositifs électroniques aux catalyseurs dans le produit chimique industriel, additifs de renforcement conducteurs aux polymères, électrochimie matériaux de stockage d'énergie, entre autres. Pour la plupart de ces applications sont encore hypothétiques. Les quelques résultats expérimentaux qui existent à ce jour ont exploré l'utilisation de MXene's dans des applications de stockage d'énergie telles que batteries lithium-ion (LIB), condensateurs électrochimiques (supercondensateurs), et les piles à combustible [30].

2.5. Les oxydes bidimensionnels (2D)

Les oxydes bidimensionnels (2D) sont une famille de matériaux en plein développement dont les propriétés physiques et chimiques uniques en raison de leur structure atomique réduite à une ou quelques couches. Ils sont représentés par des types d'oxydes tels que le dioxyde de titane (TiO_2), le dioxyde de manganèse (MnO_2) et le dioxyde de molybdène (MoO_3), des matériaux que l'on peut exfolier ou synthétiser sous forme de films très fins. Ces oxydes 2D se caractérisent notamment leur grande surface spécifique, leur stabilité chimique et leur conductivité variable, ce qui les rend intéressants dans des applications allant de l'électronique à la détection de gaz en passant par la catalyse, le stockage d'énergie ou encore l'électronique. Leur développement s'inspire notamment de l'intérêt porté aux matériaux 2D comme le graphène [31].

➤ **TiO₂ (Dioxyde de titane 2D) :**

- **Type :** Oxyde métallique semi-conducteur.
- **Propriétés :** Bonne stabilité chimique, bande interdite large (~3.2 eV), photocatalyse.
- **Applications :** Photocatalyse pour la dégradation des polluants, cellules solaires, capteurs de gaz.

Chapitre 2 : Recherche bibliographique sur matériaux bidimensionnels (2D)

- **MoO₃ (Trioxyde de molybdène) :**
 - **Type :** Oxyde métallique à structure lamellaire.
 - **Propriétés :** Conductivité variable, capacité d'intercalation ionique.
 - **Applications :** Électrodes pour batteries lithium-ion, dispositifs optoélectroniques.
- **MnO₂ (Dioxyde de manganèse) :**
 - **Type :** Oxyde de transition.
 - **Propriétés :** Capacité électrochimique élevée, structure polymorphe.
 - **Applications :** Supercondensateurs, catalyseurs, dispositifs de stockage d'énergie.
- **V₂O₅ (Pentoxyde de vanadium) :**
 - **Type :** Oxyde métallique.
 - **Propriétés :** Bonne conductivité ionique, structure en couches facile à exfolier.
 - **Applications :** Matériau cathodique pour batteries, électrochromisme.
- **WO₃ (Trioxyde de tungstène) :**
 - **Type :** Oxyde de métal de transition.
 - **Propriétés :** Propriétés électrochromes et photocatalytiques.
 - **Applications :** Vitres intelligentes, capteurs de gaz, dispositifs de mémoire.

2.6. Le dioxyde de titane (TiO₂) titania

Le dioxyde de titane (TiO₂), lorsqu'il est sous forme bidimensionnelle, constitue une nouvelle catégorie de matériaux aux propriétés très différentes de celles du TiO₂ classique en vrac. À l'échelle atomique, ces structures ultrafines, composée d'une ou de quelques couches d'atomes, offrent une surface plus étendue et une meilleure réactivité chimique. Ces particularités font du TiO₂ 2D un matériau de plus en plus étudié, notamment pour des applications dans la photocatalyse, les capteurs, les dispositifs électroniques ou encore les batteries.

Cependant, des recherches récentes ont exploré une approche de fabrication du dioxyde de titane TiO₂ sous forme bidimensionnelle, à partir de carbure de titane (TiC), nitrure de titane (TiN) ou de borure de titane (TiB₂).

Selon nos connaissances actuelles, une seule étude a été menée dans laquelle des poudres céramiques binaires TiB₂ et TiN ont été réagies avec NaOH. Ces matériaux ont été traités par hydrothermalisation, produisant ainsi des structures nanométriques unidimensionnelles de titanate de sodium.

Chapitre 2 : Recherche bibliographique sur matériaux bidimensionnels (2D)

Toutefois, sur la base de nos travaux récents, nous pensons qu'il est possible d'étendre cette approche vers une voie de synthèse qui évite les conditions hydrothermales ou de reflux [32].

PARTIE
EXPERIMENTAL

Dans ce chapitre, nous présentons d'abord les matières premières utilisées ainsi que les techniques d'élaboration du carbure de titane (TiC) tridimensionnel en dioxyde de titane (TiO₂) et préparé des échantillons par frittage haute pression (HP). Après fabrication, les échantillons ont été soigneusement polis afin d'obtenir une surface lisse et adaptée à l'analyse. Enfin, diverses techniques de caractérisation ont été utilisées pour évaluer les propriétés microstructurales et mécaniques des échantillons.

3.1. Description des appareils utilisés dans les différentes étapes expérimentales – issus du laboratoire de Génie des Matériaux (L'ERTI)

3.1.1 L'agitation magnétique

L'agitateur magnétique est l'un des modèles les plus couramment utilisés en laboratoire. Il fonctionne grâce à un champ magnétique rotatif, généré par un aimant ou un ensemble d'électroaimants placés sous une plaque. Ce champ entraîne la rotation d'un barreau aimanté (appelé barreau d'agitation) placé dans le liquide à mélanger, assurant ainsi une agitation automatique et homogène.



Figure 3.1 : Agitateur Magnétique : de laboratoire de recherche études et recherche en technologies industriels département mécanique université blida 1.

3.1.2. Balance de précision

La balance présentée sur l'image est une **balance de précision analytique de marque ADAM, modèle Nimbus**, utilisée pour des mesures de masse avec une grande exactitude. Elle est capable de peser avec une précision allant jusqu'à 0,1 mg (0,0001 g), ce qui la rend idéale pour les applications de laboratoire nécessitant une haute précision.



Figure 3.2 : Balance de de laboratoire de recherche études et recherche en technologies industriels département mécanique université blida 1.

3.1.3. L'étuve

L'étuve de laboratoire, également appelée étuve scientifique, est un équipement spécialisé utilisé dans les laboratoires et les centres de recherche pour chauffer, sécher, stériliser ou effectuer divers autres traitements thermiques sur des échantillons ou des matériaux. **Les étuves de marque Memmert**, par exemple, sont largement utilisées pour leur précision, leur fiabilité et leur performance dans un large éventail d'applications scientifiques. Pour ce procédé au sein de laboratoire de recherche études et recherche en technologies industriels département mécanique université blida 1.



Figure 3.3: Étuve de laboratoire de recherche études et recherche en technologies industriels département mécanique université blida 1.

3.1.4. Microscope optique

Le **Nikon Eclipse LV150N** est un microscope optique utilisé pour l'analyse microstructurale des matériaux. Il permet d'observer des échantillons solides avec différents grossissements (ex : $\times 50$, $\times 100$, $\times 200$, $\times 500$), en utilisant la lumière réfléchie.



Figure 3.4: Microscope optique de laboratoire de recherche études et recherche en technologies industriels département mécanique université blida 1.

3.2. Matières premières

Dans le but d'élaborer les matériaux composites, le matériau de base employé est l'aluminium (Al) en tant que matrice métallique et les particules céramiques de renforcement avec titania (TiO_2) en forme des particules.

3.2.1. Matrice métallique : Aluminium

Nous avons utilisé comme une matrice métallique la poudre d'aluminium de marque (BIOCHEM) spécialement conçue pour les applications scientifiques.

- **Produit :** Poudre d'aluminium fine.
- **Contenu :** 250 grammes.
- **Granulés :** 60 mesh = $250 \mu m$.



Figure 3.5 : La poudre d'aluminium (Al) utilisé.

3.2.2. Le carbure de titane (TiC)

Le carbure de titane (TiC) est une céramique réfractaire appartenant à la famille des carbures de métaux de transition, reconnue pour sa dureté élevée, sa résistance à l'usure et sa stabilité chimique à haute température.

- **Produit :** Titanium (IV) carbide, de marque (Aldrich Chemistry).
- **Granulés :** -325 mesh = $46 \mu m$.
- **Pureté :** 98 % (utilisé dans les applications de haute performance (composites, revêtements anti-usure).

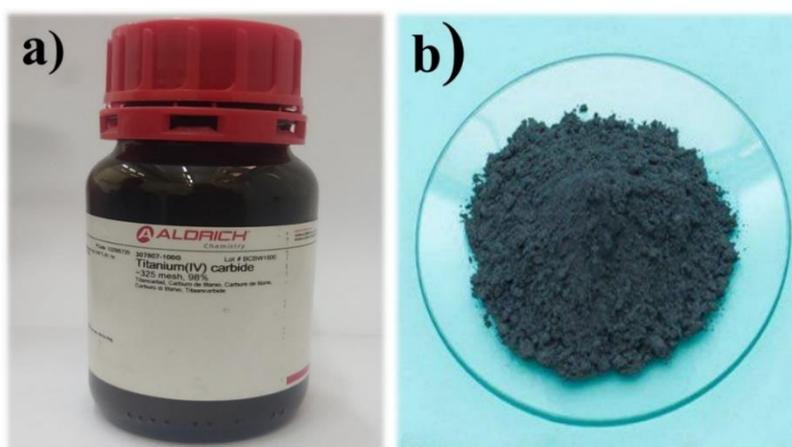


Figure 3.6:(a), (b) la poudre de carbure de titane (TiC) utilisé.

3.2.2.1. Propriétés physiques du TiC

- **Densité** : $\approx 4,93 \text{ g/cm}^3$.
- **Dureté** : Mohs 9–9.5, extrêmement résistant aux rayures.
- **Conductivité thermique** : $\approx 21 \text{ W/m.K}$ (bonne dissipation thermique).
- **Température de fusion** : $\approx 3160^\circ\text{C}$, extrêmement réfractaire.

3.2.2.2. Propriétés chimiques du TiC

- Grande stabilité chimique dans les environnements extrêmes.
- Bonne adhésion à la matrice aluminium sous certaines conditions de traitement.
- Résistance à l'oxydation : mais peut former TiO_2 en présence d'oxygène à haute température.
- Interaction avec les bases et acides : solubilité limitée, mais possibilité de modification chimique par attaque alcaline ou acide.

3.3. Transformation du TiC (3D) en TiO_2 en forme 2D

Dans cette partie nous avons pris un gramme de précurseur binaire soigneusement pesé, qui a été introduit dans une bouteille en polyéthylène remplie de 50 ml d'une solution concentrée à 5 Mole de NaOH.

