

**UNIVERSITE DE BLIDA 1  
FACULTE DE TECHNOLOGIE  
DEPARTEMENT DE MECANIQUE**

Projet de Fin d'Etudes  
Pour l'obtention du Diplôme de Master en génie des matériaux

**Elaboration et étude microstructural et tribologique d'un  
composite (aluminium / kaolinite 2D)**

**Promoteur :**

Dr. Chiker nabil

**CO-Promoteur:**

Dr. Benamor Abdessabour

**Réalisé par :**

Guemdani Oussama

Boukercha Mohamed Islam

**Année universitaire : 2022/2023**

## *REMERCIEMENT*

*Tout d'abord, nous souhaitons exprimer nos sincères remerciements au bon Dieu tout puissant pour nous avoir donné la force et le courage nécessaires pour mener à bien ce travail. À la fin de cette tâche, nous tenons à exprimer notre profonde gratitude envers les personnes qui nous ont apporté leur aide.*

*En premier lieu, nous désirons remercier notre 2 encadrants, Dr. Chiker Nabil, et Dr. Benamor Abdessabour pour avoir accepté de superviser ce travail et pour avoir généreusement consacré leur temps. Leur conseil avisé a grandement enrichi notre réflexion et leur soutien précieux nous a accompagnés tout au long de la rédaction de ce mémoire.*

*Nous souhaitons vivement remercier notre chef d'option Dr. Adel Haddad, pour ces encouragements et son soutien*

*Nous aimerions également exprimer notre reconnaissance envers toutes les personnes qui nous ont assistés durant la réalisation de ce mémoire, ainsi qu'envers toute l'équipe*

*Pédagogique du département de mécanique de l'Université de Saad Dahleb Blida 1.*

*Nous sommes profondément reconnaissants envers nos parents pour leur soutien constant et leurs encouragements, ainsi qu'envers nos camarades, nos amis et toute notre famille.*

*Enfin, notre gratitude s'étend à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

## Dédicace

*Je dédier ce travail a :*

*Ma famille et mes amis*

**心臓を捧げよ！**



*Guemdani Oussama*

## *Dédicace*

Je dédie ce travail

A ma famille, A mes frères, mes proches et à ceux qui me donnent de la  
Vivacité.

A tous mes amis qui m'ont toujours encouragé, et à qui je souhaite plus de  
Succès.

A tous ceux que j'aime.

Merci !

***Boukercha Mohamed Islam***

## Résumé

Les matériaux composites à base métallique ont envahi le marché de l'industrie surtout dans le domaine de l'aéronautique. Afin d'optimiser certaine propriété mécanique et améliorer la résistance à l'usure de ces matériaux, la kaolinite 2D été utilisé comme renfort dans une matrice métallique Aluminium. Dans le présent travail, un composite en aluminium avec renfort céramique a été élaborer par le procédé de frittage en variant le pourcentage massique des renforts dans la matrice, ces composites réalisés ont été examinés par des teste tribologiques, duretés, DRX et subit une étude microstructurale.

Mots clé : aluminium, kaolinite 2D

## Abstract

Metal-based composite materials have invaded the market of industry especially in the field of aeronautics. In order to optimize certain mechanical property and improve the wear resistance of these materials, 2D kaolinite was used as reinforcement in an aluminum metal matrix. In the present work, the sintering process elaborated an aluminum composite with ceramic reinforcement by varying the mass percentage of reinforcements in the matrix; these composites realized were examined by tribological tests, hardness, XRD and underwent a microstructural study.

Keywords: Aluminum, 2D Kaolinite.

## ملخص

تجتاح المواد المركبة ذات القاعدة المعدنية السوق الصناعية بشكل خاص في مجال الطيران. ومن أجل تحسين بعض الخصائص الميكانيكية وتحسين مقاومة التآكل لهذه المواد، تم استخدام الكاولينيت ثنائية الأبعاد كتعزيز في مصفوفة المعدن الألومنيوم. في هذا العمل، تم تطوير مركب ألومنيوم مع تعزيز سيراميكي باستخدام عملية السنين بتغيير النسبة المئوية للتعزيز في المصفوفة، وتم فحص هذه المركبات المصنوعة بواسطة اختبارات التآكل والصلادة والتشتت الأشعة السينية وخضعت لدراسة البنية المجهرية.

الكلمات المفتاحية: ألومنيوم، كاولينيت ثنائي الأبعاد

# Sommaire

Introduction générale.....	01
----------------------------	----

## **Chapitre I : Partie bibliographique sur les matériaux composites et leur techniques d'élaborations**

I.1: Introduction .....	03
I.2 : Classification des matériaux composites .....	03
I.2.1: Composites à Matrice Métallique (CMM) .....	03
I.3: Les propriétés des matériaux composites.....	04
I.4: Les constituants des matériaux composites .....	04
I.4.1: Matrice .....	04
I.4.2: Les renforts.....	05
I.5: Elaboration des composites .....	05
I.5.1 : Fonderie.....	05
I.5.2 : Infiltration.....	06
I.5.3 : Métallurgie des poudres.....	07
I.6 : Elaboration des poudres.....	08
I.6.1 : Atomisation.....	08
I.6.2 : Electrolyse Les méthodes chimiques .....	09
I.7 : Elaboration des composites.....	09
I.7.1 : Choix des matériaux .....	09
I.7.2 : Broyage.....	09
I.7.3 : Homogénéisation des poudres .....	10
I.7.4 : La mise en forme .....	10
I.7.5 : Frittage.....	10
I.7.6 : Les mécanismes de frittage.....	13
I.7.6.1 : Frittage en phase solide.....	13
I.7.6.2 : Frittage en phase liquide.....	13

I.7.7 : Mécanisme de frittage.....	14
I.8 : Finition.....	15
I.9 : Conclusion.....	15

## **Chapitre II: Bibliographie sur l'aluminium, les Matériaux2D, kaolinite 2D**

II.1 : Introduction.....	18
II.2 : L'aluminium.....	18
II.2.1 : Historique.....	18
II.2.2 : Propriétés physico-chimiques de l'aluminium.....	19
II.2.3 : Les alliages d'aluminium.....	19
II.2.3.1 : Les alliages de moulage .....	20
II.2.3.2 : Les alliages de corroyage .....	20
II.2.3.2.a : Les alliages à durcissement structurales .....	20
II.2.3.2.b : Les alliages à durcissement par écrouissage.....	23
II.3 : Les matériaux bidimensionnels.....	25
II.3.1 : Structure des matériaux 2D.....	25
II.3.2 : Propriétés des matériaux 2D.....	27
II.3.3 : La kaolinite 2D .....	28
II.3.3.1 : Introduction .....	28
II.3.3.2 : La structure de la kaolinite .....	28
II.3.3.3 : Propriétés physiques de la kaolinite .....	28
II.3.3.4 : Propriétés mécaniques.....	29
II.3.3.5 : Propriétés chimiques .....	29
II.3.3.6 : Propriétés élastiques.....	29
II.3.4 : Les techniques d'exfoliation de la kaolinite .....	30
II.3.4.1 : Les techniques mécaniques.....	30
II.3.4.2 : Les techniques chimiques.....	31
II.4 : Conclusion.....	32

## **Chapitre III : Partie expérimentale**

III.1. Introduction .....	34
III.2. Préparation de la kaolinite bidimensionnelle exfoliée.....	34
III.3 Élaboration des composites Al/ KM10I2.....	34
III.3.1 Pesée .....	34
III.3.2Homogénéisation .....	36
III.3.3Compactage de la poudre.....	37
III.3.4. La méthode des sels fondus.....	38
III.3.4.1 Encapsulation des pastilles.....	38
III.3.5. La mise en forme des composites .....	39
III.3.6 Récupération des échantillons.....	40
III.3.7 le polissage.....	41
III.4. Les tests .....	43
III.4.1 La dureté .....	43
III.4.2 Microscopie optique.....	44
III.4.3 Analyse par diffraction des rayons X (DRX).....	44
III.4.4. Comportement tribologique (Ttribomètre de type bille sur disque).....	46
III4.5 Profilométrie 2D.....	47

## **Chapitre IV : Résultats et discussion**

IV.1Introduction.....	49
IV.2. Analyse par diffractions des rayons X (DRX).....	49
IV. 3 Microscopie optique.....	50
IV.3.1. Pourcentages de porosité.....	54
IV.3.2. La taille des particules de Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	55
IV.4. La dureté.....	56
IV.4.1frittage 10 min.....	56
IV.4.2frittages 1h.....	57
IV.5. Essais Tribologiques .....	58
IV.5.1 Coefficient de friction.....	59



IV.5.1.1 Frittage de 10min.....	59
IV.5.1.2 Frittage de 1 heure .....	60
IV.5.2 Trace d'usure .....	62
IV.5.2.1 Frittage de 10min.....	62
IV.5.2.2 Frittage de 1 heure .....	63
IV.5.3 Profilométrie 2D des traces d'usure.....	64
IV.5.4 Le taux d'usure .....	65
IV.5.4.1 Frittage 10 min.....	65
IV.5.4.2 Frittage 1heure.....	65
IV.5.5 Le mécanisme d'usure.....	66

## **Conclusion générale**

Conclusion générale.....	68
--------------------------	----

## **Références**

Références .....	70
------------------	----

## Liste des tableaux

<b>Tableau 1:</b> Mérites et démérites de la métallurgie des poudres.....	08
<b>Tableau 2:</b> propriétés de l'aluminium.....	19
<b>Tableau 3:</b> désignations des séries principales des alliages d'aluminium.....	21
<b>Tableau 4:</b> Les valeurs des échantillons.....	35
<b>Tableau 5:</b> Les pourcentages de porosité.....	54
<b>Tableau 6:</b> Les valeurs de la dureté des composites.....	56
<b>Tableau 7:</b> Les valeurs de la dureté.....	57
<b>Tableau 8:</b> Les valeurs de WR.....	65
<b>Tableau 9 :</b> Les valeurs de WR.....	65

## Liste des figures

### Chapitre I :

<b>Figure I.1 :</b> les constituants de matériaux composites .....	03
<b>Figure I.2 :</b> Classification des différents types de renforts.....	05
<b>Figure I.3 :</b> schéma de fabrication des CMMp par infiltration.....	07
<b>Figure I.4:</b> Étapes du procédé de métallurgie des poudres.....	08
<b>Figure I.5 :</b> technique d'atomisation.....	09
<b>Figure I.6:</b> principe de: a) , HP; b) HIP .....	11
<b>Figure I.7 :</b> schéma générale de procédé SPS.....	12
<b>Figure I.8:</b> Frittage phase solide.....	13
<b>Figure I.9 :</b> les étapes de frittage en phase liquide.....	14
<b>Figure I.10:</b> mécanisme de Frittage.....	15
<b>Figure I.11 :</b> schéma représentatif du cycle d'élaboration d'un composite.....	15

### Chapitre II :

<b>Figure II.1:</b> Structure du graphène.....	26
<b>Figure II.2 :</b> Exfoliation de graphène à partir du graphite .....	26
<b>FigureII.3 :</b> Représentation schématique d'un feuillet de kaolinite.....	28
<b>FigureII.4 :</b> Images de la morphologie de différents échantillons de kaolinite 2D.....	31

### Chapitre III :

<b>Figure III.1:</b> a : balance de précision (10 <sup>-4</sup> ) (ADAM) , b : mélanges de poudres pesés....	35
<b>Figure III.2:</b> a : Agitateur magnétique , b : Ethanol.....	36
<b>Figure III. 3:</b> a : Dispositif de compactage , b : SPECAC PRESS 25 TON .....	37
<b>Figure III.4:</b> Pastilles obtenu après le compactage.....	37
<b>Figure III.5 :</b> a : Dispositif d'encapsulation 32 mm , b : Dispositif d'encapsulation 32 mm avec le KCL.....	38
<b>FigureIII.6 :</b> Pastilles encapsulés.....	39

<b>Figure III.7</b> : a : creusets en alumine remplis de sel , b : Four (Thermolyne 114300 Furnace).....	39
<b>Figure III.8</b> : les cycles thermiques du traitement.....	40
<b>Figure III.9</b> : Sel protecteur fondu.....	40
<b>Figure III.10</b> : Polisseuse mécanique.....	41
<b>Figure III.11</b> : Les solutions diamantées de (0,25, 1 et 3 µm) .....	42
<b>Figure III.12</b> : Pastille avant et apres le polissage.....	42
<b>Figure III.13</b> : duromètre type Vickers (INOVATEST FALCON 9100) .....	43
<b>Figure III.14</b> : Microscope optique de type Nikon Eclipse LV150N.....	44
<b>Figure III.15</b> : Diffractomètre des Rayons X de type RIGAKU.....	45
<b>Figure III.16</b> : CSM Tribometer, Switzerland, Anton Paar TRB3.....	46
<b>Figure III.17</b> : profilomètre Taylor Hobson.....	47

## Chapitre IV

<b>Figure IV.1</b> : Diffractogrammes des rayons X de l'aluminium pur et (Al/2%K1M10I2).....	49
<b>Figure IV.2</b> : Microscopies optique des différents matériaux avec un agrandissement de x100 (A : Al 100%, B : 0.5%K1M10I2, C : 1%K1M10I2, D : 2%K1M10I2).....	50
<b>Figure IV.3</b> :Microscopies optique des différents matériaux avec un agrandissement de x200 (A : Al 100%, B : 0.5%K1M10I2, C : 1%K1M10I2, D : 2%K1M10I2).....	51
<b>Figure IV.4</b> : Microscopies optique des différents matériaux avec un agrandissement de x500 (A : Al 100%, B : 0.5%K1M10I2, C : 1%KM10I2, D : 2%K1M10I2).....	51
<b>Figure IV. 5</b> : Microscopies optique des différents matériaux avec un agrandissement de x100 (A: Al 100%, B: 0.5% KM10I2, C: 1% KM10I2, D:2% KM10I2).....	52
<b>Figure IV.6</b> : Microscopies optique des différents matériaux avec un agrandissement de x200 (A : Al 100%, B : 0.5%KM10I2, C : 1%KM10I2, D : 2%KM10I2).....	52
<b>Figure IV.7</b> : Microscopies optique des différents matériaux avec un agrandissement de x500 (A : Al 100%, B : 0.5%KM10I2, C : 1%KM10I2, D : 2%KM10I2).....	53
<b>Figure IV.8</b> : logiciels Image j.....	54
<b>Figure IV.9</b> : le taux de porosité.....	55
<b>Figure IV.10</b> : Tailles des particules.....	55
<b>Figure IV.11</b> : les valeurs de dureté Vickers des composites 10 min.....	56
<b>Figure IV.12</b> : les valeurs de dureté Vickers des composites 1 H.....	57
<b>Figure IV.13</b> : Coefficient de friction des échantillons élaborés avec un frittage de 10 min : A)100% Al B) 0.5%K1M10I2.....	59

<b>Figure IV.14 :</b> Coefficient de friction des échantillons élaborés avec un frittage de 10 min C) 1%K1M10I2 , D) 2%K1M10I2 .....	59
<b>Figure IV.15:</b> Coefficient de friction des échantillons élaborés avec un frittage de 1 heure A) 100% Al , B) 0.5%K1M10I2 .....	60
<b>Figure IV.16:</b> Coefficient de friction des échantillons élaborés avec un frittage de 1 heure , C) 1%K1M10I2 , D) 2%K1M10I2 .....	60
<b>Figure IV.17:</b> Les valeurs de $\mu$ mesurées.....	61
<b>Figure IV.18:</b> Microscopies optique des traces d'usure de l'aluminium pur(A-C) et des composites 0,5%K1M10I2 (D-F), 1%K1M10I2 (G-I) et 2 %K1M10I2, (J-L).....	62
<b>Figure IV.19:</b> Microscopies optique des traces d'usure de l'aluminium pur(A-C) et des composites 0,5%K1M10I2 (D-F), 1%K1M10I2 (G-I) et 2 %K1M10I2, (J-L).....	63
<b>Figure IV.20 :</b> les profils 2D de toutes les traces d'usure après les tests de tribologie, A, B : Frittage de 10 min et C, D : Frittage de 1 heure.....	64
<b>Figure IV.21 :</b> Les valeurs de taux d'usure (WR) calculées.....	66

# **Introduction générale**

## **Introduction générale**

Les matériaux composites sont les matériaux les plus utilisés, durant ces dernières années, ces derniers ont attiré une grande attention de la communauté scientifique, à cause de leurs grandes résistances à l'usure et l'oxydation

La matrice utilisée dans ce PFE est l'aluminium et le renfort utilisé dans ce mémoire est la kaolinite 2D

Quatre chapitres forment le document :

Le premier chapitre est présent en première partie des recherches bibliographique sur les composites à matrice métallique à renfort particulaire, et en deuxième partie résumé, les techniques d'élaboration des composites.

Le deuxième chapitre résumé en premier partie l'aluminium et ces Alliage, en deuxième partie il dresse les propriétés des matériaux bidimensionnels, la kaolinite et ces propriétés et les méthodes d'exfoliations de ce matériau 2D

Le troisième chapitre porter la partie expérimentale ainsi que sur les techniques d'élaboration, concernant le système Al/K<sub>1</sub>M<sub>10</sub>I<sub>2</sub> avec l'étude microstructural par le microscope optique et DRX et le taux d'usure par le profilomètre.

Le quatrième chapitre regroupe les résultats portant sur l'élaboration et la caractérisation microstructurale de ce composite Al/ K<sub>1</sub>M<sub>10</sub>I<sub>2</sub>.

Ce de travail de fin d'études est clôturé par une conclusion générale et des perspectives.

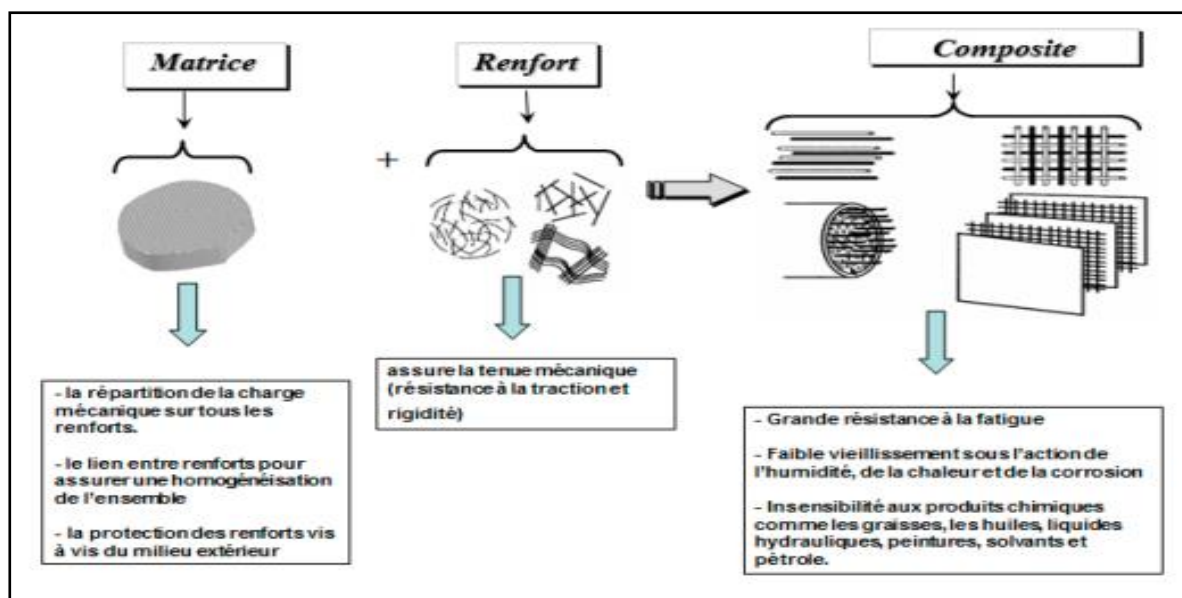
**Chapitre I :**  
**Bibliographie sur les Matériaux**  
**composites et leur techniques**  
**d'élaborations**



## I.1.Introduction

Un matériau composite est un matériau qui est constitué de l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux de natures différentes.

Leur association est complémentaire et permet d'aboutir à un matériau dont les performances recherchées seront supérieures à celles des composants pris séparément. Dans le cas le plus général, un matériau composite est constitué d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. La phase discontinues, appelée renfort ou matériau renforçant, est habituellement plus dure avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continues, appelée matrice. [1].



**Figure I.1 :** les constituants de matériaux composites [2].

## I.2. Classification des matériaux composites :

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

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

### I.2.1 Composites à Matrice Métallique (CMM) :

Les composites à matrice métallique (CMM) sont des matériaux d'ingénierie innovants qui combinent les propriétés mécaniques des métaux avec les avantages des fibres renforcées.

Ce type de matériau est de plus en plus utilisé dans divers secteurs industriels en raison de ses propriétés exceptionnelles. Un aspect essentiel des CMM réside dans leur structure en couches: ils sont composés de fibres rigides telles que le carbone, la silice ou la céramique, incorporées dans une matrice métallique telle que l'aluminium, le magnésium ou le titane. Cette combinaison unique confère aux CMM une résistance mécanique élevée, une grande résistance à la chaleur et une faible densité, les rendant adaptés à des applications exigeantes dans l'aéronautique, l'automobile et l'industrie spatiale.

Les propriétés des CMM varient en fonction des types de fibres utilisées, de la quantité de renfort et du procédé de fabrication. Par exemple, les CMM renforcés de fibres de carbone sont particulièrement prisés pour leur légèreté et leur résistance exceptionnelle, tandis que les CMM à base de fibres de silice offrent une bonne résistance à haute température et une faible expansion thermique. Outre leur résistance mécanique, les CMM présentent également une excellente résistance à la corrosion, prolongeant ainsi leur durée de vie opérationnelle dans des environnements agressifs. Cette caractéristique en fait un choix de premier ordre pour des applications marines et industrielles où la corrosion peut être un facteur déterminant. Les applications des CMM sont vastes et diversifiées. Dans l'aéronautique, ils sont utilisés pour fabriquer des pièces structurelles légères et résistantes, telles que des ailes et des fuselages. Dans l'industrie automobile, les CMM trouvent leur place dans les disques de frein et les suspensions pour améliorer la performance et l'efficacité énergétique des véhicules. De plus, les CMM sont utilisés dans les équipements spatiaux pour réduire le poids et augmenter la charge utile des lanceurs.[19]

### **I.3. Les propriétés des matériaux composites:**

- Légèreté
- Résistance mécanique.
- Durée de vie, résistance à la fatigue.
- Résistance à la corrosion

### **I.4. Les constituants des matériaux composites :**

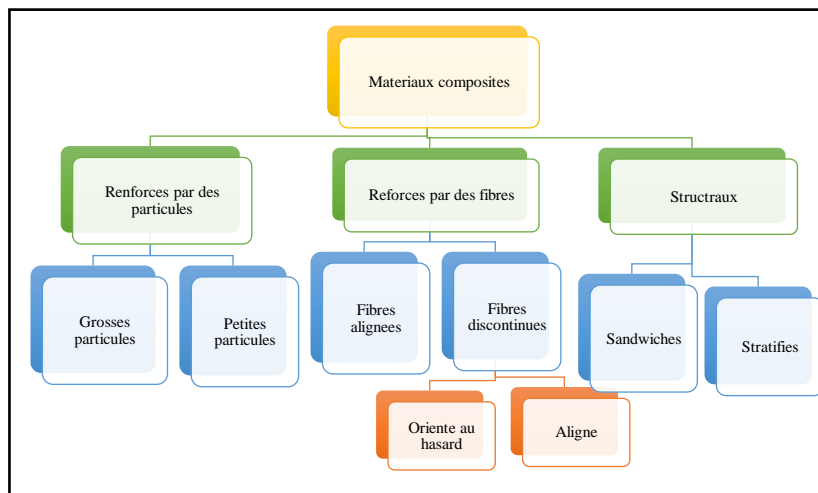
#### **I.4.1. Matrice :**

La matrice joue un rôle essentiel en établissant une liaison solide avec le renfort, tout en assurant une distribution uniforme dans l'espace. Sur le plan mécanique, elle transmet et répartit les charges

externes sur le renfort. Parallèlement, elle confère à la structure une résistance chimique et permet de donner la forme souhaitée au produit final. [3].

### **I.4.2. Les renforts :**

Les renforts sont essentiels pour conférer au matériau composite des propriétés mécaniques spécifiques, et il existe un large éventail de renforts disponibles sur le marché, en fonction des coûts et des exigences de la structure. Les particules ou les fibres intégrées dans la matrice ont pour objectif d'améliorer les propriétés mécaniques telles que la rigidité, la résistance à la rupture, la dureté, ainsi que des propriétés physiques telles que l'abrasion, la résistance à la chaleur ou les propriétés électriques [4]. Différents types de renforts sont classés en fonction de leur forme, de leurs dimensions et de leur composition chimique.



**Figure I.2 :** Classification des différents types de renforts.

## **I.5. Elaboration des composites :**

### **I.5.1 : Fonderie:**

Le procédé de coulée est relativement simple à mettre en œuvre, ce qui en fait une option intéressante en termes de productivité. Cela permet d'obtenir un matériau composite métallique (CMMp) sous forme de pièce moulée qui est déjà très proche de la forme finale souhaitée.

Le principe de ce procédé consiste à incorporer des particules dans un alliage liquide, qui est ensuite coulé en lingots pour être refondu et façonné ultérieurement. Cependant, les procédés de coulée présentent des défis lorsqu'il s'agit d'introduire des renforts dans la matrice fondue. Des problèmes

d'agglomération et de sédimentation peuvent se produire en raison des différences de densité et d'une mauvaise affinité entre le renfort et la matrice. Ces deux phénomènes rendent difficile d'obtenir une répartition uniforme des renforts dans la matrice [5, 6]. Pour améliorer cette répartition, l'agitation pendant le malaxage sous atmosphère protectrice (vide ou gaz neutre) est souvent utilisée.