- Calcule de la masse de 5M (NAOH) :

$$m = \frac{N(\text{nombre de moles}) \times V(\text{volume l}) \times M(\text{masse molaire de NAOH})}{P(\text{la purete de NAOH})} \times 100 \quad (3.1)$$

$$m = \frac{5 \times 50 \times 10^{-3} \times 40}{99} \times 100$$

$$m = 10.1010 \text{ g.}$$

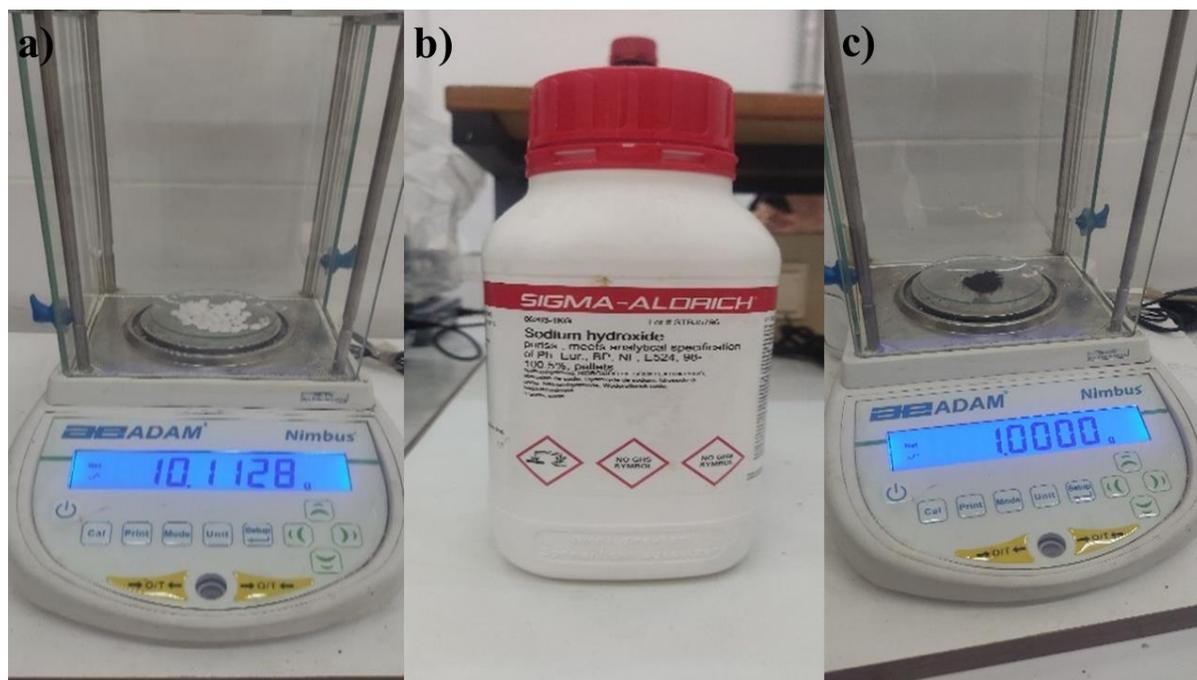


Figure 3.7 : (a) La masse de l'hydroxyde de sodium, (b) boîte de l'hydroxyde de sodium marquée de (SIGMA-ALDRICH), (c) la masse de carbure de titane TiC.

- Pour assurer une agitation uniforme, un barreau magnétique a été ajouté, une fois le bouchon solidement fixé, la réaction a été déclenchée : le mélange, soumis à une agitation magnétique constante, à 95°C, où il a évolué lentement mais sûrement pendant 7 jours.



Figure 3.8: Précurseur (TiC + NaOH).

- À la fin du processus, nous avons filtrés la solution à l'aide d'un papier filtre. Le solide restant a été lavé, de manière similaire, plusieurs fois avec de l'éthanol jusqu'à l'obtention d'un pH neutre, indiqué par les bandelettes de pH. L'étape suivante consistait à laver les poudres une dernière fois avec de l'eau déionisée afin d'assurer qu'aucun résidu de NaOH ne subsistait.

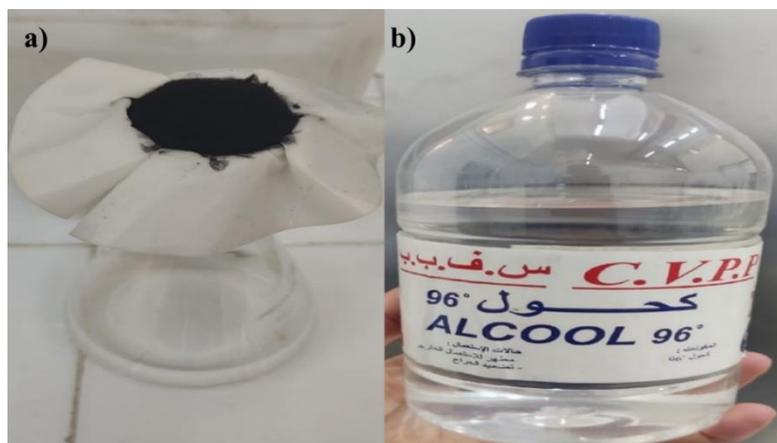


Figure 3.9 : (a) filtration de solution, (b) bouteille de l'éthanol utilisé.

- Le solide restant a ensuite été suspendu dans environ 20 ml d'éthanol en l'agitant vigoureusement à la main, ensuite il a été versé dans une boîte de Petri et l'éthanol a été laissé à s'évaporer à température ambiante pendant la nuit dans l'étuve.

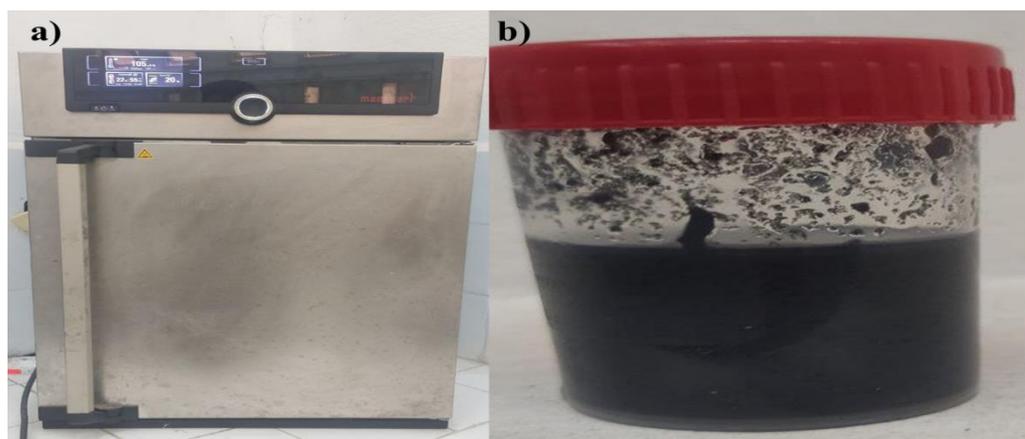


Figure 3.10: (a) l'étuve à température ambiante ;(b) boîte de prélèvement pour l'agitation à main.

- Récupération la poudre de l'étuves et broyez-la bien.

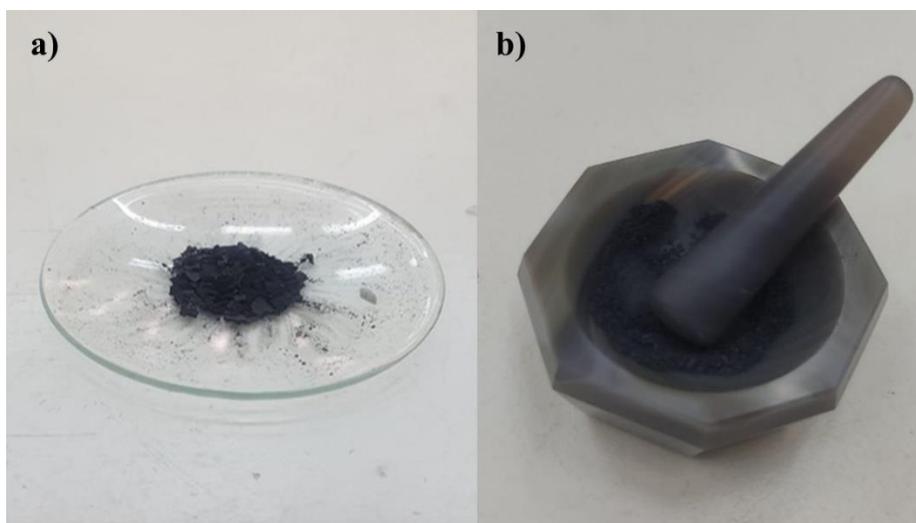


Figure 3.11: (a) la poudre récupérée du l'étuve, (b) mortier.

- Et à la fine de cette opération on obtient la poudre de titanates (TiO_2).

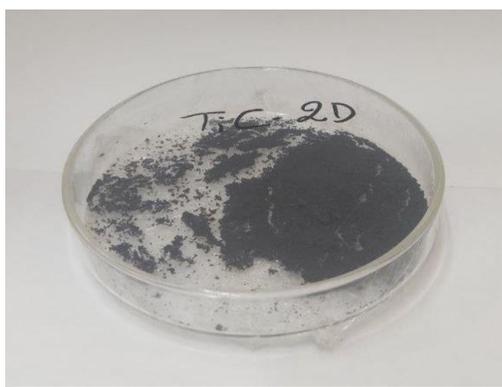


Figure 3.12: La poudre finale de titanates (TiO_2).

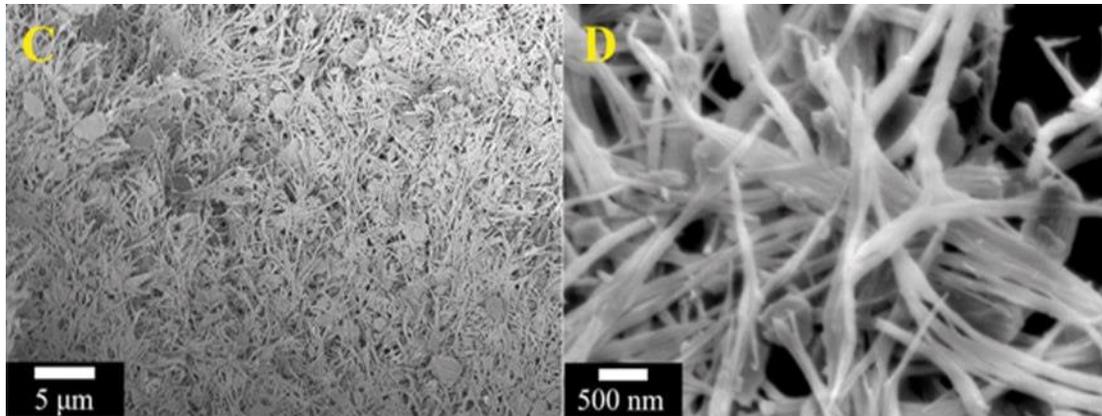


Figure 3.13 : Micrographies MEB typiques à faible (colonne de gauche) et à fort (colonne de droite) grossissement de particules mésoporeuses de taille micrométrique de HDNs, obtenues à partir de la réaction de 50 mL de NaOH 5 M avec TiC à 95 °C pendant 7 jours. [32]

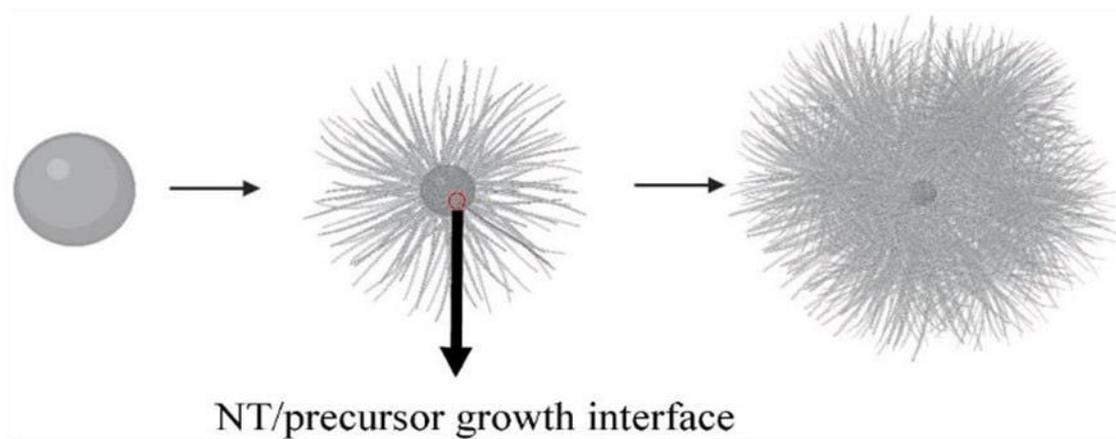


Figure 3.14 : Schéma de la croissance des nanotubes (NT) / nanofils (NW) à l'interface entre le précurseur et la solution de réaction. Ce mécanisme ne peut pas être le seul, car il existe des preuves solides du ripening d'Ostwald et/ou de la combinaison des particules mésoporeuses en entités plus grandes.

3.4. Elaboration des composites

Dans cette étude, nous avons préparé une série de composites à base d'aluminium (Al) renforcés par dioxyde de titane (TiO₂) sous forme 2D. L'objectif est d'évaluer l'influence de différentes proportions de (TiO₂) sur les propriétés mécaniques et structurales du composite élaboré. Les échantillons ont été préparés en plusieurs étapes : pesée des poudres, mélange

homogène, puis frittage à haute température. Les compositions étudiées sont les suivantes (pour une masse totale de 1.5 g par échantillon).

Tableau 3.1 : Les différents compositions des composites élaborés.

Échantillon	Pourcentage %	Masse d'Aluminium(g)	Masse de (TiO ₂) (g)
(1)	100 % Al	1.5g	0
(2)	0,25 % TiO ₂ + 99,75 % Al	1.49625g	0.00375g
(3)	0,5 % TiO ₂ + 99,5 % Al	1.4925g	0.0075g
(4)	0,75 % TiO ₂ +99,25 % Al	1.48875g	0.001125g
(5)	1 % TiO ₂ + 99 % Al	1.485g	0.015g

L'ajout progressif de (TiO₂) vise à observer son effet sur les propriétés du matériau composite, telles que la dureté, la résistance à l'usure et la densité.

Les étapes principales de l'élaboration incluent :

Homogénéisation des poudres de titanates (TiO₂) et d'aluminium sont mélangées de manière homogène dans un bécher contenant de l'éthanol, à l'aide d'un agitateur magnétique.

Le but de mélange avec cette méthode est d'assurer une bonne distribution de particules de renforce dans la matrice.



Figure 3.15 : Mélange des poudres avec un agitateur magnétique.

3.5. Le frittage

Le frittage par pression à chaud (Hot Pressing HP) a été employé pour consolider Les poudres de composites d'aluminium renforcées par du titanates (TiO_2).

Le mélange homogénéisé d'Aluminium et de titanates (TiO_2) a été placé dans un moule en graphite. Le moule a été recouvert à l'intérieur de papier en graphite afin d'éviter l'adhérence du matériau aux parois et de prévenir toute perte de poudre durant le frittage.

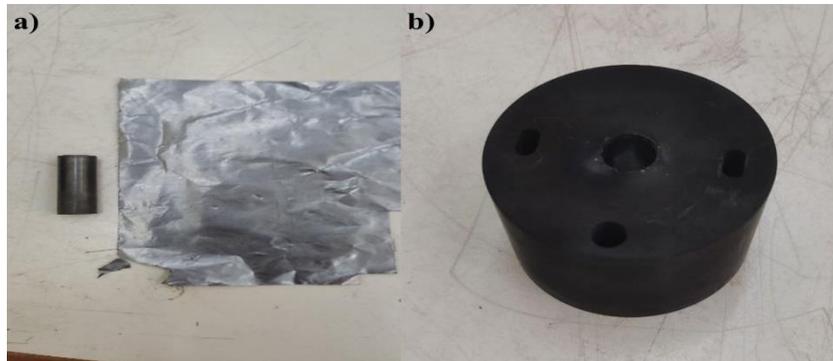


Figure 3.16: (a) papier en graphite utilisé, (b) moule en graphite utilisé.

- Pour le frittage on a choisi une température de $\approx 0.8 T_f$ d'aluminium ; Le cycle thermique utilisé est représenté dans la figure 3.17, avec un taux de chauffage de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ et un temps de maintien de 10 min, suivi d'un taux de refroidissement de $10^\circ\text{C}/\text{min}$. Le traitement s'est déroulé sous une pression uniaxiale de 0,4 tonne, correspondant à une faible pression spécifique, choisie en fonction de la ductilité de l'aluminium. Ce traitement a pour but d'obtenir une bonne densification et une bonne liaison interfaciale entre les particules d'aluminium (Al) et de titanates (TiO_2). Ce procédé a permis d'obtenir des échantillons compacts présentant une microstructure relativement homogène, prêts pour les essais de caractérisation mécanique.

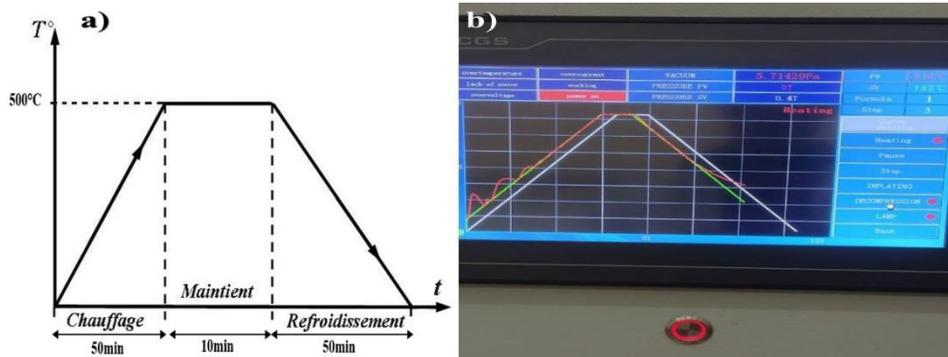


Figure 3.17: Le cycle thermique utilisé.



Figure 3.18: La machine de frittage (HP) utilisée de (laboratoire études et recherche en technologie industrielle).

À l'issue du processus de frittage par pression à chaud, cinq pièces composites ont été obtenues. Ces échantillons présentent une bonne cohésion et une densité visuellement homogène, témoignant de l'efficacité du procédé de consolidation. Après le refroidissement, les pièces ont été démoulées avec précaution afin d'éviter toute dégradation de leur structure. Elles seront ensuite soumises à des caractérisations microstructurales et mécaniques pour évaluer les effets du renfort en (TiO_2) sur les propriétés finales du composite. Voici la figure 3.19 de pièces.

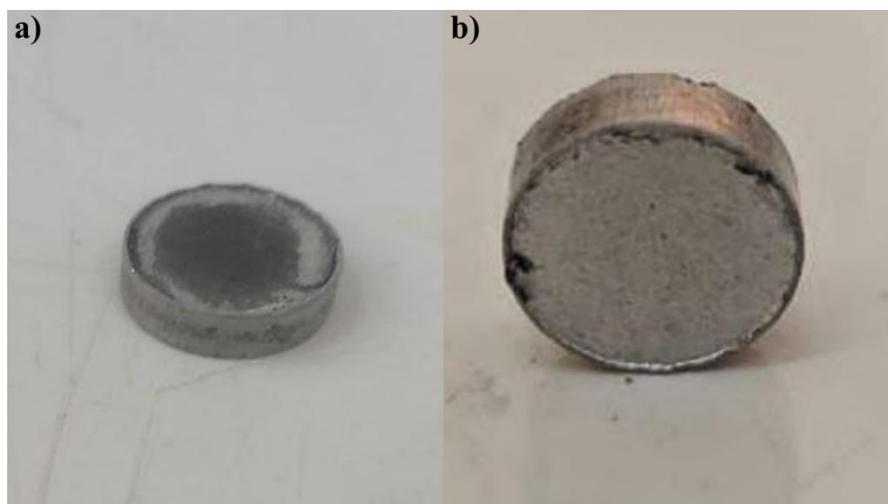


Figure 3.19: Échantillons après l'opération de frittage (HP).

3.6. Polissage grossie

Après le démoulage, les pièces obtenues ont été nettoyées à l'aide de papier abrasif afin d'éliminer les résidus de graphite et les irrégularités de surface. Cette opération permet d'obtenir une finition plus propre, tout en préparant les échantillons aux différentes étapes de caractérisation. Le ponçage a été effectué délicatement pour ne pas altérer les propriétés superficielles du matériau.



Figure 3.20 : Échantillon après Polissage grossie.

3.7. Calcul de densité (par la méthode de poussée d'Archimède)

Afin de réaliser la poussée d'Archimède, nous avons placé les échantillons dans une étuve à une température de 40°C pendant 20 minutes. Immédiatement après les avoir retirés, nous avons mesuré la masse sèche. Ensuite, nous avons mouillé l'échantillon avec du papier et mesuré la

masse mouillée, après nous avons immergé l'échantillons dans l'eau comme indiqué sur (Figure 3.21) et mesuré la masse immergée.

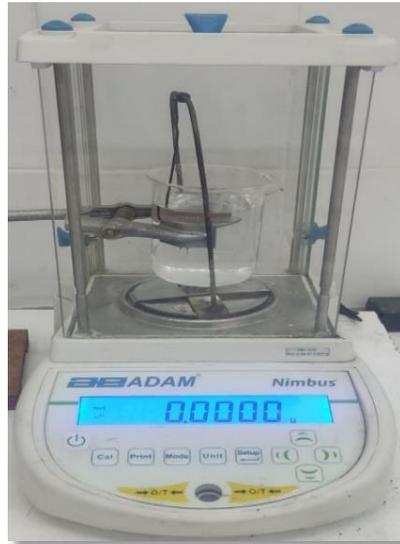


Figure 3.21: Mesure la masse immergée.

3.8. L'enrobage

L'enrobage des matériaux désigne une couche protectrice ou fonctionnelle appliquée sur un matériau. Nous avons appliqué un enrobage avec de l'époxy (La résine époxy) pour faciliter l'opération de polissage.



Figure 3.22: L'enrobage des échantillons.

3.9. Le polissage de finition

Polissage est une opération visant à affiner les rayures afin de pouvoir observer la microstructure de matériaux, ce dernier a été effectuée avec des papiers abrasifs en carbure de

silicium (SiC) de différentes granulométries : de 120 à 4000 pour obtenir une surface plane, puis un polissage de finition en Al_2O_3 d'une granulométrie de $2\mu\text{m}$ et la pâte diamantée de $1/4\mu\text{m}$.

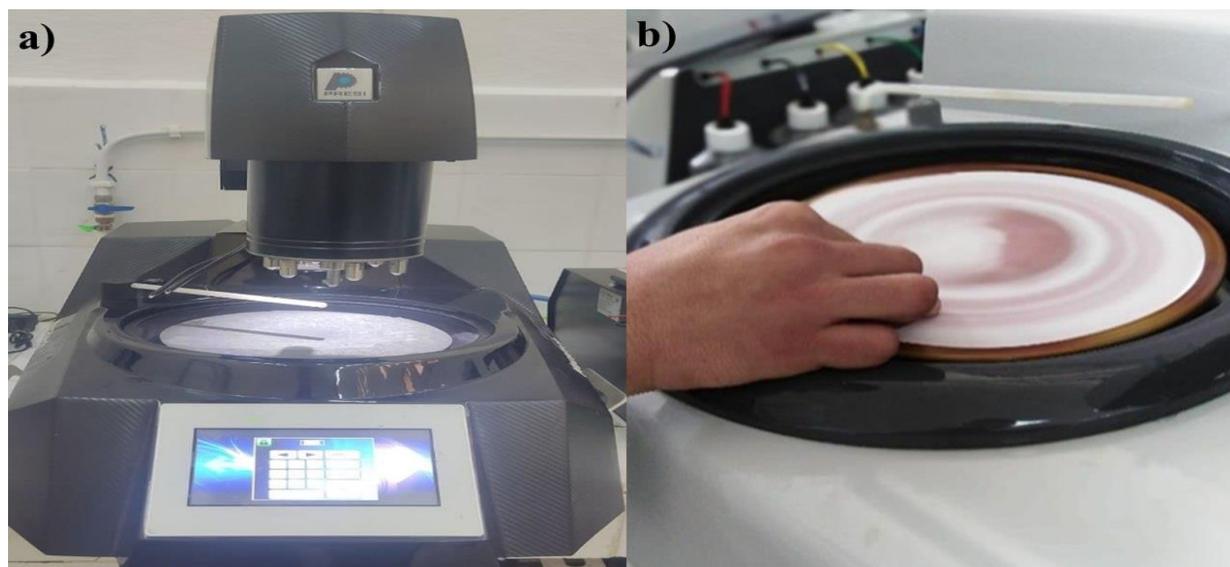


Figure 3.23: Polissage avec machine la marque (PRESI).