Il existe différentes techniques d'agitation :

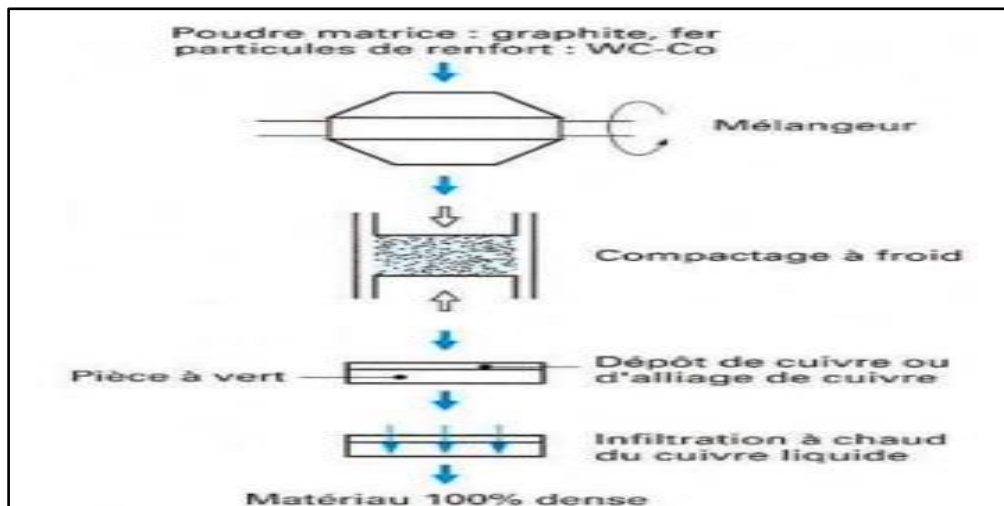
- Agitation mécanique (développée par Alcan).
- Agitation électromagnétique (à l'aide d'un four à induction).
- Agitation électromagnétique avec ondes ultrasonores.

### **I.5.2. Infiltration**

Un procédé classique d'infiltration de préforme peut-être utiliser pour fabriquer du CMMp, qui se fait en deux étapes. La première consiste à réaliser une préforme particulaire par pressage à froid puis à déterminer si elle est frittée ou non. Dans la seconde étape, l'infiltrant fond et s'écoule dans la porosité laissée par les particules solides de la préforme [7].

L'infiltration peut se faire sous pression ou sous vide. Dans le premier cas, une pression est appliquée sur le métal liquide le faisant pénétrer dans la préforme. La pression externe fournie par le gaz ou l'équipement mécanique est utilisé pour déterminer la densité globale du composite. Dans l'infiltration spontanée (sous vide), le flux de liquide entre les particules est entraîné par la gravité et l'action capillaire [8].

La facilité de pénétration dépend de la morphologie des pores de la préforme, de la viscosité du métal, de la tension superficielle entre le liquide et les particules, de la taille des particules et de la pression appliquée. Beaucoup d'efforts sont consacrés au développement de matériaux composites adaptés à des applications spécifiques. Par exemple, l'élaboration de CMMp à base de carbure de tungstène dans l'acier se fait par broyage de poudres Fe-C et WC. La Poudre mélangée est pressée à froid et infiltrée de cuivre liquide, qui a le point de fusion le plus bas de tous les éléments présents [5].



**Figure I.3** : schéma de fabrication des CMMp par infiltration [5].

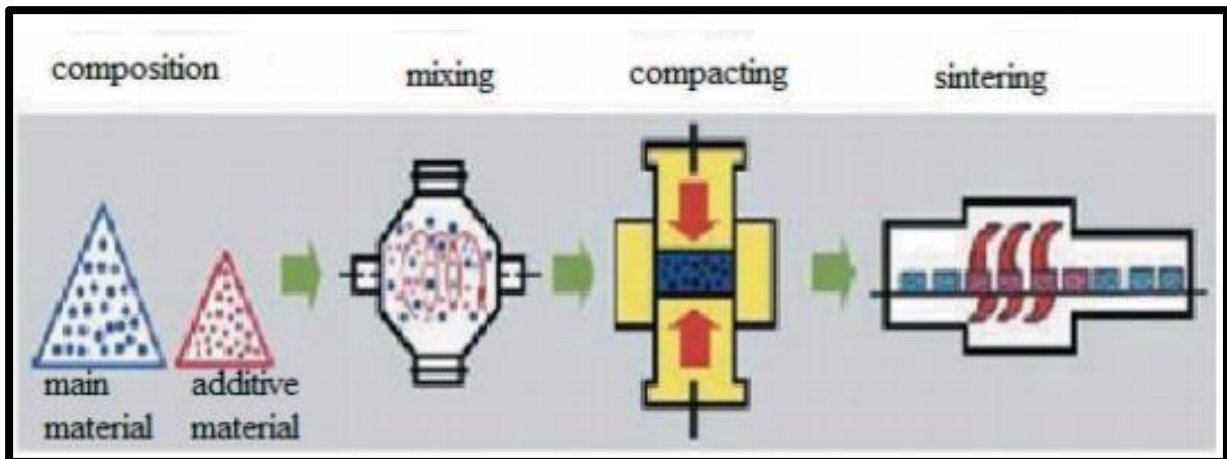
### **I.5.3. Métallurgie des poudres**

La métallurgie des poudres (MP) permet de produire des pièces en alliage d'aluminium ou de magnésium de manière efficace et économique.

Cette méthode nécessite une température de fusion moins élevée que les méthodes traditionnelles et permet de fabriquer facilement des pièces géométriques complexes en grande quantité.

Le processus de MP comprend plusieurs étapes, telles que le mélange de la poudre, le compactage de la poudre dans une matrice et le frittage pour la consolidation dans un four. Des opérations secondaires peuvent également être effectuées pour améliorer le comportement ou la précision dimensionnelle des pièces.

La Figure I.4 montre les processus complets utilisés dans le processus de MP. En raison des particules de renfort mélangées correctement dans la matrice, les propriétés mécaniques du matériau fabriqué sont améliorées. Une corrélation a été développée entre la quantité de renfort, la taille du renforcement nanoparticule, le type de renfort et le type de renfort de surface et les propriétés du composite produit par PM. En général, la fabrication des CMM à l'échelle nanométrique est compliquée, mais la propriété sera bonne à l'échelle nanométrique. Les avantages et les inconvénients du processus de MP sont donnés dans le tableau 1 [9].



**Figure I.4:** Étapes du procédé de métallurgie des poudres

Mérites	Démérites
Les pièces ont une porosité contrôlée	L'outillage et l'équipement sont coûteux, de sorte que le processus est coûteux
D'excellentes propriétés mécaniques sont trouvées	Les pièces ont une faible ductilité et une faible résistance
Exactement les formes requises sont atteintes	Les matériaux en poudre sont très coûteux

**Tableau 1:** Mérites et démérites de la métallurgie des poudres.

## **I.6. Elaboration des poudres**

### **I.6.1. Atomisation**

Sous l'action d'un jet d'eau ou de gaz, un matériau métallique liquide peut se désintégrer sous la forme de petites gouttelettes généralement sphériques toute nature de matériau métallique peut être ainsi obtenue sous forme des poudres. Tout fois, les plus répandues sont les poudres de cuivre, de fer, d'aluminium, et surtout des alliages tels que les laitons, les bronzes les aciers. En général, l'atomisation se fait par air, azote, argon, eau ; la vapeur d'eau sous pressions de 4 à 50 bars

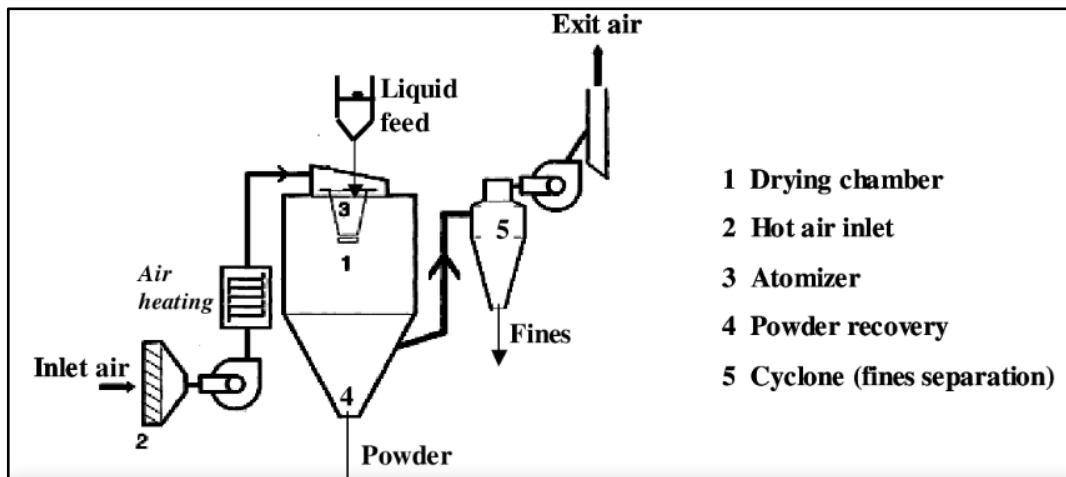


Figure I.5 : technique d'atomisation

## I.6.2. Electrolyse Les méthodes chimiques :

La réduction d'un composé métallique en métal est un processus qui consiste à extraire le métal à l'état de fins granules à partir d'un composé (généralement un oxyde, plus rarement un sulfure ou un chlorure) par un agent chimique (gaz, liquide ou solide) qui fractionne le composé en métal et en un sous-produit qui peut être éliminé. Si le composé métallique initial est un solide, la dimension des granules du métal résultant dépend fortement de la morphologie du composé de départ. Quand le sous-produit de la réduction est gazeux, son élimination s'effectue directement par le gaz porteur ou à l'aide d'une installation à vide.

## I.7. Elaboration des composites :

### I.7.1. Choix des matériaux :

Les matériaux ont été choisis en fonction des propriétés recherchées telles que la résistance à l'usure, la trempabilité et l'amélioration de la densité relative et de la répartition homogène des éléments d'addition.

### I.7.2. Broyage :

Le broyage est une technique qui consiste à réduire la granulométrie des minéraux concassés de 0 à 200  $\mu\text{m}$  à un produit de 0 à 20  $\mu\text{m}$ . L'objectif est d'augmenter la surface spécifique de la poudre pour améliorer sa réactivité lors du frittage. [10]

### **I.7.3. Homogénéisation des poudres :**

Avant de commencer le processus de mise en forme, il est important de sélectionner soigneusement la poudre pour obtenir un produit économique avec les propriétés souhaitées. Lors de la sélection, il faut prendre en compte les facteurs suivants [11] :

- La forme des particules pulvérulentes ;
- La taille des particules ;
- La masse de fluage ;
- La compressibilité ;
- La capacité de frittage.

Le mélange est réalisé à sec en utilisant les billes d'acier et tabulât ou en présence de liquides. Les liquides (hydrocarbures, solvant chloré acétone...) protègent le produit de l'oxydation de l'air et facilitent le mélange [12].

### **I.7.4. La mise en forme :**

La pièce est mise en forme par des techniques qui dépendent de ses dimensions et de sa complexité (la pression uniaxiale), la pièce ainsi préparée dite pièce en cru est ensuite consolidée et densifiée par le traitement thermique de frittage (corp dense 90 %\_100% de densité)

### **I.7.5 : Frittage :**

Le frittage est une technique de traitement thermique utilisée pour produire des matériaux et des composants en métal ou en poudre céramique à densité contrôlée. Cette technique est classée dans la synthèse et le traitement des matériaux.

Ces dernières années, la synthèse et le traitement des matériaux sont devenus cruciaux pour le développement des matériaux. Par conséquent, l'importance du frittage en tant que technologie de traitement des matériaux est indéniable.

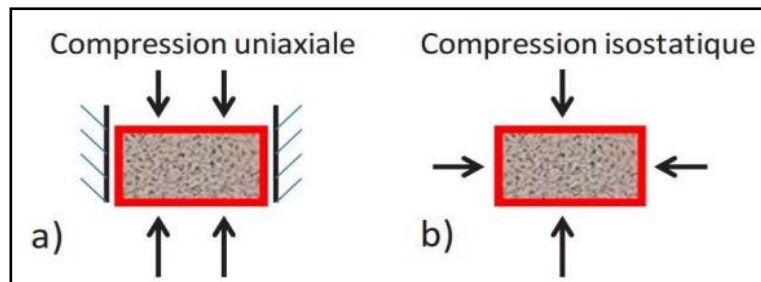
Le frittage est, en fait, l'une des technologies humaines les plus anciennes, originaire de l'époque préhistorique avec la cuisson de la poterie. La production d'outils à partir d'éponge fer a également été rendue possible par frittage. Néanmoins, il a été seulement après là dans les années 1940, ce frittage a été étudié fondamentalement et scientifiquement. Depuis, remarquable dans la science de frittage ont été faites. L'un des plus les utilisations importantes et bénéfiques de frittage dans l'ère



moderne est la fabrication de parties frittées de toutes sortes, y compris les parties métallurgiques en poudre et en vrac composants céramiques [13]

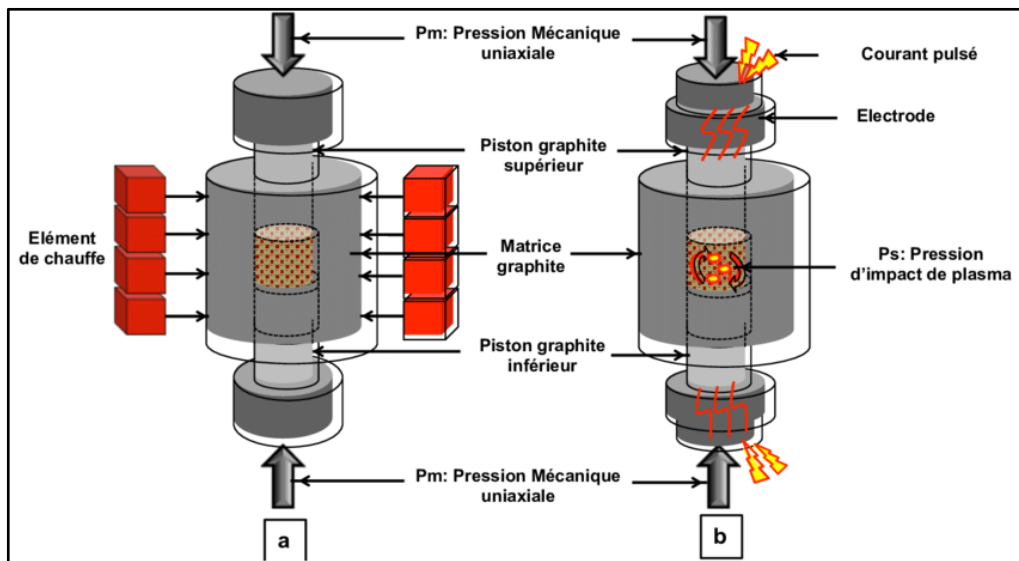
Les différentes natures de frittage sont classées en trois familles :

- **Sans charge (frittage naturel)** : s'agit d'un procédé économique qui chauffe simplement la pièce à la température de frittage. Pièces obtenues avec une porosité résiduelle importante.
- **Sous charge** : lorsqu'en plus du cycle thermique, une pression extérieure est appliquée au matériau, on parle alors de frittage sous charge. Dans ce cas, les grains sont sollicités mécaniquement et par de phénomènes de diffusion ou de déformation plastique le taux de densification est fortement accéléré. Il existe deux grands modes de compression pour le frittage sous charge, la compression uniaxiale à chaud ou "hot pressing" (HP), et la compression isostatique à chaud (HIP) (Figure I.6) [14].



**Figure I.6:** principe de: a) , HP; b) HIP

- **Spark Plasma Sintering** : le procédé "Spark Plasma Sintering" (SPS ; figure utilisée conjointement le principe du hot pressing (HP) et du frottage résistif. Dans ce procédé, le chauffage n'est pas extérieur comme dans le hot pressing, mais est généré par effet joule sur l'ensemble moule pistons échantillon.



**Figure I.7 :** schéma générale de procédé SPS.

- Frittage sous charge électromagnétique (micro-Onde)** Une technique de frittage ultrarapide prometteuse est le chauffage par micro-onde. L'intérêt pour le chauffage par micro-onde dans l'industrie céramique remonte aux années 1960, alors que les économies d'énergie et de temps étaient déjà une préoccupation importante, avec des applications basses températures comme le séchage et des applications hautes températures comme frittage. Dès la fin des années 1980 ; de nombreux travaux ont montré que la plupart des poudres céramiques pouvaient être chauffées et même frittées par micro-onde. De nombreux auteurs ont rapporté des avantages spécifiques à cette technique : accélération des cinétiques de densification entraînant une réduction significative de la température de frittages et des temps de cycle, ralentissement des cinétiques de croissance granulaire lié a priori a un effet combiné des bases température et des temps de ce cycle réduit. Cependant ; la multitude de résultat parfois spectaculaire obtenue sur une grande variété de matériau ne s'accompagne pas d'une aussi étonnante avancée de la compréhension des interactions entre le champ électromagnétique et les matériaux qui favoriseraient la densification et limiteraient la croissance de grains. Par ailleurs ; le frittage micro-onde semble moins adapté au frittage de poudre métallique ; même si quelques équipes semblent avoir obtenues des résultats encourageants. [15]

#### Remarques sur les techniques de frittage

On s'aperçoit du rôle non négligeable des impuretés et des phases secondaires, elles ont une grande influence sur la résistance mécanique des matériaux, il faut donc faire attention aux procédés d'élaboration. Les ajouts sont de deux types:

- ceux qui conduisent à des phases vitreuses: la phase vitreuse agglomère les grains entre eux par mouillage.

- ceux qui n'ont pas de phases vitreuses. Parfois on ne peut pas se passer de phases secondaires pour obtenir des matériaux denses, il faut donc jouer sur les phénomènes de mise en solution afin déformer des nouvelles phases.

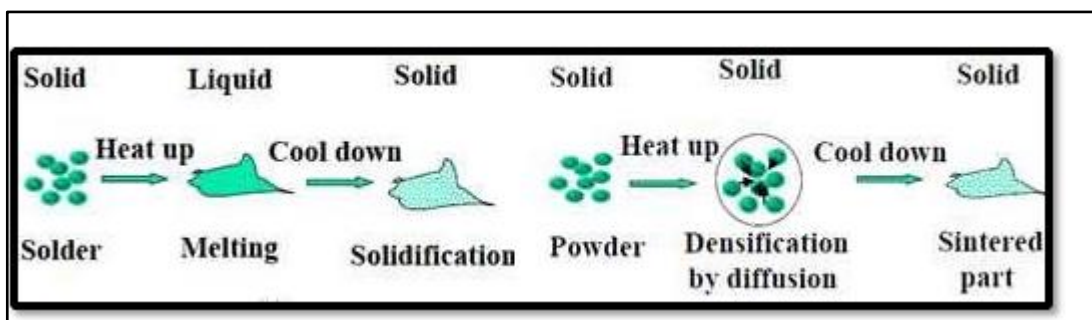
### I.7.6. Les mécanismes de frittage :

Pendant l'opération de frittage, on met en contact les particules de poudres, auxquelles on fait subir un traitement thermique. On devra distinguer le cas du frittage en phase solide et celui du frittage en phase liquide.

#### I.7.6.1. Frittage en phase solide :

Le frittage en phase solide consiste à agglomérer des poudres à une température à laquelle tous les constituants restent à l'état solide, en appliquant simultanément une pression ou une charge. Le frittage en phase solide correspond au cas où aucune phase liquide n'a été identifiée. La microstructure du matériau va évoluer sous l'effet d'une modification de la courbure de l'interface pore/solide.

- Pour modéliser le frittage de particules, on a généralement assimilé les particules à des sphères et regardé ce qui se passait dans le cas de deux ou trois sphères. [16]

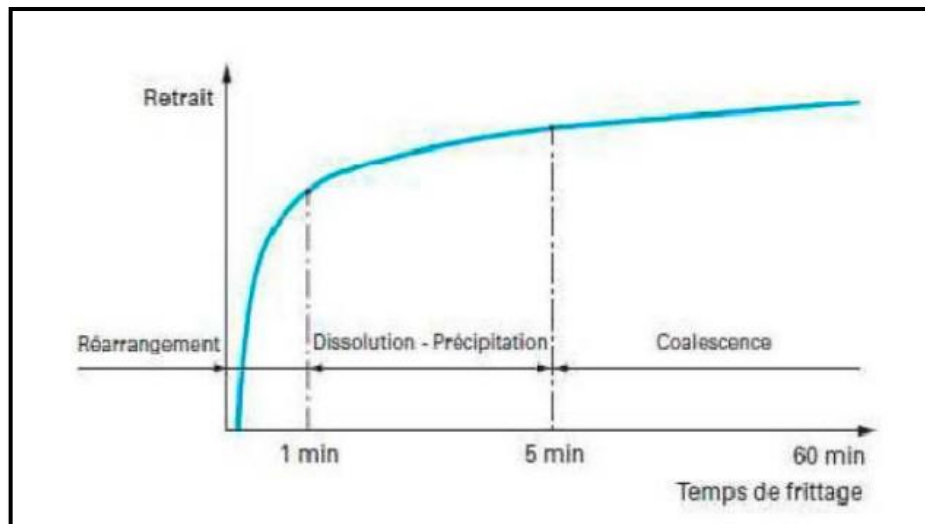


**Figure I.8:** Frittage phase solide

#### I.7.6.2. Frittage en phase liquide

- Le frittage en phase liquide implique que l'un au moins des constituants soit liquide et baigne la phase solide pendant l'opération. Mettant en jeu des phénomènes de diffusion, il conduit à une soudure entre les différentes particules, à une recristallisation des grains et à l'élimination partielle de la porosité. Diverses céramiques techniques, la plupart des Méraux

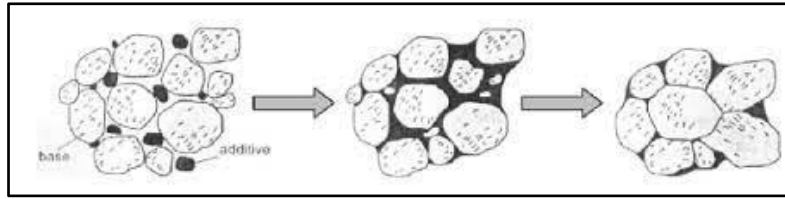
et les cermets sont également frittés en présence d'une phase liquide. La plupart des produits céramiques contiennent à température ambiante et en quantité plus ou moins considérable, une phase vitreuse qui joue essentiellement le rôle de liant de différents éléments cristallins. Les principaux paramètres sont alors: la quantité de phase liquide, sa viscosité, sa mouillabilité, les solubilités respectives. [17]



**Figure I.9 :** les étapes de frittage en phase liquide.

### I.7.7 Mécanisme de frittage

- **Stade Initiale :** le système de particules est assimilé à un ensemble de sphères en contact, entre lesquelles les ponts de frittage se développent.
- **Stade Intermédiaire :** le système est schématisé par un empilement de grains polyédriques accolés sur leurs faces communes, avec des pores qui forment un réseau de canaux le long des arêtes communes à trois grains, connectés au niveau des points quadruples.
- **Stade finale :** La porosité est fermée, seuls subsistent les pores isolés, souvent localisés aux points quadruples entre les grains mais qui peuvent être piégés en position intra- granulaire. Dans ces changements de morphologie intervient un changement d'énergie libre dû à la diminution de la surface globale du matériau par élimination des interfaces solide/gaz.
- Certains de ces mécanismes conduisent à une densification (réduction de taille de la pièce) et d'autres non [18]

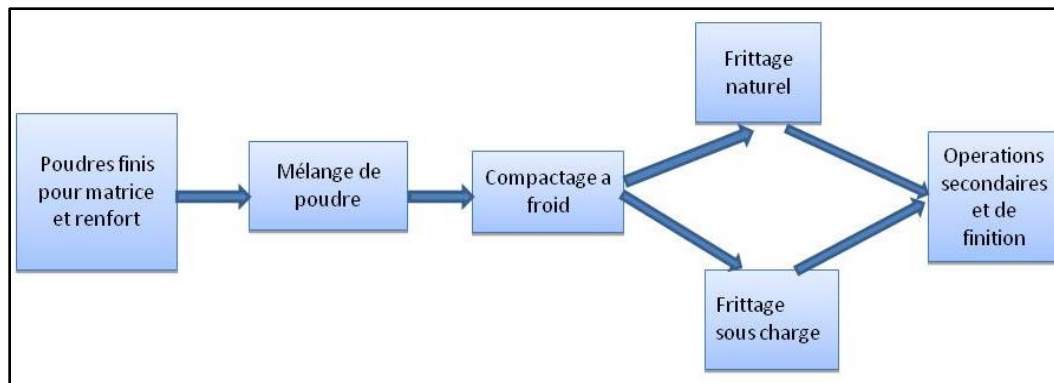


**Figure I.10:** mécanisme de Frittage

## **I.8. Finition :**

Après frittage, on a les procédés de finitions

- Usinage
- Polissage
- Inspections et test



**Figure I.11 :** schéma représentatif du cycle d'élaboration d'un composite.

## **I.9.Conclusion**

Les matériaux composites ont connu une forte évolution ces dernières années, grâce aux différentes techniques d'élaboration telles que la fonderie, l'infiltration, la métallurgie des poudres et le frittage.

Ces techniques permettent de contrôler la microstructure et les propriétés des composites, en fonction des exigences spécifiques des applications industrielles.

La fonderie est une technique traditionnelle qui a été améliorée pour produire des matériaux composites à matrice métallique de haute qualité.

L'infiltration, quant à elle, permet d'obtenir des composites de haute densité et de haute performance.

La métallurgie des poudres est une technique qui offre une grande flexibilité en termes de forme et de taille des pièces, tandis que le frittage permet d'obtenir des composites de haute densité et de grande résistance.

En somme, les techniques d'élaboration telles que la fonderie, l'infiltration, la métallurgie des poudres et le frittage jouent un rôle important dans la production de matériaux composites à de haute qualité. Il est donc essentiel de continuer à investir dans la recherche et le développement de ces techniques pour répondre aux défis industriels actuels et futurs et développer des matériaux de haute performance répondant aux exigences de chaque application.