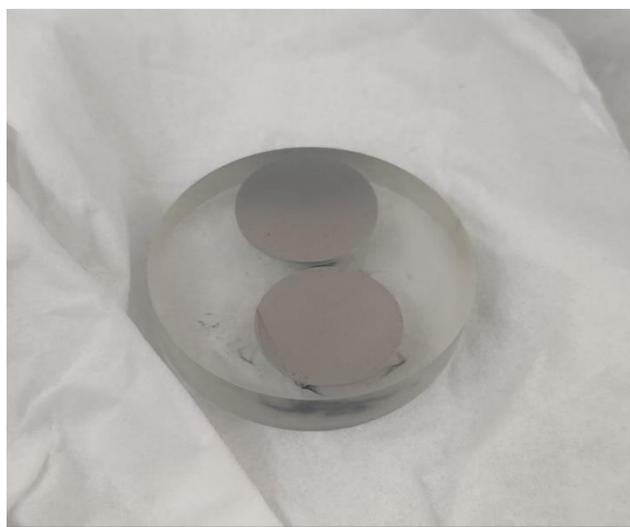


Figure 3.24 : Polissage avec machine la marque (PRESI).

3.10. Observation microscopique

L'étude de la microstructure des matériaux composites après production est essentielle pour comprendre leurs propriétés mécaniques, thermiques et électriques. La microscopie optique permet

d'observer la distribution des phases, la forme des particules de renfort et les éventuels défauts présents dans le matériau.

Les matériaux composites sont constitués de deux phases principales : la matrice et le renfort. Leur production implique divers procédés tels que le moulage, et le frittage, qui influencent directement leur microstructure. Après production, l'analyse microstructurale est importante pour évaluer l'homogénéité de la dispersion des renforts, la présence de pores ou de fissures, et la qualité des interfaces entre les composants.

Nous avons utilisé un microscope optique " Nikon Eclipse LV150N " pour ce procédé au sein de laboratoire de recherche études et recherche en technologies industriels département mécanique université blida 1.



Figure 3.25 : Microscope optique" Nikon Eclipse LV150N "utilisé.

3.11. Essais de dureté

Afin d'évaluer la résistance mécanique en surface des composites élaborés, des essais de dureté ont été réalisés selon la méthode Vickers. Ce test consiste à appliquer une charge de 3 kg pendant 10 secondes à l'aide d'un duromètre équipé d'un indenteur pyramidal à base carrée. Chaque échantillon a été soumis à sept mesures distinctes, réparties sur des zones polies afin d'assurer la représentativité et la reproductibilité des résultats. La moyenne des valeurs obtenues a permis d'estimer la dureté globale de chaque matériau. Ces essais permettent de comparer l'effet du renfort en carbure de titanates (TiO_2) sur la résistance à la pénétration, en mettant en évidence

l'amélioration potentielle des propriétés mécaniques par rapport à la matrice d'aluminium seule. Pour ce procédé au sein de laboratoire de recherche études et recherche en technologies industriels département mécanique université blida 1.



Figure 3.26 :(a) NEMESIS 9100 Duromètre "INNOVATEST " utilisé, (b) Gros plan sur le test de dureté.

3.12. Essais de tribologie

Des essais de tribologie ont été réalisés afin d'évaluer la résistance au frottement et à l'usure des composites obtenus. Le test utilisé est de type bille sur plan, effectué sur un tribomètre de marque "Anton Paar", selon un mouvement de glissement réciproque (aller-retour). Une bille (100Cr6) est mise en contact avec la surface plane de l'échantillon monté sur un disque, sous une charge normale de 1 N. Le glissement s'effectue à une vitesse constante de 5 cm/s sur une distance totale de 150 mètres. Cinq échantillons ont été testés dans les mêmes conditions pour assurer la fiabilité des résultats. Ce test permet de mesurer le coefficient de frottement et la perte de masse des échantillons, fournissant ainsi des informations essentielles sur la résistance à l'usure du matériau composite renforcé par titanates (TiO_2). Pour ce procédé au sein de laboratoire de recherche études et recherche en technologies industriels département mécanique université blida 1.

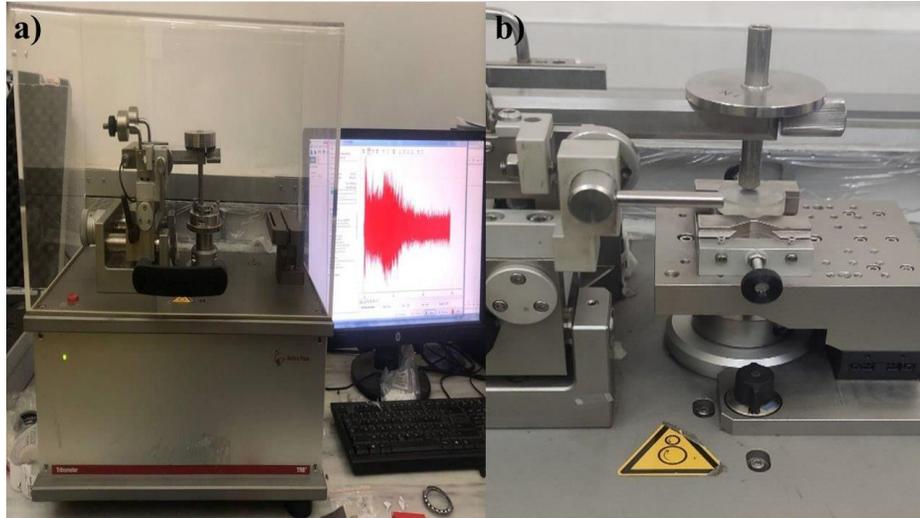


Figure 3.27: Essais de tribologie avec machine "Anton Paar".

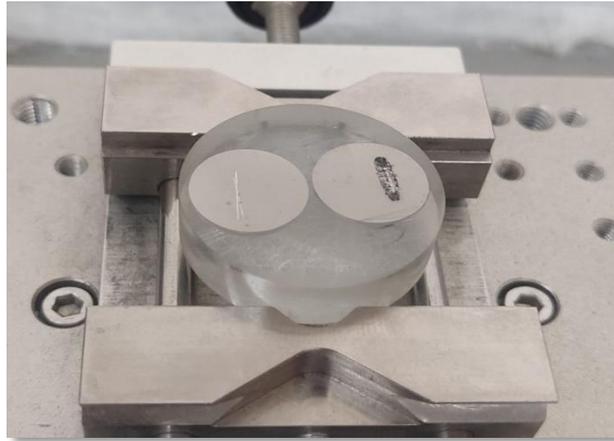


Figure 3.28 : Echantillon après le test de tribologie.

3.12.1. Calcul de taux d'usure (WR)

Le taux d'usure (WR) est une grandeur qui permet de quantifier l'usure d'un matériau ou d'une pièce lorsqu'elle est soumise à un frottement. Il mesure la quantité de matière perdue (volume ou masse) par unité de distance parcourue.

$$\text{WR} = \frac{V}{F \cdot d} \quad (3.2)$$

$$V = S_m \times tr \quad (3.3)$$

Avec :

- **WR** : taux d'usure (en $\text{mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$).
- **V** : volume perdu (en mm^3).

- **F** : charge appliquée (en Newtons).
- **d** : distance parcourue par glissement (en mètres).
- **Sm**: surface moyen.
- **Tr**: trajectoire.

Chapitre 4

Résultats et discussions

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats obtenus tout au long de notre travail expérimental. Chaque étape a permis de mieux comprendre les propriétés du matériau étudié, en commençant par sa densité, jusqu'à son comportement à l'usure.

Nous avons d'abord utilisé la méthode de la poussée d'Archimède pour mesurer la densité du matériau. Cette méthode simple mais efficace permet d'avoir une première idée sur la qualité de l'échantillon, notamment s'il contient des porosités ou des défauts internes.

Ensuite, l'étude de la microstructure a été réalisée à l'aide d'un microscope. Cela nous a permis d'observer la répartition des particules de renfort dans la matrice, leur taille, leur forme, ainsi que l'homogénéité globale du matériau. Ces observations sont importantes, car elles influencent directement les propriétés mécaniques du composite.

Les essais de dureté ont ensuite été effectués pour évaluer la résistance du matériau à la pénétration. Ils permettent de juger de la solidité du matériau en surface et de vérifier l'effet du renforcement sur cette propriété.

Enfin, des essais de tribologie ont été réalisés pour étudier le comportement du matériau en frottement. On s'est notamment intéressé à son usure et au coefficient de frottement, deux paramètres essentiels pour les applications mécaniques.

Tous ces résultats vont maintenant être analysés et interprétés afin de mieux comprendre comment la structure du matériau influence ses performances.

4.1. Calcul de densité (méthode de la poussée d'Archimède)

La densité a été mesurée pour cinq échantillons contenant différentes proportions de renfort en TiO_2 en forme 2D dans une matrice en aluminium. Les résultats sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 4.1 : Les masses volumique ρ_{exp} ; et taux de porosités des différents échantillons.

Échantillons	La masse sèche(g)	La masse mouillé (g)	La masse immergée (g)	ρ_{exp} (g/cm ³)	Po (%)	Pf (%)	P (%)
1 (0% TiO ₂)	1.0724	1.0807	0.6779	2.66	1.08	0.49	1.57
2(0,25% TiO ₂)	1.0009	1.0024	0.5919	2.60	0.39	3.37	3.76
3(0,5% TiO ₂)	1.0773	1.0789	0.6628	2.58	0.38	3.90	4.28
4(0,75% TiO ₂)	1.3147	1.3169	0.8086	2.58	0.44	3.94	4.38
5(1% TiO ₂)	1.1839	1.1848	0.7216	2.55	0.19		5.52

Avec:

$\rho_{théo}$ (Al) =2.7 (g/cm³).

ρ_{exp} : la densité expérimental.

P (%) : taux de porosité.

Pf (%): taux de porosité ferme.

Po (%) : taux de porosité ouvert.

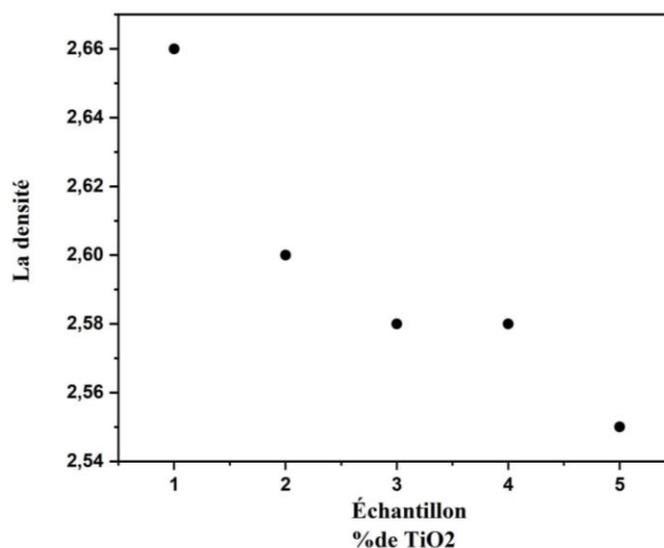


Figure 4.1: Variation de la densité en fonction du pourcentage de TiO₂ dans les échantillons(1(0%TiO₂), 2(0,25%TiO₂), 3(0,5%TiO₂), 4(0,75%TiO₂), 5(1%TiO₂)).