## **Chapitre II:**

### **Bibliographie sur l'aluminium, les Matériaux, kaolinite 2D**

## **II.1. Introduction :**

L'aluminium est un métal léger et malléable qui est largement utilisé dans de nombreuses industries, notamment l'aérospatiale, l'automobile et la construction en raison de ses propriétés physiques et chimiques uniques.

Récemment, une attention particulière a été accordée à la kaolinite 2D un matériau à base d'argile qui présente des propriétés intéressantes telles que la stabilité thermique élevée et la capacité à adsorber des molécules organiques.

L'utilisation de la kaolinite 2D en combinaison avec l'aluminium peut potentiellement améliorer les propriétés de ce dernier, offrant ainsi des perspectives intéressantes pour l'industrie.

## **II.2. L'aluminium**

### **II.2.1. Historique :**

La première apparition de l'aluminium était en 1854 lors d'une présentation à l'académie des sciences par le chimiste français Sainte-Claire Deville, sous la forme d'un lingot. Cette pièce avait été obtenue par voie chimique. En 1886 il y'a eu l'invention du procédé d'électrolyse l'aluminium par Paul Héroult (France) et Charles Martin Hall (USA).

Depuis, l'aluminium a connu un développement très important grâce notamment à son utilisation dans les industries ayant attrait au transport : aviation, automobile, marine. Il est aussi employé dans l'emballage, le bâtiment, l'électricité, la mécanique... [20].



## II.2.2. Propriétés physico-chimiques de l'aluminium :

Propriété	Valeur	Unité	Remarque
Numéro atomique	13		
Masse volumique $\rho$	2698	Kg.m <sup>-3</sup>	Pureté comprise entre 99.65% et 99.99%
Température de fusion	660.45	°C	Sous 10 <sup>5</sup> Pa
Température d'ébullition	2467	°C	Sous 10 <sup>5</sup> Pa
Capacité thermique massique <b>C<sub>p</sub></b>	897	J. Kg <sup>-1</sup> .k <sup>-1</sup>	à 25°C
Conductivité thermique $\lambda$	237	W.m-1.k-1	à 27°C
Coefficient de dilatation linéique $\alpha$	23.1	10-6.K-1	à 25°C
Résistivité électrique $\rho$	26.548	10 <sup>-9</sup> Ω .m	à 25°C
Module de Young <b>E</b>	69	G Pa	
Coefficient de poisson $\nu$	0.33		

**Tableau 2 :** propriétés de l'aluminium

### **II.2.3. Les alliages d'aluminium :**

Il existe une grande variété d'alliages d'aluminium qui se regroupent en 8 familles. Chaque famille possède des propriétés, des compositions et des usages différents pour l'alliage.

Les alliages au sein d'une même famille ont des propriétés similaires, notamment en ce qui concerne leur résistance à la corrosion.

Il est difficile de changer d'alliage entre différentes familles pour une même application en raison de cette résistance à la corrosion.

Cependant, il est possible de personnaliser chaque alliage pour une utilisation particulière en ajoutant différents métaux pour renforcer les propriétés de l'aluminium. Il est important de contrôler la quantité d'impuretés, car une teneur trop élevée peut avoir un effet négatif sur les propriétés de l'alliage.

Le traitement thermique est un autre paramètre qui peut modifier les propriétés d'un alliage, à l'exception des dommages. [21]

Il existe deux grands types d'alliage d'aluminium :

#### **II.2.3.1. Les alliages de moulage :**

Les alliages d'aluminium destinés à la fonderie sont des mélanges d'aluminium qui sont modifiés à travers diverses techniques de production. On peut distinguer deux grandes catégories d'alliages dans cette famille.

D'une part, les alliages de première fusion qui sont fabriqués à partir d'aluminium primaire et, d'autre part, les alliages de seconde fusion qui sont obtenus par la fusion de déchets d'aluminium recyclé. [22]

#### **II.2.3.2. Les alliages de corroyage**

La famille des alliages d'aluminium de corroyage peut être découpée en deux familles distinctes autant au niveau des propriétés que de la fabrication :

- Les alliages à durcissement structural.
- Les alliages à durcissement par écrouissage

Série Désignation	Élément d'alliage principal	Exemple
Série 1000 1XXX	99%d'aluminium au minimum	1050, 1080, 1200
Série 2000 2XXX	Cuivre (Cu)	2007, 2017, 2030.2024
Série 3000 3XXX	Manganèse (Mn)	3003, 3005, 3105
Série 4000 4XXX	Silicium (Si)	4047, 4015 ,4925
Série 5000 5XXX	Magnésium (Mg)	5083, 5086, 5754
Série 6000 6XXX	Magnésium (Mg) et Silicium (Si)	6060, 6061, 6086
Série 7000 7XXX	Zinc (Zn)	7075, 7049,7020
Série 8000 8XXX	Lithium (Li) et autre	8011, 8019

**Tableau 3:** désignations des séries principales des alliages d'aluminium

Une solution solide faiblement alliée et des phases intermétalliques telles que la phase  $\beta$  de  $Mg_2Si$  sont formées par tous ces alliages à l'état d'équilibre. Il y a deux grandes catégories d'alliages d'aluminium qui subissent une déformation plastique. [23]

### **II.2.3.2.a. Les alliages à durcissement structurales :**

Les caractéristiques mécaniques maximales de ces alliages sont obtenues par un traitement en trois étapes : chauffage, refroidissement et maintien.

Le durcissement structural obtenu par un processus comporte

- **La mise en solution :** solubiliser les éléments durcissement précipités.
- **La trempe :** c'est à dire un refroidissement rapide interdisant toute diffusion afin d'amener cette solution solide dans un état sursaturé métastable.
- **Vieillessement :** à une température inférieure à la température d'homogénéisation, afin de faciliter le retour partiel vers les conditions d'équilibre.

Les principales familles d'alliages à durcissement structural sont : 2xxx, 4xxx ,6xxx, 7xxx. [24]

### **Série 2XXX : (Al-Cu et Al-Cu-Mg)**

La série 2XXX est composée d'alliages d'aluminium contenant du cuivre (Al-Cu) et du cuivre ainsi que du magnésium (Al-Cu-Mg).

Le durcissement de ces alliages est principalement dû à la précipitation de formes transitoires des composés d'équilibre  $\text{CuAl}_2$  et  $\text{CuMgAl}_2$ .

Ces alliages ont d'excellentes propriétés mécaniques, bien que ces propriétés diminuent pour les zones adjacentes aux cordons de soudure. En ajoutant du fer et du nickel, on peut obtenir une précipitation d' $\text{Al}_9\text{FeNi}$ , qui confère une bonne tenue mécanique à des températures allant jusqu'à  $230^\circ\text{C}$ .

Ces alliages sont utilisés dans la fabrication des moteurs à turbine et des structures d'avions supersoniques. Cependant, ces alliages ont une résistance médiocre à la corrosion à l'état trempé et vieilli. Il est donc important de prendre des mesures de protection contre la corrosion pour garantir une durée de vie prolongée des pièces fabriquées à partir de ces alliages.

### **Série 6XXX : (Al-Mg-Si)**

Normalement on a un rapport massique  $\text{Mg/Si}=1.73$ , si on a un excès de silicium on augmente les propriétés mécaniques, mais on diminue la résistance à la corrosion.

- En rajoutant Mn + Cr on augmente la résistance mécanique, la ténacité,
- Et on affine la taille des grains
- En rajoutant Cu (< 0.5%) on monte les propriétés mécaniques
- Excellente aptitude à la mise en forme à chaud
- Bonne soudabilité
- Excellente résistance à la corrosion

### **7XXX : (Al-Zn)**

- Propriétés mécaniques les plus élevées (après traitement thermique)
- Cu (<2%) durcit les alliages, descendre la trempabilité, soudabilité et ténacité.
- Cr (<0.3%) : on augmente leur résistance à la corrosion sous tension.

- Grand intervalle de températures de mise en solution
- Faible résistance à chaud.

### **II.2.3.2.b. Les alliages à durcissement par écrouissage**

Différent mécanisme de durcissement intervient dans ces alliages (1xxx, 3xxx, 5xxx) pour moduler les propriétés mécaniques tels que :

#### **Le durcissement par écrouissage**

Le durcissement par écrouissage est une technique de renforcement des métaux qui consiste à déformer plastiquement le matériau, créant ainsi des dislocations dans sa structure cristalline, ce qui le rend plus dur et plus résistant. [25]

#### **Le durcissement par addition en solution**

La présence dans le réseau cristallin de l'aluminium d'addition en substitution ou en insertion constitue un obstacle à la déformation et confère à l'alliage des propriétés de résistance mécanique. On peut superposer à ce durcissement un écrouissage. [26]

#### **Le durcissement par l'effet de phase dispersée :**

Lorsque les teneurs des éléments d'addition dépassent leur limite de solubilité, les éléments d'addition se séparent de la matrice riche en aluminium pour former une seconde phase dont l'effet durcissant est d'autant plus marqué lorsque les particules sont plus dispersées dans la matrice et que leur taille est petite. [27]

#### **Série 1000 : (99% Al au moins)**

- Propriétés faibles à l'état recuit ECROUISSAGE
- Mise en forme par déformation plastique à froid.

- Excellente tenue en atmosphère humide et marine
- Grande conductibilité électrique et thermique.
- Excellente tenue aux très basses températures.

### **Série 3000 : (Al-Mn)**

- Très facile à déformer.
- Bonne résistance à la corrosion.
- Facilement soudable
- Remplacent l'aluminium non allié de la série 1000 quand on veut des meilleures propriétés mécaniques.

### **Série 5000 : (Al-Mg)**

Un séjour prolongé à la température ambiante ou à une température un peu plus élevée provoque une précipitation de  $Mg_2Al_3$  aux joints de grains, ce qui a des conséquences néfastes sur la résistance à la corrosion. Pour pallier cette tendance, on soumet les alliages à un écrouissage suivi d'un recuit de stabilisation

- Grande aptitude aux transformations à chaude et à froid.
- Excellente soudabilité.
- Très bonne résistance à la corrosion (on peut le monter encore plus par anodisation)

Grande qualité de leurs états de surface après polissage et anodisation

## **II.3. Les matériaux bidimensionnels**

Un matériau bidimensionnel, parfois appelé matériau monocouche ou matériau 2D, est un matériau constitué d'une seule couche d'atomes ou de molécules.

Depuis l'isolement du graphène (une seule couche de graphite) en 2004 [28], beaucoup de recherches ont été réalisées pour isoler d'autres matériaux bidimensionnels (comme la kaolinite.

Le nitrure de bore (BN) hexagonal, les hydroxydes [29-30] en raison de leurs caractéristiques inhabituelles et pour une potentielle utilisation dans des applications telles que le photovoltaïque, les semi-conducteurs et la purification de l'eau [31].

### **II.3.1. Structure des matériaux 2D**

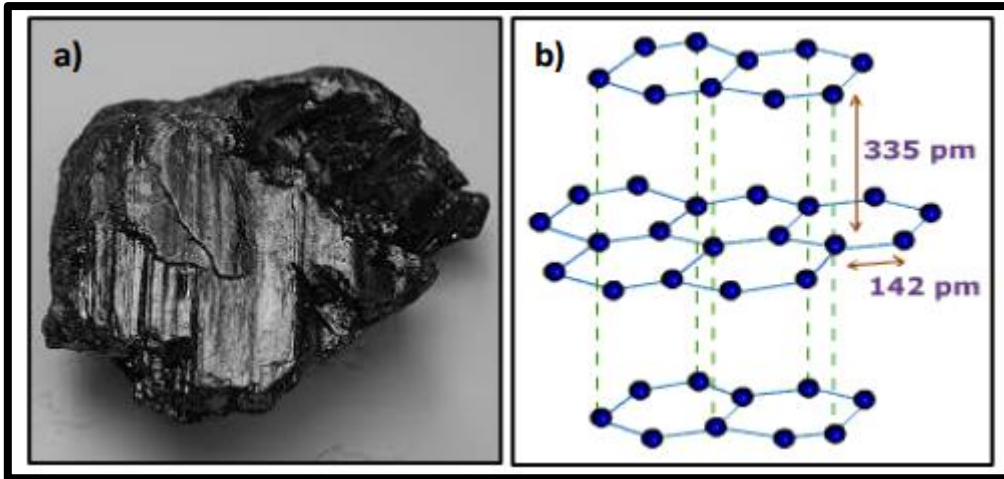
La structure générale des matériaux bidimensionnels fait référence à la manière dont les atomes ou les molécules sont arrangés dans un plan bidimensionnel.