L'échantillon témoin (100 % Al) présente une densité de 2,66 g/cm³, très proche de la valeur théorique de l'aluminium pur (2,70 g/cm³), ainsi qu'une très faible porosité de 1,57 %, ce qui confirme la validité de la méthode utilisée et l'efficacité du pressage à chaud (HP). L'échantillon 2, contenant 0,25 % de TiO₂, affiche une densité de 2,60 g/cm³ et un taux de porosité total de 3,76

%, dont 3,37 % est de la porosité fermée. Cette augmentation peut s'expliquer par la présence de la deuxième phase TiO_2 en tant que renfort. Les échantillons 3 et 4, avec respectivement 0,5 % et 0,75 % de TiO_2 , présentent une densité identique de $2,58 \text{ g/cm}^3$, légèrement inférieure à celle de l'échantillon témoin, ce qui confirme l'effet du renfort sur la densification du composite. L'échantillon 5, contenant 1 % de TiO_2 , montre également une baisse de densité à $2,55 \text{ g/cm}^3$, légèrement inférieure à celles des échantillons 3 et 4. Il présente une porosité totale maximale de 5,52 %, dont 5,31 % est fermée et seulement 0,19 % est ouverte. Ces résultats suggèrent que les pourcentages intermédiaires de TiO_2 (0,5 % et 0,75 %) offrent un bon compromis entre densité et homogénéité. En revanche, un pourcentage plus élevé (1 %) semble avoir un effet négatif sur la densité globale, probablement en raison de problèmes de dispersion ou d'agglomérations des particules de renfort. En conclusion, on peut dire que le frittage du composite Al/ TiO_2 devient plus difficile à mesure que le pourcentage de renfort augmente.

4.2. Observation au microscope optique

Dans ce travail on a fait l'étude microstructurale vise à observer la distribution des particules de TiO_2 dans la matrice d'aluminium, à différents grossissements (100,200). Ces observations permettent d'évaluer l'homogénéité, la présence de défauts tels que la porosité ou les zones et l'évolution de la structure avec le taux de renfort.

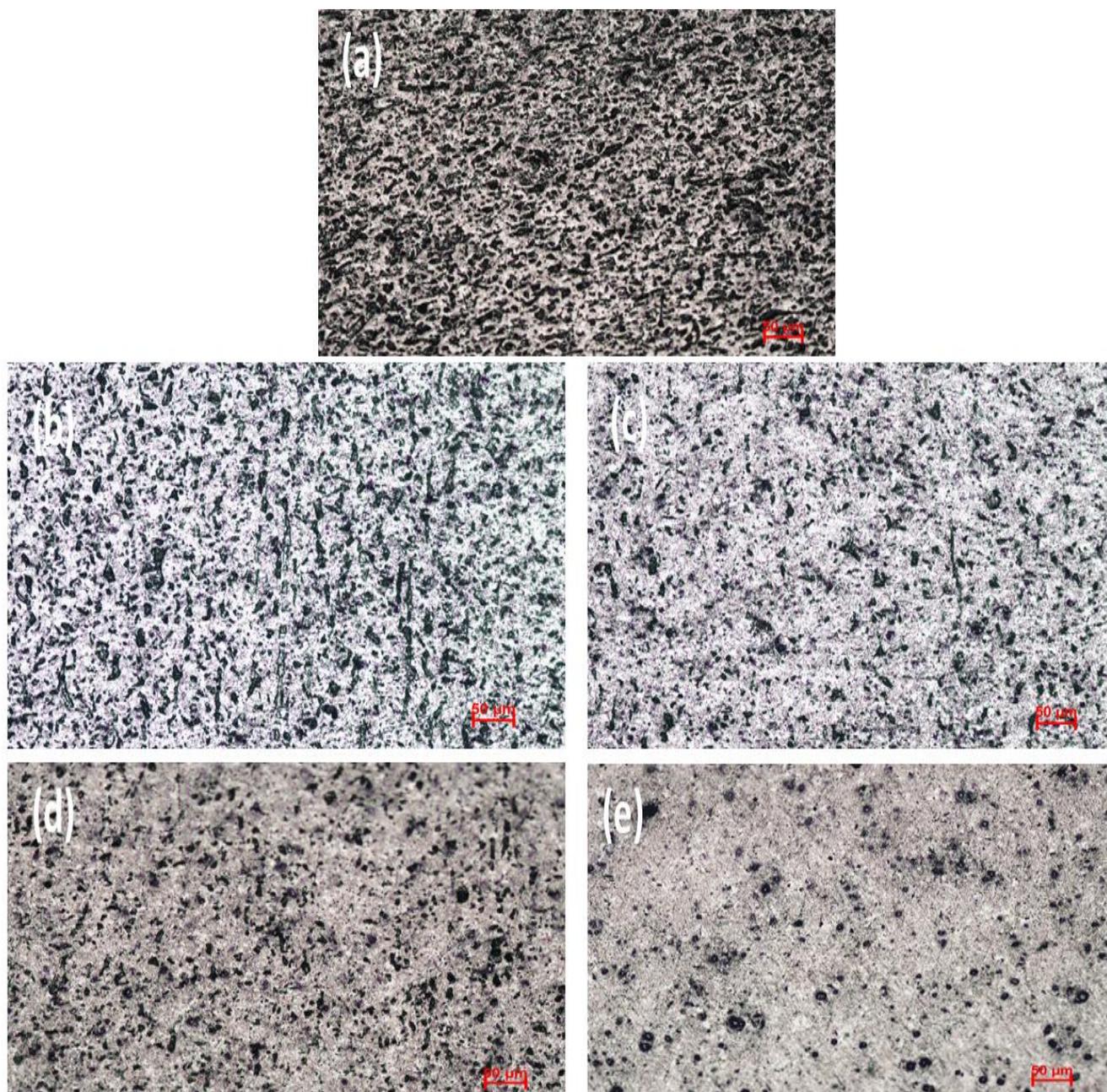


Figure 4.2 : Micrographies résultants par la microscopie optique (grandissement de 100 μ m) sur les composites (Al/TiO₂) avec différents pourcentages de renfort (a (0%),b (0.25%), c (0.5%),d (0.75%),e (1%)).

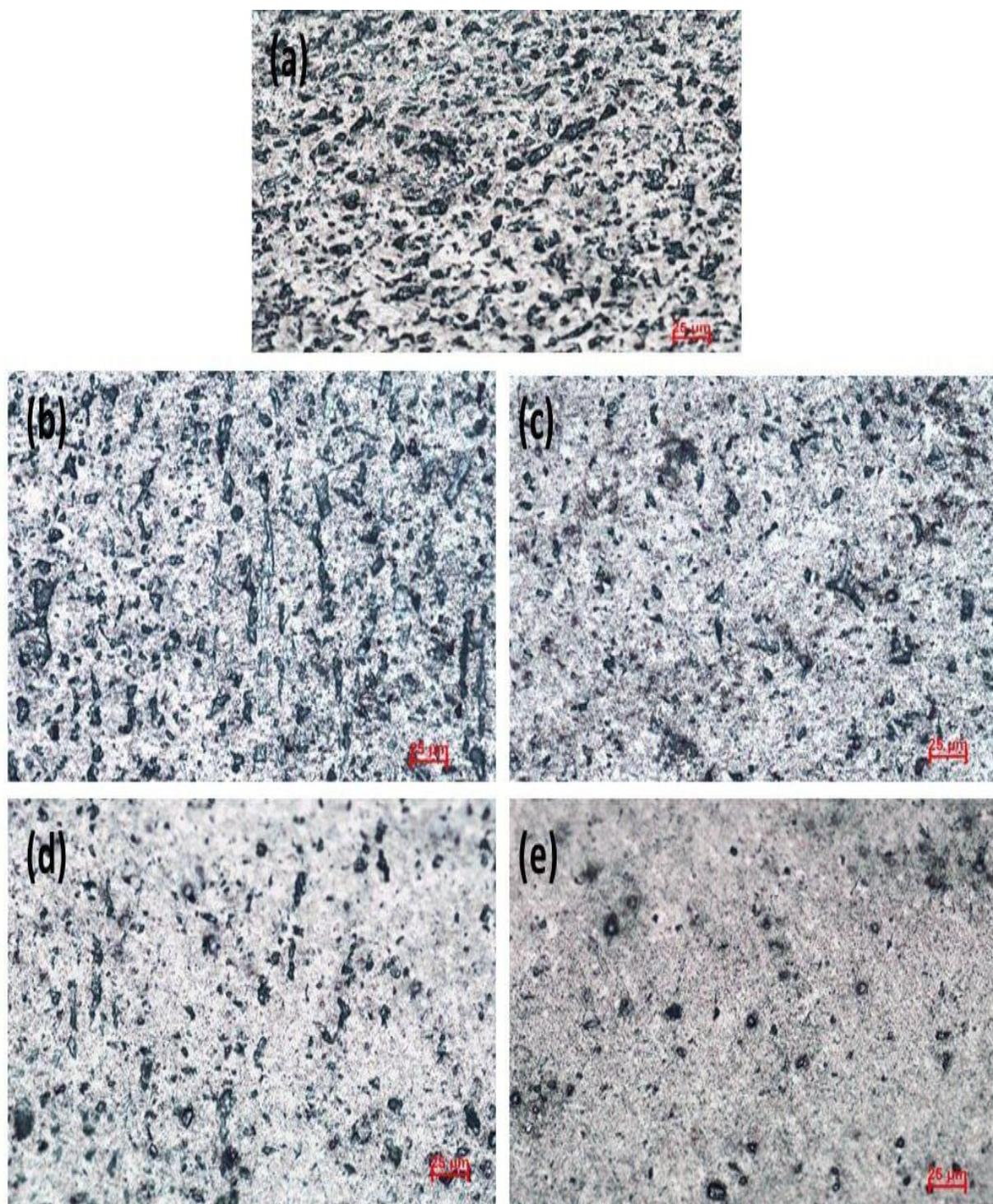


Figure 4.3 : Micrographies résultant par la microscopie optique (grandissement de x200) sur les composites (Al/TiO₂) avec différents pourcentages de renfort (a (0%), b (0.25%), c (0.5%), d (0.75%), e (1%)).

Les figures (4.2, et 4.3), montrent la microstructure de l'échantillon d'aluminium pur, fabriqué par frittage à chaud (HP). La structure observée est relativement homogène, mais présente de nombreuses zones noires indiquant la présence de porosité résiduelle typique de ce procédé et des signes de manque de frittage (phases sombres).

En ce qui concerne les autres échantillons composites (2,3,4,5) dans les Figures (4.2, et 4.3), il est difficile de voir les particules de renfort de TiO_2 dans la matrice, à cause de leurs taille nanométrique dont on a besoin d'un microscope électronique à balayage (MEB) ; ou un travail plus approfondi est nécessaire pour connaître les différents phénomènes de l'évolution de microstructure interviennent dans notre cas.

4.3. Essai de dureté Vickers

Dans ce travail, la dureté des échantillons a été mesurée selon la méthode de Vickers (HV). Chaque échantillon a été soumis à sept mesures pour assurer la fiabilité des résultats, et la valeur moyenne a été calculée pour chaque cas. Le tableau ci-dessous regroupe les mesures effectuées pour les cinq échantillons testés.

Tableau 4.2: Résultats de la dureté Vickers (Gpa) pour différents échantillons.

Échantillons	(HV) ₁	(HV) ₂	(HV) ₃	(HV) ₄	(HV) ₅	(HV) ₆	(HV) ₇	HV_{moy}
1(0%TiO ₂)	20,09	22,26	20,90	22,02	20,18	21,81	21,94	21,24
2(0,25%TiO ₂)	21,13	23,72	22,32	21,26	22,18	21,04	21,80	21,92
3(0,5%TiO ₂)	25,75	25,49	23,59	25,85	23,85	25,37	23,53	24,77
4(0,75%TiO ₂)	25,79	26,34	27,27	27,35	24,29	24,93	25,70	25,95
5(1%TiO ₂)	24,63	26,60	25,23	27,67	27,15	25,95	26,09	26,18

Les résultats de dureté Vickers montrent une augmentation progressive de la dureté moyenne avec l'ajout de particules de TiO_2 dans la matrice d'aluminium. L'échantillon 1, composé uniquement d'aluminium pur, présente la valeur de dureté la plus faible (21,24 HV), ce qui est attendu étant donné la nature ductile et relativement tendre de l'aluminium. À mesure que la teneur en TiO_2 augmente dans les échantillons 2 à 5, la dureté moyenne passe de 21,92 HV à 26,18 HV. Cette amélioration est attribuée à la présence et à la distribution homogène des particules de renfort

céramiques dans la matrice, qui limitent le mouvement des dislocations et augmentent la résistance à la déformation plastique. Ainsi, l'ajout de TiO_2 contribue efficacement au durcissement du composite, confirmant son rôle de renfort mécanique dans les matériaux à matrice métallique.

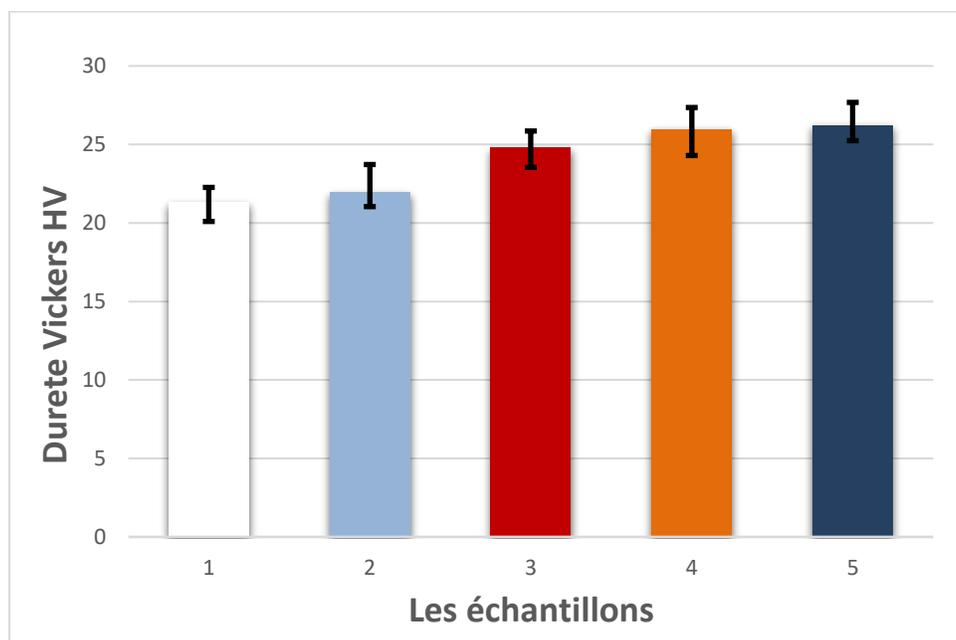
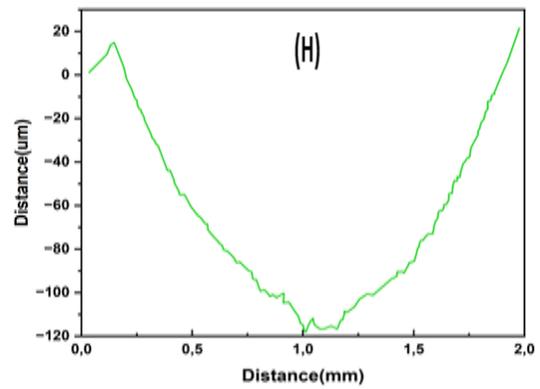
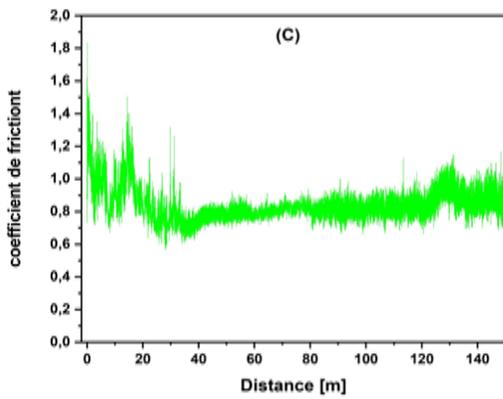
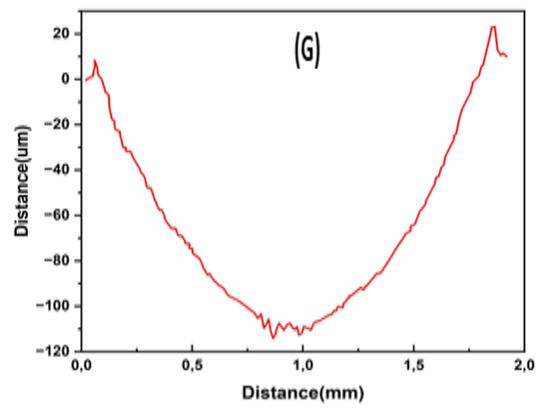
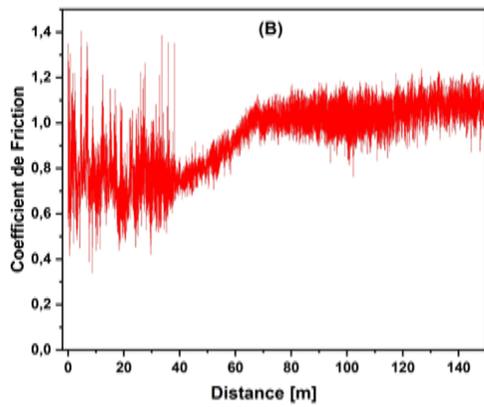
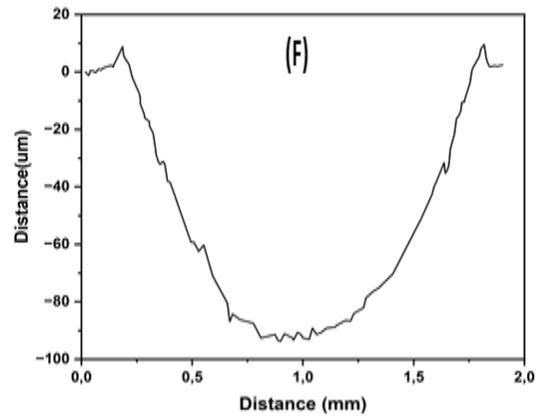
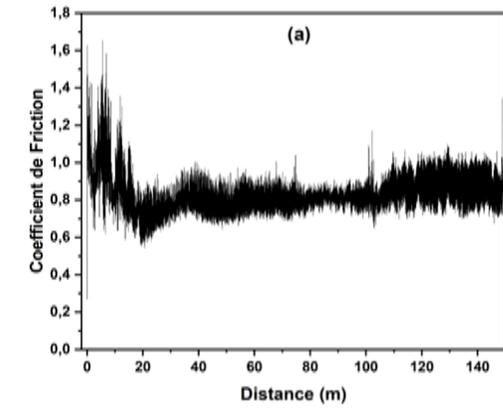


Figure 4.4 : Histogramme de la dureté Vickers pour les différents échantillons (1(0% TiO_2), 2(0,25% TiO_2), 3(0,5% TiO_2), 4(0,75% TiO_2), 5(1% TiO_2)).

4.4. Le comportement à l'usure et au frottement



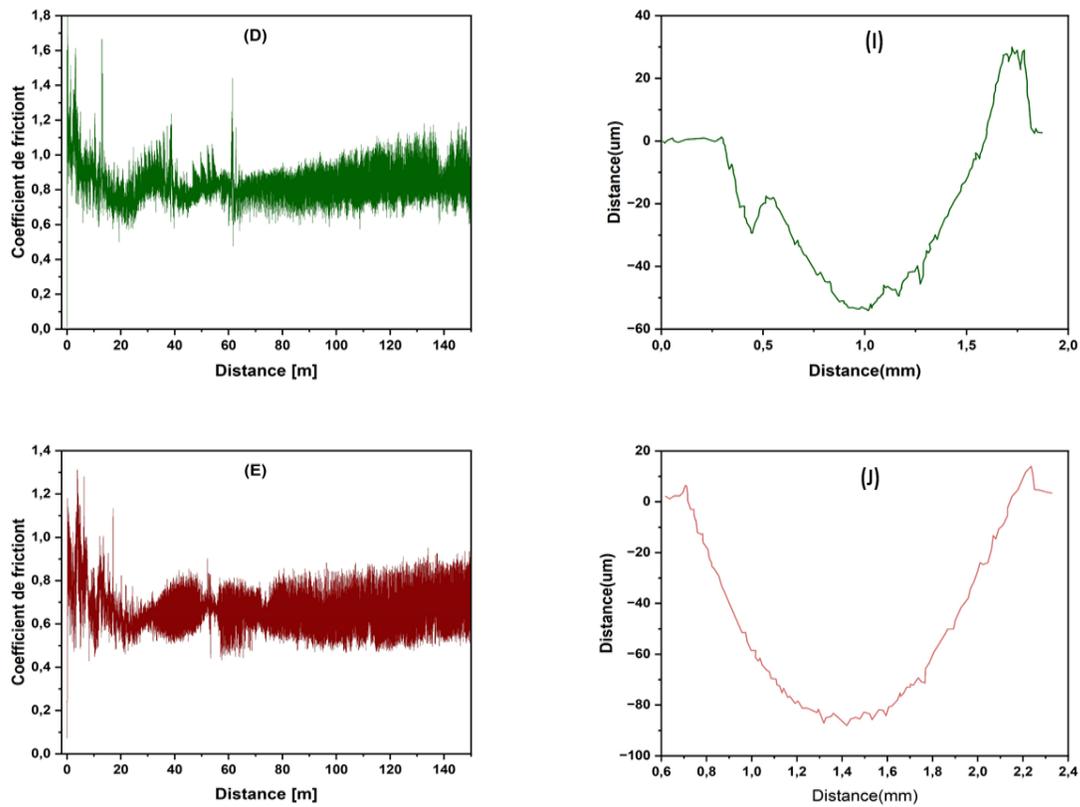


Figure 4.5 : A, B, C, D, E, la variation de coefficient de frottement avec une charge 1 N des échantillons (1(0%TiO₂), 2(0,25%TiO₂), 3(0,5%TiO₂), 4(0,75%TiO₂), 5(1%TiO₂)). respectivement. F, G, H, I, J, représentant les profilomètre 2D des traces d'usures des échantillons (1(0%TiO₂), 2(0,25%TiO₂), 3(0,5%TiO₂), 4(0,75%TiO₂), 5(1%TiO₂)). respectivement.