Contrairement aux matériaux tridimensionnels, qui ont une structure en trois dimensions, les matériaux bidimensionnels sont constitués de couches planes qui s'étendent dans le plan xy. Les matériaux bidimensionnels peuvent être classés en différentes catégories en fonction de leur structure. Voici quelques exemples de structures couramment rencontrées [32]. :

- **Structure en réseau** : Certains matériaux bidimensionnels ont une structure en réseau périodique, dans laquelle les atomes sont reliés les uns aux autres par des liaisons chimiques. Un exemple est le disulfure de molybdène ( $\text{MoS}_2$ ), qui est constitué d'une alternance de couches de molybdène et de soufre.
- **Structure en monocouche** : Certains matériaux bidimensionnels sont constitués d'une seule couche atomique. Un exemple est le phosphore noir, qui forme une couche plane de phosphore.
- **Structures mixtes** : Certains matériaux bidimensionnels peuvent présenter une combinaison de différentes structures. Par exemple, le nitrure de bore hexagonal (h-BN) est composé de couches alternées de bore et d'azote, qui adoptent une structure semblable au graphène.

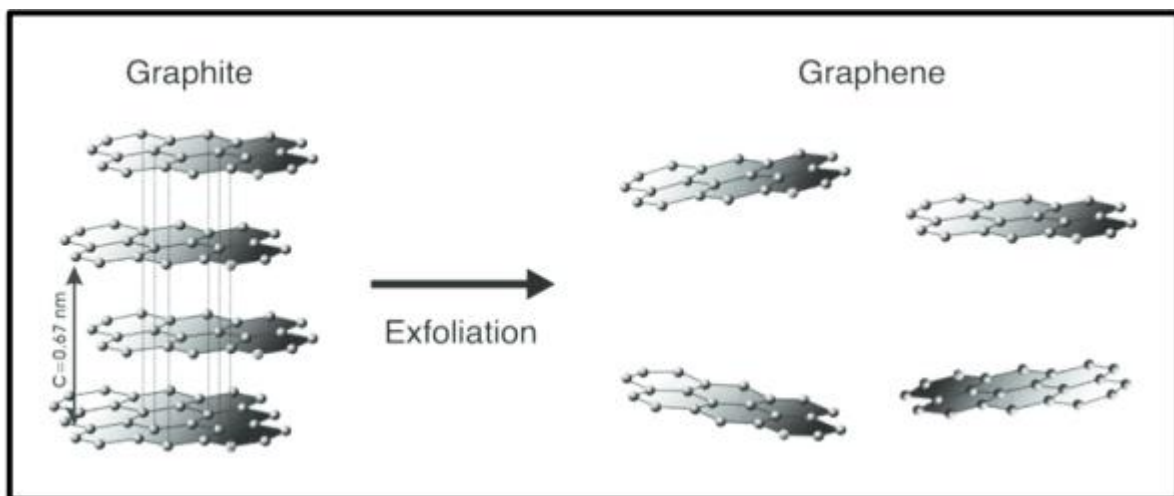
Il est important de noter que la structure des matériaux bidimensionnels peut avoir un impact significatif sur leurs propriétés physiques et chimiques. Par exemple, le graphène, en raison de sa

structure en feuille et de sa conductivité électronique élevée, présente des propriétés remarquables en termes de conductivité électrique et thermique.



**Figure II.1:** Structure du graphène

Une seule couche d'atomes de carbone disposés dans une telle structure en nid d'abeille forme une seule feuille de graphène (Figure 2.1). 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). [33]



**Figure II.2 :** Exfoliation de graphène à partir du graphite



### **II.3.2. Propriétés des matériaux 2D**

Voici quelques-unes des propriétés des matériaux 2D les plus couramment étudiées :

- **Épaisseur atomique** : Les matériaux 2D ont une épaisseur extrêmement mince, généralement de quelques atomes ou molécules. Cette épaisseur atomique leur confère des propriétés particulières et les distingue des matériaux tridimensionnels.
- **Rigidité mécanique** : Les matériaux 2D peuvent présenter une rigidité mécanique élevée, même avec une épaisseur atomique. Cela est dû à leur structure cristalline et à la limitation de mouvement des atomes ou des molécules dans les plans 2D.
- **Conductivité électrique** : Certains matériaux 2D, tels que le graphène, sont connus pour leur excellente conductivité électrique. Ils peuvent transporter des charges électriques avec une très faible résistance, ce qui les rend prometteurs pour les applications en électronique et en nanotechnologie.
- **Transparence** : Certains matériaux 2D, comme le nitrure de bore, sont transparents à la lumière visible. Cela les rend utiles dans les applications optiques, notamment comme revêtements anti-reflets ou dans les cellules solaires.
- **Propriétés optiques** : Les matériaux 2D peuvent présenter des propriétés optiques uniques en raison de leur confinement dans le plan 2D. Ils peuvent interagir avec la lumière de différentes manières, tels que l'absorption, la réflexion ou la diffusion, en fonction de leur composition et de leur structure.
- **Propriétés magnétiques** : Certains matériaux 2D, comme les matériaux à base de dichalcogénures de métaux de transition, peuvent exhiber des propriétés magnétiques intéressantes. Ils peuvent présenter une réponse magnétique forte dans le plan 2D, ce qui les rend utiles pour les applications en spintronique.
- **Propriétés thermiques** : Les matériaux 2D peuvent avoir des propriétés thermiques uniques. Par exemple, le graphène possède une conductivité thermique très élevée, ce qui en fait un excellent conducteur de chaleur, tandis que d'autres matériaux 2D peuvent avoir des propriétés de conduction thermique plus faibles.

Ces propriétés des matériaux 2D ont suscité un grand intérêt dans la recherche scientifique et ont des implications importantes dans de nombreux domaines, tels que l'électronique, l'optique, la catalyse, l'énergie et bien d'autres encore. [34]

## II.3.3 La kaolinite 2D

### II.3.3.1. Introduction :

La kaolinite est une argile alumino-silicate composée de feuillets empilés, formant une structure en couches.

L'exfoliation de la kaolinite permet d'obtenir des couches monocouches de kaolinite 2D, qui présentent des propriétés uniques et intéressantes.

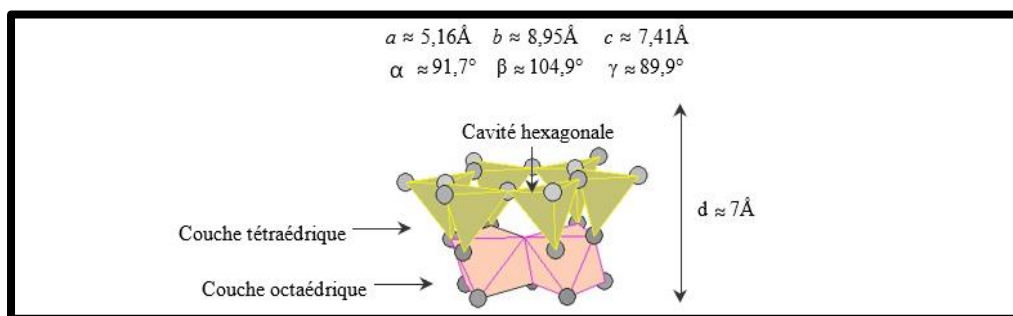
### II.3.3.2 La structure de la kaolinite

Chaque feuillet de kaolinite est constitué d'une couche octaédrique d'alumine (Al) liée à deux couches tétraédriques de silice (Si).

Les couches octaédriques sont formées par des octaèdres d'alumine, où chaque atome d'aluminium est entouré de six atomes d'oxygène (O).

Les couches tétraédriques sont formées par des tétraèdres de silice, où chaque atome de silicium (Si) est entouré de quatre atomes d'oxygène (O).

Les feuillets de kaolinite sont liés par des forces de Van der Waals et des liaisons hydrogène entre les couches, créant ainsi une structure en couches empilées. [35]



**FigureII.3 :** Représentation schématique d'un feuillet de kaolinite

### II.3.3.3 Propriétés physiques de la kaolinite

- Couleur : Blanc à crème, parfois rose ou jaune pâle.
- Lustre : Terne à mat.
- Transparence : Opacité.

- Densité : 2,6-2,7 g/cm<sup>3</sup>.
- Solubilité : Insoluble dans l'eau. [36]

#### **II.3.3.4 Propriétés mécaniques :**

- Dureté : 2-2,5 sur l'échelle de Mohs.
- Ténacité : Fragile.
- Résistance à la compression : Faible. [37]

#### **II.3.3.5 Propriétés chimiques :**

- Réactivité : Non réactif à la plupart des acides, sauf l'acide sulfurique concentré et l'acide chlorhydrique.
- Stabilité : Stable à température ambiante.
- Réactivité à la chaleur : Décomposition à partir de 500 °C. [38]

#### **II.3.3.6 Propriétés élastiques**

- Le module d'élasticité longitudinal (ou module d'Young) de la kaolinite varie de 10 à 60 GPa, selon les conditions de mesure et la qualité de l'échantillon.

Ce module mesure la capacité de la kaolinite à résister à une déformation longitudinale, c'est-à-dire une déformation dans la direction de l'application de la force.

- Le module d'élasticité transversal (ou module de cisaillement) de la kaolinite est plus faible, de l'ordre de 5 à 15 GPa.

Ce module mesure la capacité de la kaolinite à résister à une déformation transversale, c'est-à-dire une déformation dans une direction perpendiculaire à l'application de la force.

- Le coefficient de Poisson de la kaolinite est d'environ 0,2 à 0,3, ce qui signifie que lorsqu'une contrainte est appliquée dans une direction, le matériau se contracte dans les directions perpendiculaires à cette direction. [39]

### **II.3.4. Les techniques d'exfoliation de la kaolinite**

L'exfoliation de la kaolinite est le processus de séparation des couches de cette argile en feuilles plus fines. Cela peut être réalisé en utilisant différentes techniques.

Voici quelques-unes des techniques couramment utilisées pour l'exfoliation de la kaolinite

#### **II.3.4.1. Les techniques mécaniques**

Voici quelques-unes des techniques mécaniques couramment utilisées pour l'exfoliation de la kaolinite :

**Broyage** : La première étape de l'exfoliation mécanique consiste à broyer la kaolinite afin de réduire sa taille. Cela peut être réalisé à l'aide de différents types de broyeurs, tels que des broyeurs à boulets, des broyeurs à jet d'air ou des broyeurs à impact. Le broyage permet de réduire la taille des particules de kaolinite et d'augmenter la surface spécifique, ce qui facilite l'exfoliation ultérieure. [40]

**Ultrasonication** : Une fois que la kaolinite a été broyée, elle est souvent soumise à des traitements d'ultrasonication. L'ultrasonication utilise des ondes sonores à haute fréquence pour agiter les particules de kaolinite dans une solution liquide. Cela génère des forces mécaniques intenses qui aident à séparer les feuillets de kaolinite. L'ultrasonication est généralement réalisée pendant une période de temps déterminée à une puissance spécifique pour optimiser l'exfoliation. [41]

**Mélange et cisaillement** : Une autre méthode couramment utilisée pour exfolier mécaniquement la kaolinite est le mélange et le cisaillement.

Dans cette technique, la kaolinite est mélangée avec un agent de dispersion, tel qu'un liquide organique ou un tensioactif, pour faciliter la séparation des feuillets. Ensuite, le mélange est soumis à des forces de cisaillement élevées, par exemple en utilisant un mélangeur à haute vitesse ou un homogénéiseur à haute pression. Ces forces de cisaillement aident à séparer les feuillets de kaolinite en les dispersant dans le liquide. [42]

**Filtration et lavage** : Une fois que l'exfoliation mécanique a été réalisée, les feuillets de kaolinite exfoliés doivent être séparés du liquide et des particules non exfoliées. Cela peut être fait en filtrant la suspension à l'aide d'une membrane ou d'un filtre à vide. Ensuite, les feuillets de kaolinite sont généralement lavés pour éliminer les impuretés résiduelles et les agents de dispersion. Le lavage peut être effectué en utilisant de l'eau ou d'autres solvants appropriés. [43]

### **II.3.4.2. Les techniques chimiques**

#### **Intercalation chimique :**

L'intercalation chimique est une technique qui consiste à insérer des molécules ou des ions entre les feuillets de kaolinite pour les séparer. Des réactifs chimiques tels que les sels d'ammonium quaternaire (par exemple, le chlorure de tétraoctylammonium) ou les solutions de lithium sont couramment utilisés pour intercaler les feuillets de kaolinite.

Les molécules ou les ions intercalants pénètrent entre les feuillets de kaolinite en raison de forces électrostatiques ou d'interactions chimiques spécifiques. Ensuite, la kaolinite intercalée est généralement chauffée pour éliminer les molécules intercalantes et obtenir des feuillets de kaolinite exfoliés [44].