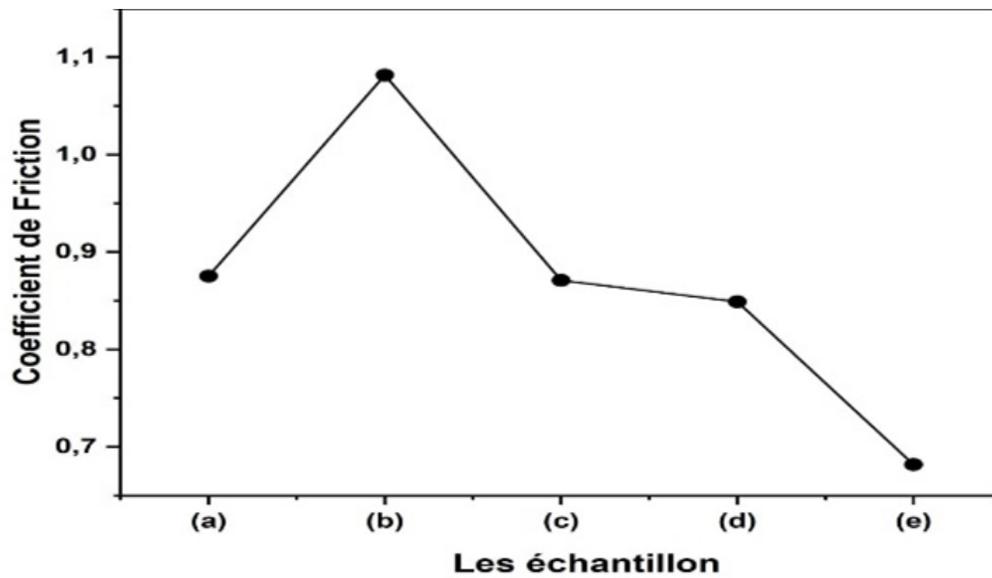


Figure 4.6 : Variation du coefficient de friction en fonction des pourcentages de TiO₂ (a(0%TiO₂), b(0,25%TiO₂), c(0,5%TiO₂), d(0,75%TiO₂), e(1%TiO₂)).

4.5. Expertise des traces d'usure

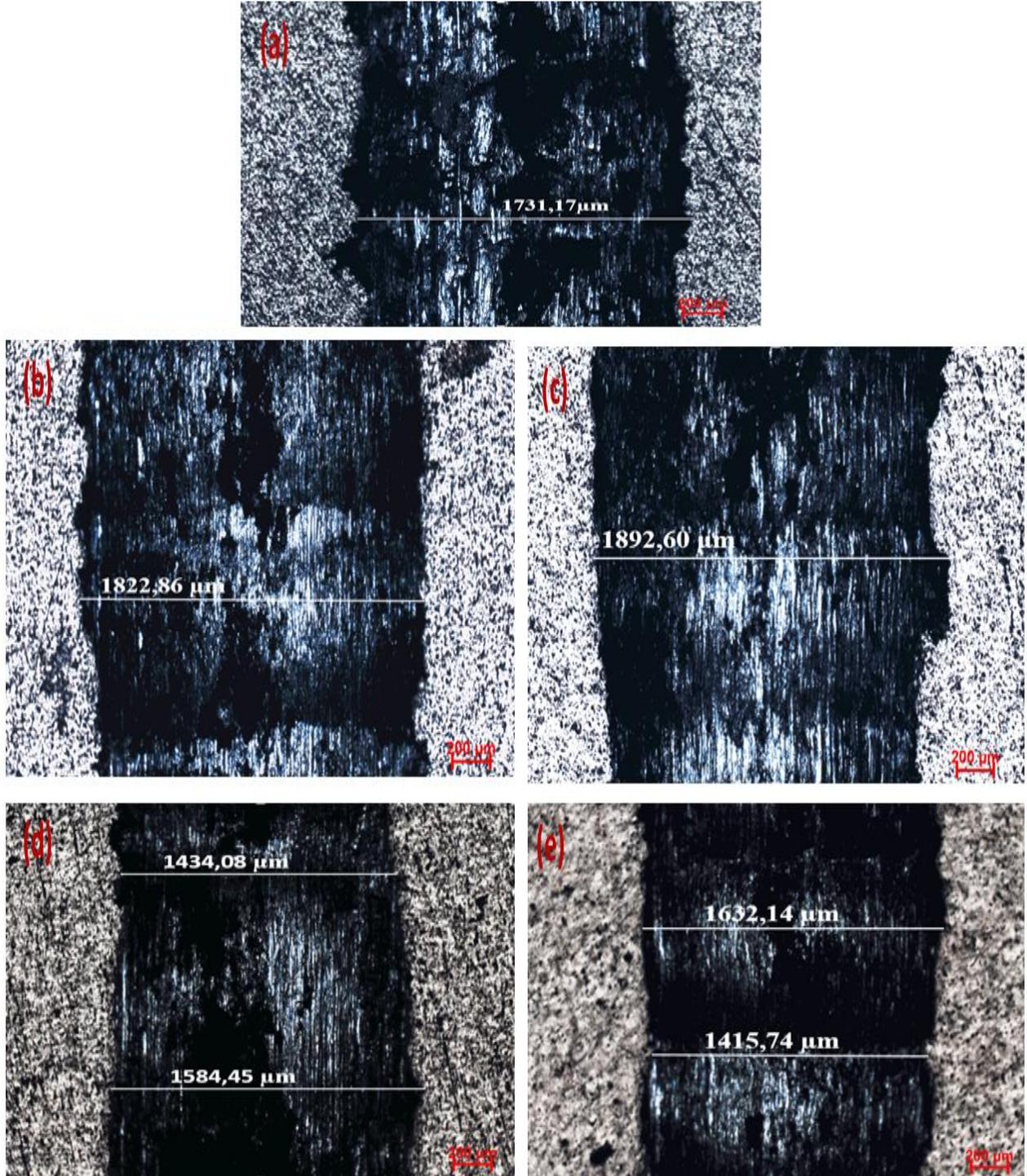


Figure 4.7 : Micro graphies de microscope optique des traces d'usure des échantillon.(a(0%TiO₂), b(0,25%TiO₂), c(0,5%TiO₂), d(0,75%TiO₂), e(1%TiO₂)).

L'analyse combinée des courbes de coefficient de frottement et des profilomètre (2D) d'usure révèle l'impact direct de la teneur en TiO_2 sur le comportement tribologique des composites à matrice aluminium. L'échantillon (1) l'aluminium pur (100 % Al), présente un coefficient de frottement relativement élevé (0.8753) figure (4.6) et une trace d'usure importante figure (4.7). Ce résultat montre la faible dureté de l'échantillon (21,24 HV) et l'absence de renforts TiO_2 , il influence à la déformation plastique et l'arrachement de matière. L'échantillon (2), contenant 0,25 % de TiO_2 , affiche le coefficient de frottement le plus élevé (1.081), accompagné d'une usure encore plus importante. Bien que sa dureté augmente légèrement (21,92 HV), les résultats obtenus probablement à cause de planéité de l'échantillon durant le teste de tribologie ou bien l'échantillon n'a pas été bien serrai dans le tribomètre. À partir de l'échantillon (3) (soit 0,5 % TiO_2) on observe une nette amélioration : le coefficient de frottement diminue (0.8709), la trace d'usure devient moins profonde (figure 4.7), avec une dureté de 24,77 HV, montre que le renfort commence à agir efficacement, en durcissant la matrice et en réduisant l'usure. Cette tendance s'accroît avec l'échantillon (4) à 0,75 % de TiO_2 , ou on a une amélioration qui atteint une dureté de 25,95 HV et le coefficient de frottement diminue (0.8491) ce que la courbe du COF montrent (figure 4.6), la trace d'usure devient moins profonde et plus réduite ces résultats grâce à une bonne dispersion des particules et une structure renforcée. Enfin, l'échantillon (e), à 1 % de TiO_2 , montre le coefficient de frottement le plus bas (0.6819), la trace d'usure réduite, et une dureté maximale (26,18 HV).

4.6. Expertise des traces des billes

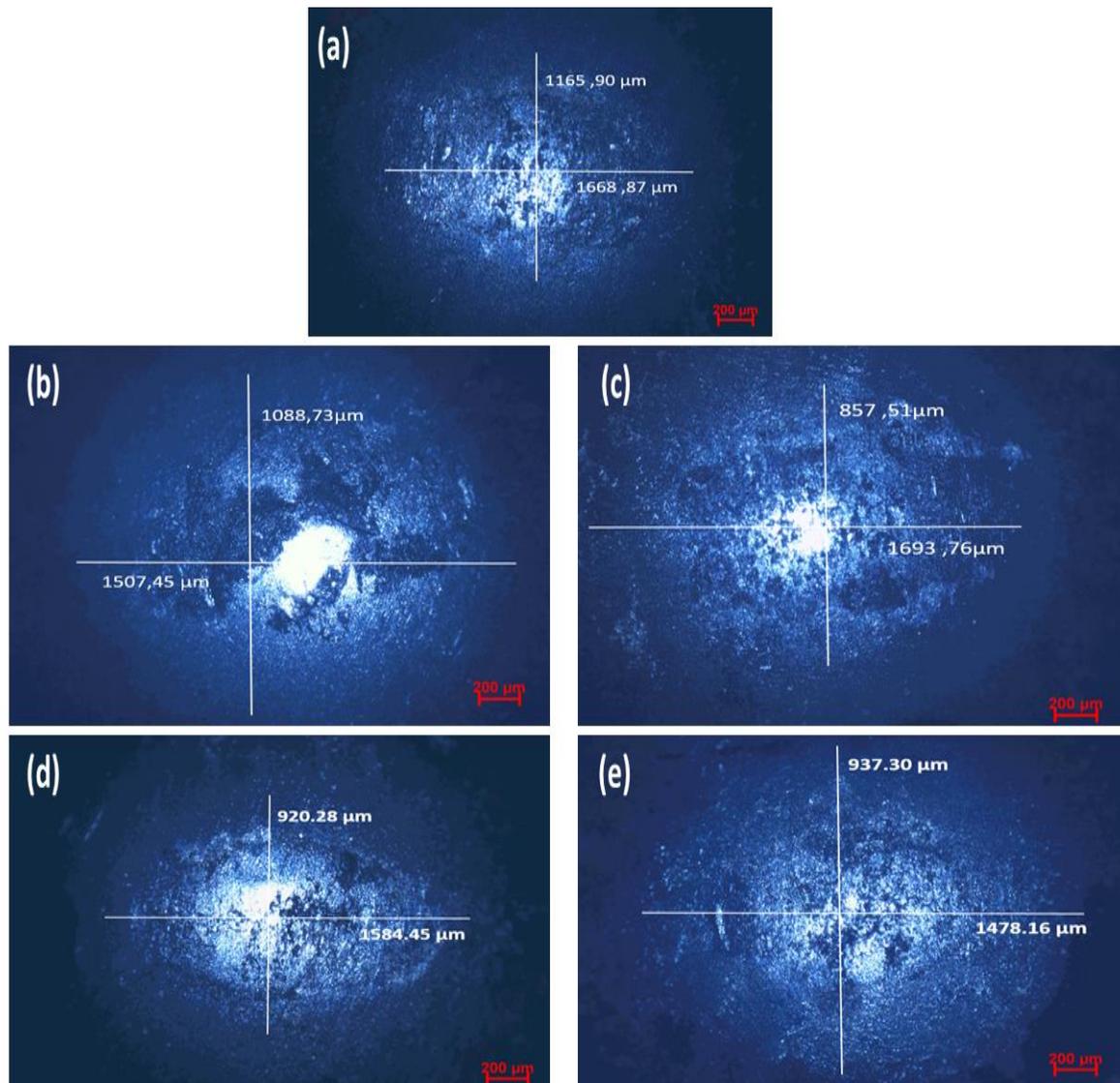


Figure 4.8 : micro graphies de microscope optique des traces des billes (a(0%TiO₂), b(0,25%TiO₂), c(0,5%TiO₂), d(0,75%TiO₂), e(1%TiO₂)).

Les images des empreintes laissées par la bille après le test d'usure révèlent une forme ovale, dont la dimension horizontale est supérieure à la verticale. Cette configuration suggère un glissement prédominant dans une seule direction linéaire. Par ailleurs, on observe un léger soulèvement de matière autour des empreintes, indiquant que la surface de l'échantillon a subi une déformation plastique locale sous l'effet de la pression exercée par la bille. Ce phénomène

confirme que l'échantillon présente un élèvement de matière, conséquence directe d'un contact mécanique intense et prolongé lors du frottement.