**Traitement acide :** Le traitement acide est une méthode couramment utilisée pour exfolier la kaolinite en utilisant des acides forts tels que l'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ) ou l'acide chlorhydrique (HCl). Ou l'acide diméthylsulfoxyde (DMSO)

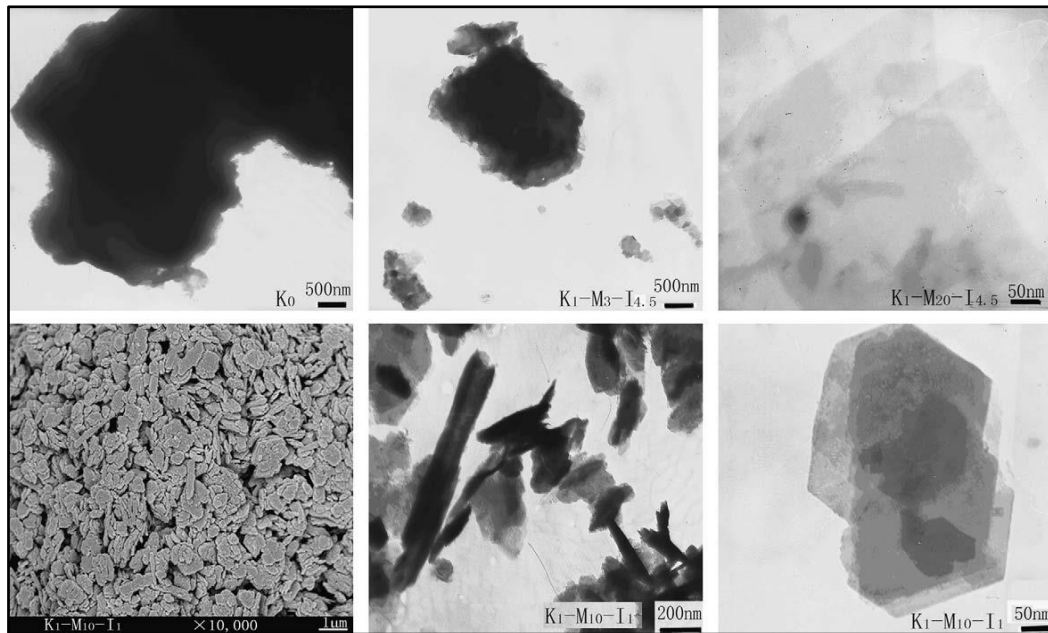
L'acide attaque les liaisons chimiques dans la structure de la kaolinite, provoquant la rupture des feuillets et leur séparation.

Le temps de traitement et la concentration de l'acide peuvent être ajustés pour contrôler le degré d'exfoliation. Après le traitement acide, les feuillets de kaolinite exfoliés sont généralement récupérés par filtration et lavage. [45]

**Oxydation chimique :** L'oxydation chimique est une technique qui utilise des agents oxydants pour exfolier la kaolinite. L'acide permanganique ( $HMnO_4$ ) et l'acide nitrique ( $HNO_3$ ) sont souvent utilisés comme agents oxydants.

Ces agents réagissent avec les constituants de la kaolinite, provoquant des ruptures et une exfoliation des feuillets.

La température, le temps de réaction et la concentration de l'agent oxydant peuvent être ajustés [46]



**Figure II.4 :** Images de la morphologie de différents échantillons de kaolinite 2D

## **II.4. Conclusion**

Le composite d'aluminium avec la kaolinite 2D représente une combinaison prometteuse de matériaux, offrant des avantages synergiques pour diverses applications.

Grâce à la collaboration entre les scientifiques, les ingénieurs et les industries, nous pouvons continuer à exploiter le potentiel de ce composite innovant, favoriser l'innovation technologique et contribuer à la création d'un avenir durable et performant.

# **CHAPITRE III :**

## **Partie expérimentale**

### **III.1. Introduction**

Selon l'objectif- de cette étude, nous avons tous d'abord, préparer la kaolinite bidimensionnelle par la méthode DMSO ensuite choisir les poudres et les pesés, on mélange nos poudres que nous avons examiné avec un agitateur magnétique afin d'assurer l'homogénéisation de ces dernières, après on met le mélange dans le dispositif pour faire le compactage.

Le mélange des poudres compactés est placé dans le dispositif de compactage puis pasteller avec du sel avant le procédé de frittage en utilisant la méthode de Sel fondu

L'objectif de notre travail est d'élaborer un matériau composite Al/K<sub>1</sub>M<sub>10</sub>I<sub>2</sub> au niveau de laboratoire LERTI Université de Blida1.

Nous allons voir aussi les microstructures, étude de la micro dureté, étude tribologique.

### **III.2. Préparation de la kaolinite bidimensionnelle exfoliée**

Afin d'avoir la kaolinite bidimensionnelle exfoliée désirée on a choisi la méthode DMSO (dimethyl<sup>°°</sup> sulfoxide) au niveau de laboratoire études et recherche en technologie industrielle (LERTI).

100 g de kaolinite brute ont été agités dans 1000 ml d'acide chlorhydrique 5,0 mol/l à 80°c : après agitation pendant 8 h, le mélange a été filtré et lavé avec l'eau distillée à plusieurs reprises jusqu'à ce que la valeur du pH de la liqueur mère soit de 7

Ensuite, la kaolinite purifiée a été séchée à 100°c pendant 5 h, étiquetée comme K<sub>0</sub>.

Le mélange de K<sub>0</sub> (100 g) et de DMSO (200 ml) a été soumis à un traitement mécanique dans un broyeur planétaire. Ce dernier a été nommé K<sub>1</sub>

Un mélange de 150 g (K<sub>1</sub>) a été broyé pendant 10 h (M<sub>10</sub>) à une vitesse de rotation de 100 tr/min, suivi d'un traitement thermique à 120°c pendant 2 h (I<sub>2</sub>).

L'échantillon a été filtré et lavé à l'éthanol 5 fois pour éliminer les excès de molécules de DMSO, puis les produits ont été séchés élever à 50° C pendant 48 h.

### **III.3 Élaboration des composites Al/ K<sub>1</sub>M<sub>10</sub>I<sub>2</sub>**

#### **III.3.1 Pesée :**

Pour la préparation des on a utilisé une balance de de précision (10<sup>-4</sup>) de type (ADAM) (figureIII.1. a)

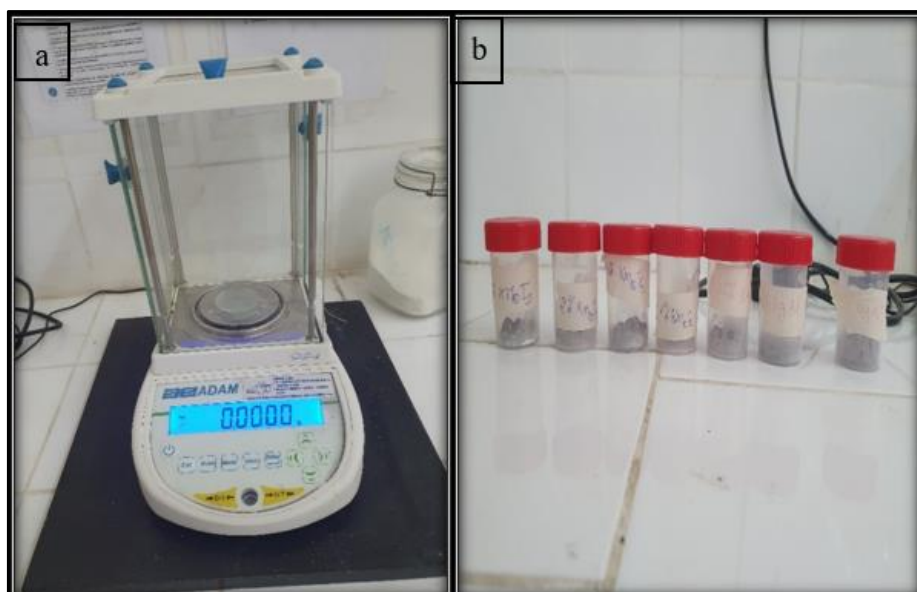


Le tableau 4 représente les différents mélanges préparés :

Nominations	Al		KM <sub>10</sub> I <sub>2</sub>	
	Pourcentage (%)	Masse (g)	Pourcentage (%)	Masse (g)
Al	100	4	0	0
0.5% K <sub>1</sub> M <sub>10</sub> I <sub>2</sub>	99.5	3.98	0.5	0.02
1%K <sub>1</sub> M <sub>10</sub> I <sub>2</sub>	99	3.96	1	0.04
2%K <sub>1</sub> M <sub>10</sub> I <sub>2</sub>	98	3.92	2	0.08

**Tableau 4:** Les valeurs des échantillons

Les différents mélanges de poudres sont illustrés dans la figure (III.1.b)

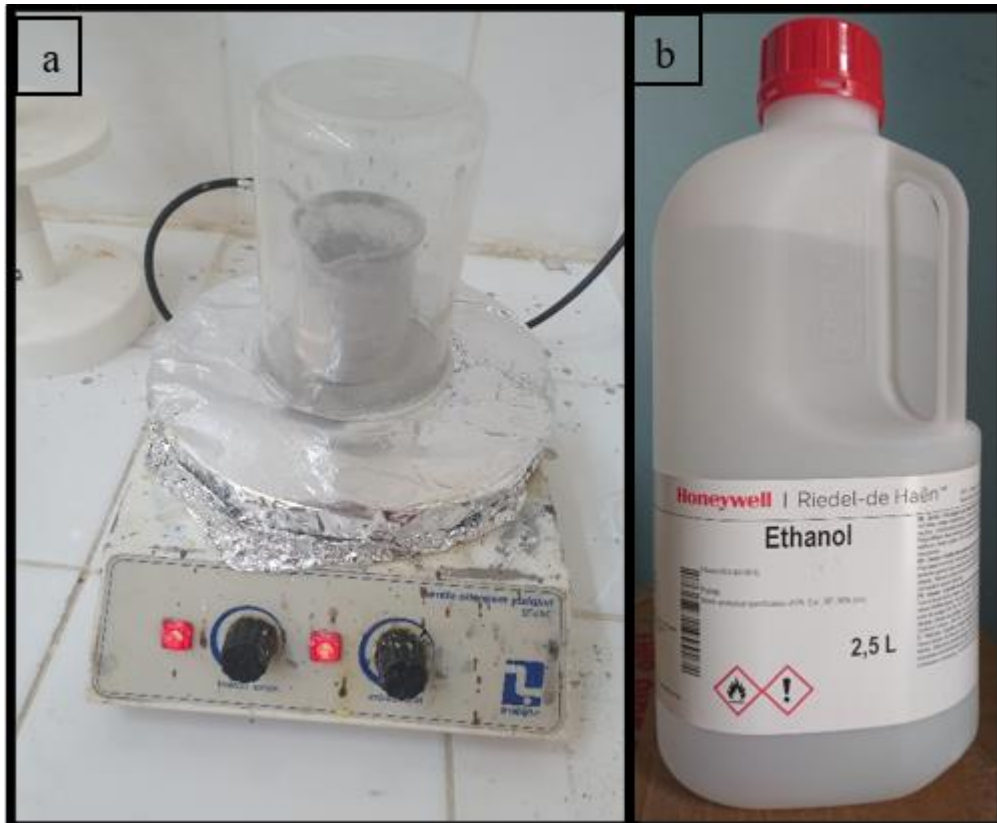


**Figure III.1 :** a : balance de précision ( $10^{-4}$ ) (ADAM) , b : mélanges de poudres pesés

### III.3.2 Homogénéisation :

Pour assurer une bonne distribution de renfort  $K_1M_{10}I_2$  dans la matrice d'aluminium on a fait appel à la technique d'homogénéisation par la voie chimique.

Les poudres ont été mise dans un bécher, cette composition a été mélanger à l'aide d'un agitateur magnétique pendant 20 minutes (figure III.2.a) à  $80^\circ\text{C}$  pour volatiliser l'éthanol ajouté (figure III.2.b)



**Figure III.2:** a : Agitateur magnétique, b : Ethanol

### III.3.3 Compactage de la poudre

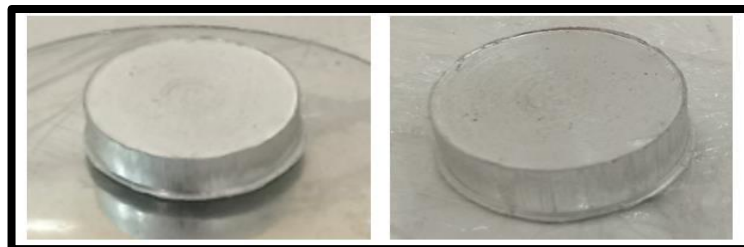
Après l'homogénéisation de nos poudres on a mis chaque mélange dans un dispositif de compactage (20mm) (figureIII.3.a) avant de faire le compactage uni-axiale à froid, en utilisant une presse hydraulique de type **SPECAC PRESS** (figureIII.3.b), et en appliquant une pression de 10 Tonnes pendant 5 minutes.

Cette opération a été faite au sein de laboratoire (LERTI) (université de Blida 1).