4.7. Le taux d'usure (WR)

Les résultats du taux d'usure (WR) sont présentés dans le tableau suivant :

$$WR = \frac{V}{F \cdot d} \tag{4.1}$$

$$V = Sm \times tr \tag{4.2}$$

F(N) = 1 d (m)=150 tr (mm)=6

Tableau 4.3: Le taux d'usure (WR).

Échantillons	WR (mm ³ /(N·m))
1 (0%TiO2)	5.5196×10 ⁻³
2 (0,25%TiO2)	5.2926×10 ⁻³
3 (0,5%TiO2)	5.4587×10 ⁻³
4 (0,75%TiO2)	1.7736×10 ⁻³
5 (1%TiO2)	3.5008× 10 ⁻³

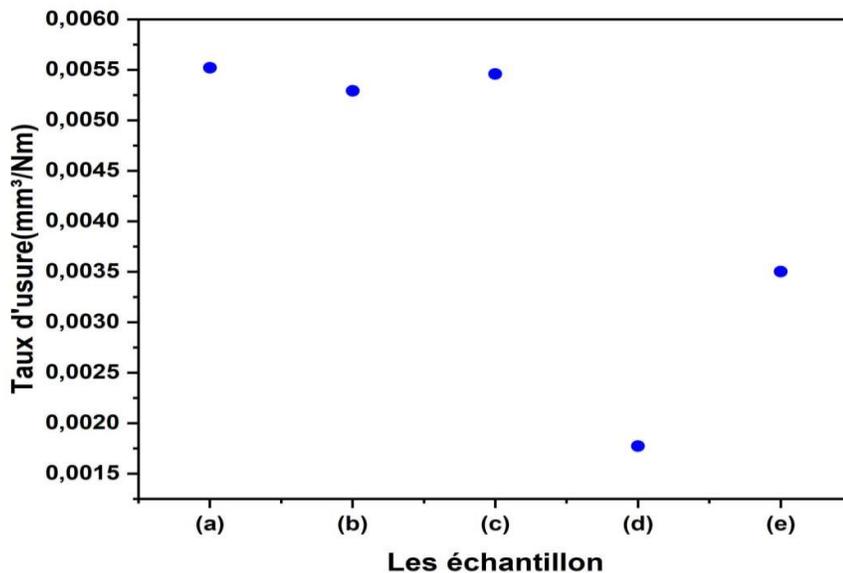


Figure 4.9 : Variation du taux d'usure en fonction des échantillons (a(0%TiO2), b(0,25%TiO2), c(0,5%TiO2), d(0,75%TiO2), e(1%TiO2)).

L'analyse des valeurs du taux d'usure (WR) montre des différences significatives entre les échantillons. L'échantillon (1), composé à 100 % d'aluminium, présente le taux d'usure le plus élevé ($5,5196 \times 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$), ce qui est cohérent avec sa faible dureté (21,24 HV) et une trace d'usure large et profonde. L'échantillon (2), contenant 0,25 % de TiO_2 , montre une légère amélioration ($5,2926 \times 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$), mais reste très proche du comportement du témoin. Cela confirme que la faible teneur en renfort n'est pas suffisante pour renforcer efficacement la matrice, malgré une légère augmentation de la dureté. L'échantillon (3), avec 0,5 % de TiO_2 , présente un taux d'usure de $5,4587 \times 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$, encore élevé, bien que la dureté moyenne ait augmenté (24,77 HV). Ce résultat peut s'expliquer par une porosité localisée qui affaiblit la surface. L'échantillon (4), enrichi à 0,75 % en TiO_2 , affiche le taux d'usure le plus bas ($1,7736 \times 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$) et une dureté élevée (25,95 HV), avec une trace d'usure réduite (fig 4.9). Il présente donc les meilleurs résultats, une bonne dureté, et semble bien structuré. L'échantillon (5), avec 1 % de TiO_2 , reste performant mais un peu moins efficace que l'échantillon (4), probablement à cause d'une porosité plus importante. En résumé, c'est l'échantillon (4) qui montre la meilleure résistance à l'usure, ce qui indique que 0,75 % de TiO_2 représente la teneur optimale dans notre cas pour améliorer la performance tribologique des composites.

Conclusion générale

Ce travail a été mené au sein du laboratoire de recherche Études et Recherche en Technologies Industrielles (ERTI) du département de mécanique – Université Blida 1, dans le cadre du développement de matériaux composites à matrice métallique de nouvelle génération. Le composite étudié est à base d'aluminium, renforcé par des feuillets bidimensionnels de dioxyde de titane (TiO_2 2D), élaborés par transformation chimique du TiC. La méthodologie expérimentale mise en place a permis la synthèse, le frittage à chaud (Hot Pressing), le polissage et la caractérisation poussée des échantillons à différents taux de renfort (0 %, 0,25 %, 0,5 %, 0,75 %, et 1 % TiO_2). Les essais ont porté sur la densité, la dureté (méthode Vickers), la microstructure et le comportement tribologique (coefficient de frottement et taux d'usure). Les résultats ont montré que l'échantillon n°4 (0,75 % TiO_2) présente les meilleures performances tribologiques, avec un coefficient de frottement et un taux d'usure les plus faibles, ce qui traduit une résistance accrue à l'usure. Quant à la dureté, c'est l'échantillon n°5 (1 % TiO_2) qui atteint la valeur la plus élevée, indiquant une surface plus résistante à la pénétration. Toutefois, en considérant l'ensemble des propriétés mesurées (dureté, microstructure homogène, faible usure et bon comportement au frottement), l'échantillon 4 se distingue comme le plus performant globalement, illustrant un compromis optimal entre résistance mécanique et comportement tribologique. Ces résultats confirment le potentiel des renforts 2D dans les composites à matrice métallique et ouvrent la voie à des applications industrielles exigeantes en termes de légèreté, résistance et durabilité.

Références bibliographiques

- [1] Kandasamy, J., Rajyalakshmi, G., & Sultan, M. T. H. (Éds.). (2023). Metal matrix composites: Advances in processing methods, machinability studies and applications. CRC Press.
- [2] Chabi, S. (2024). Analyse de la qualité des perçages des matériaux composites utilisés dans la construction navale. Mémoire de master, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.
- [3] Berthelot, J.-M. (2005). Matériaux composites : Comportement mécanique et analyse des structures. (Éd. Tec & Doc). Lavoisier.
- [4] Bunsell, A. R., Renard, J. (2005). Fundamentals of fibre reinforced composite materials. (1re éd). CRC Press.
- [5] Ko, F. K. (1989). Preform fiber architecture for ceramic-matrix composites. American Ceramic Bulletin, 68(2), 401–414.
- [6] Taya, M., Arsenault, R. J. (2007). Metal matrix composites: Thermomechanical behavior. Elsevier.
- [7] Remati, H., Ihamouine, N. (2020). Les composites à matrices métalliques. Mémoire de master, Université Saad Dahlab Blida 1.
- [8] Bartleby. (s.d.). Mechanical behavior of composite materials. Bartleby. Consulté le 4 Avril 2025 depuis: [Mechanical behavior of composite materials | bartleby](#)
- [9] Gornet, L. (2008, septembre). Généralités sur les matériaux composites. École Centrale de Nantes. Consulté le 13 avril 2025, depuis [\(PDF\) Généralités sur les matériaux composites](#)
- [10] Surappa, M. K. (2003). Aluminium matrix composites : Challenges and opportunities. Sādhanā, 28(1–2), 319–334. [Aluminium matrix composites: Challenges and opportunities | Sādhanā](#)
- [11] Tsai, S. W. (1980). Introduction to composite materials. Technomic Publishing Company.
- [12] L. Berreur, B. d. Maillard, and S. Nösperger. (2002). "L'industrie française des matériaux composites," Ministère de l'économie des finances et de l'industrie.
- [13] Jules, E. J. (2001). Couplages entre propriétés thermiques, réactivité chimique et viscosité des matériaux composites thermodurcissables en relation avec les conditions de leur élaboration

Références bibliographiques

fondée sur l'hystérésis diélectrique. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers.

[14] Boudenne, A. (2003). Étude expérimentale et théorique des propriétés thermophysiques de matériaux composites à matrice polymère. Thèse de doctorat, Université Paris XII.

[15] Guillon, D. (1995). Fibres de verre de renforcement. Techniques de l'Ingénieur, (A2110).

[16] Masounave, J., & Villar, N. (2001). Élaboration des composites à particules. Techniques de l'Ingénieur, M2448.

[17] Kaczmar, J. W., Pietrzak, K., & Włosiński, W. (2000). The production and application of metal matrix composite materials. *Journal of Materials Processing Technology*, 106(1-3), 58–67.

[18] Chapitre 1 : Généralités sur les composites. (s.d.). Récupéré le 28 mars 2025, de <https://pdfcoffee.com/chapitre-1-generalites-sur-les-composites-pdf-free.html>

[19] Eudier, M. (1994). Fabrication des produits frittés (Techniques de l'Ingénieur, M864). Techniques de l'Ingénieur.

[20] Bernache-Assollant, D., & Bonnet, J.-P. (2005). Frittage : Aspects physicochimiques – Partie 1 : Frittage en phase solide (Techniques de l'Ingénieur, AF6620). Techniques de l'Ingénieur.

[21] Bernache-Assollant, D., & Bonnet, J.-P. (2005). Frittage : Aspects physicochimiques – Partie 2 : Frittage en phase liquide (Techniques de l'Ingénieur, AF6621). Techniques de l'Ingénieur.

[22] Sinha, A. K. (2002). *Powder metallurgy technology* (2nd ed.). A. A. Balkema Publishers / CBS Publishers & Distributors.

[23] German, R. M. (1996). *Sintering theory and practice*. Wiley-Interscience.

[24] Novoselov, K. S., Geim, A. K., Morozov, S. V., Jiang, D., Zhang, Y., Dubonos, S. V., Grigorieva, I. V., & Firsov, A. A. (2004). Electric field effect in atomically thin carbon films. *Science*, 306(5696), 666–669.

[25] Stoller, M. D., Park, S., Zhu, Y., An, J., & Ruoff, R. S. (2008). Graphene-based ultracapacitors. *Nano Letters*, 8(10), 3498–3502.

[26] Geim, A. K., & Novoselov, K. S. (2007). The rise of graphene. *Nature Materials*, 6(3), 183–191.

[27] Techniques de l'Ingénieur. (s.d.). À la découverte des MXenes, de nouveaux matériaux 2D inspirés du graphène.

Références bibliographiques

- [28] Drexel University, College of Engineering, Nanomaterials Institute. (s.d.). *MXenes*. Drexel University.
- [29] Anasori, B., & Gogotsi, Y. (2023). MXenes-mining: A decade of discovery. *Graphene and 2D Materials*, 10(6), 1–22.
- [30] Naguib, M., Mochalin, V. N., Barsoum, M. W., & Gogotsi, Y. (2014). 25th anniversary article: MXenes: A new family of two-dimensional materials. *Advanced Materials*, 26(7), 992–1005. [25th Anniversary Article: MXenes: A New Family of Two-Dimensional Materials - Naguib - 2014 - Advanced Materials - Wiley Online Library](#)
- [31] Tan, C., & Zhang, H. (2015). Two-dimensional transition metal oxide nanosheets: Synthesis and applications. *Chemical Society Reviews*, 44(9), 2713–2731.
- [32] Schwenk, G. R., et al. (2023). Synthesis of titanate-based lepidocrocite nanostructures by reacting TiC, TiB₂, and TiN with NaOH or KOH at 95 °C under ambient pressure. *Journal of Alloys and Compounds*, 947, Article 169320.