**Figure III. 3:** a : Dispositif de compactage, b : SPECAC PRESS 25 TON

Après notre compactage on aura des pastilles comme les montre la figure suivante



**Figure III.4** Pastilles obtenues après le compactage

### III.3.4. La méthode des sels fondus

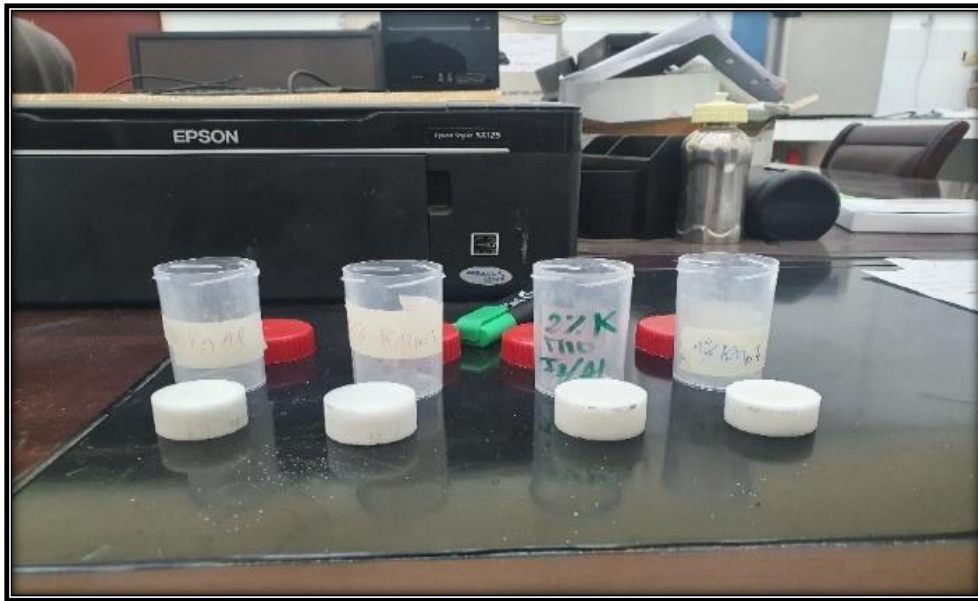
La méthode des sels fondus est une approche utilisée dans différents domaines de la science et de l'industrie, qui consiste à utiliser des sels à haute température comme milieu réactionnel ou solvant. Les sels fondus, qui ont un point de fusion relativement bas, sont liquides à des températures accessibles. Leur conductivité électrique élevée et leur capacité à dissoudre une large gamme de substances en font un milieu réactionnel favorable pour de nombreuses réactions chimiques à haute température. De plus, les sels fondus sont couramment utilisés dans la métallurgie pour extraire des métaux à partir de leurs minerais, car ils peuvent dissoudre les oxydes métalliques à des températures élevées. Leur grande conductivité thermique, leur stabilité chimique et leur faible pression de vapeur en font des candidats attrayants pour certaines applications. Cependant, leur manipulation nécessite des précautions spécifiques en raison de leur température élevée et de leur corrosivité potentielle

#### III.3.4.1 Encapsulation des pastilles

Après l'obtention des pastilles on les encapsule par du sel KCL (figure III.5.b) dans un autre dispositif 32 mm (figure III.5.a) par une pression de 5 Tonnes et un temps de maintien de 5 min. Ce dernier protégera notre échantillon lors du frittage.



**Figure III.5** : a : Dispositif d'encapsulation 32 mm, b : Dispositif d'encapsulation 32 mm avec le KCL



**Figure III.6:** Pastilles encapsulés

### **III.3.5. La mise en forme des composites :**

Les capsules ont été immergées dans le sel à l'intérieur d'un creuset en alumine pour assurer une bonne protection contre l'oxydation dans un environnement à haute température. (Figure III.7.a).

Les creusets doivent être complètement remplis de sel (poudre) pour assurer une protection complète après que les sels soient devenus liquides dans le four.

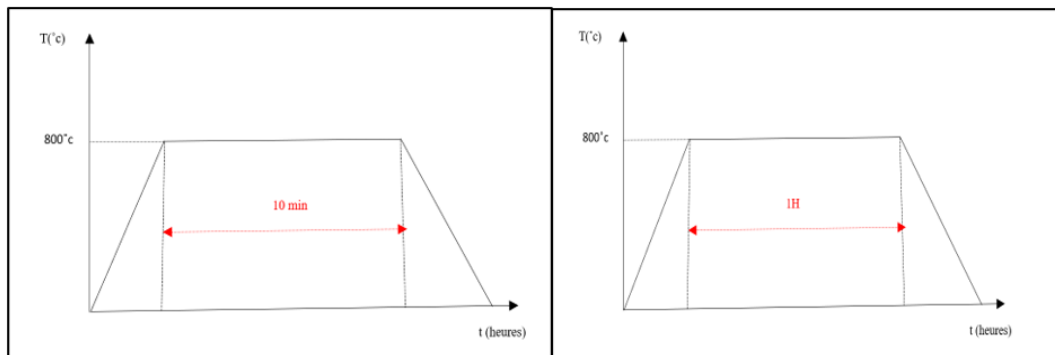
Pour l'élaboration on a utilisé un frittage naturel en utilisant un four a moufle de type Thermolyne 114300 Furnace (figure III.7.b).

Le traitement été a 800°C avec un temps de maintien 10 min et 1H avec une vitesse de chauffage 5°C/ min.



**Figure III.7 :** a : creusets en alumine remplis de sel , b : Four (Thermolyne 114300 Furnace)

La figure ci-dessous montre les cycles thermiques utilisés dans notre étude :



**Figure III.8 :** les cycles thermiques du traitement

### **III.3.6 : Récupération des échantillons :**

Pour récupérer les échantillons après refroidissement dans le four fermé, les creusets seront immergés dans l'eau pour permettre au sel de se dissoudre.



**Figure III.9 :** Sel protecteur fondu

Après la récupération des échantillons la forme de ces derniers sont devenus sphérique et pour les transformer en pastilles ils vont subir à un compactage à l'aide d'une presse hydraulique de type SPECAC PRESS



### III.3.7 le polissage :

Après le frittage, les échantillons vont subir des opérations de polissage avec une polisseuse mécanique au niveau de laboratoire pédagogique de Science des Matériaux SDM (département de génie mécanique université de blida 01)

Pour l'obtention d'un très bon état de surface, les échantillons doivent être rectifiés en utilisant des différents papiers abrasifs de granulométrie croissante (de 220 à 4000) ces derniers ont été utilisés sur une polisseuse rotative avec lubrification à l'eau comme illustré dans la figure (III.10).

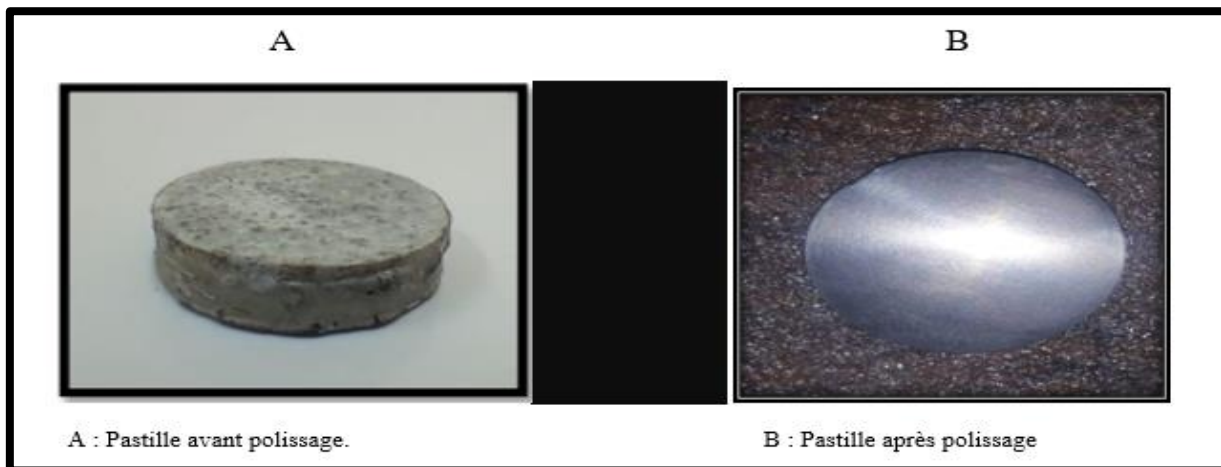


**Figure III.10 :** Polisseuse mécanique

Le polissage de finition a été réalisé manuellement avec une solution diamantée de  $3\mu\text{m}$  et  $1\mu\text{m}$  et  $0.25\mu\text{m}$  (figure III.11). Sur une peau de chamois afin d'avoir une surface nette comme un miroir Cette opération a été faite au niveau de laboratoire pédagogique SDM (département de génie mécanique université de blida 01)



**Figure III.11 :** Les solutions diamantées de (0,25, 1 et 3 μm)



**A :** Pastille avant polissage.

**B :** Pastille après polissage

**Figure III.12 :** Pastille avant et après le polissage



### III.4. Les tests

#### III.4.1 La dureté :

Les tests de dureté ont été réalisés au niveau de LERTI à l'aide d'un duromètre de type Vickers (INOVATEST FALCON 9100), on a effectué les mesures de dureté sur les différents échantillons, avec une charge de 5 Kgf et un temps de maintien de 10 secondes.

L'appareil est équipé avec un système qui donne la mesure automatique des deux diagonales de l'empreinte.

On a pris la moyenne de 3 indentations pour chaque échantillon pour toucher toutes les régions de chaque échantillon.

La mesure de dureté Vickers est faite avec une pointe pyramidale normalisée en diamant de base carrée. L'empreinte a la forme d'un carré.



**Figure III.13 :** duromètre type Vickers (INOVATEST FALCON 9100)

### **III.4.2 Microscopie optique :**

La microscopie est une technique utilisée pour inspecter les échantillons au niveau microstructurale.

Pour cela on a utilisé un microscope optique de type Nikon Eclipse LV150N équipé d'une caméra connectée à un ordinateur et permettant d'enregistrer la micrographie observée.

La microscopie optique a été faite au niveau (LERTI)



**Figure III.14 :** Microscope optique de type Nikon Eclipse LV150N

### **III.4.3 Analyse par diffraction des rayons X (DRX) :**

La technique d'analyse par diffraction des rayons X est basée sur l'interaction élastique entre un faisceau de photons X monochromatiques et un matériau cristallin. La source de rayons X est constituée d'un tube scellé avec une anticathode en Cuivre. Pour que la diffraction des photons X soit mesurée, l'incidence du faisceau par rapport aux plans atomiques doit avoir lieu sous un angle particulier

Il faut que les ondes réfléchies soient en phases de sorte à interférer de manière constructive pour ensuite être mesurées par le détecteur.

Les conditions nécessaires à interférence constructive sont données par la loi de Bragg :

$$2d\sin \theta = n\lambda$$

Où :

$\lambda$  : la longueur d'onde du rayonnement diffracté

$n$  : indice de diffraction

$d_{hkl}$  : la distance interculaire du plan cristallographique correspondant

$\theta$  : angle qui est mesuré à partir de plan.

Le diffractomètre est contrôlé par un micro-ordinateur contenant un logiciel pour contrôler, stocker et traiter les résultats. Dans notre analyse, nous avons scanné des angles de diffusion  $2\theta$  sélectionnés dans l'intervalle  $10^\circ$ – $85^\circ$  avec un pas de  $0,02^\circ$  et 1s par pas.

La caractérisation par DRX de nos échantillons a été réalisée avec un diffractomètre de marque RIGAKU (figure III.15) au sein du centre d'appui technologique et d'innovation Université Blida 1.

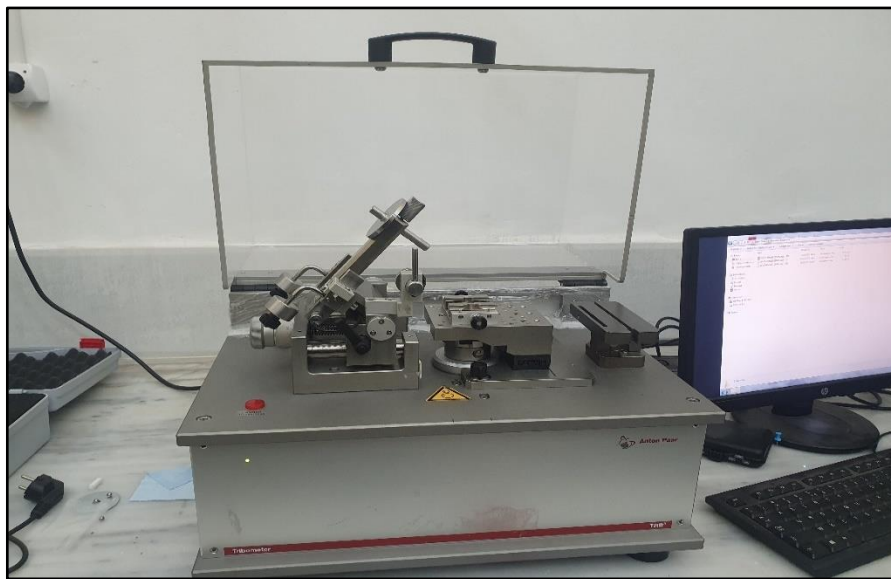


**Figure III.15** : Diffractomètre des Rayons X de type RIGAKU.

#### **III.4.4. Comportement tribologique (Ttribomètre de type bille sur disque) :**

L'essai d'usure a été réalisé à l'aide d'un tribomètre bille sur disque à l'air ambiant au sein de laboratoire études et recherche en technologie industrielle (LERTI) (université de Blida 1) à l'aide d'un tribomètre de type CSM Tribometer, Switzerland, Anton Paar TRB3 (Figure 3.15.a) les caractéristiques de ce test sont les suivants :

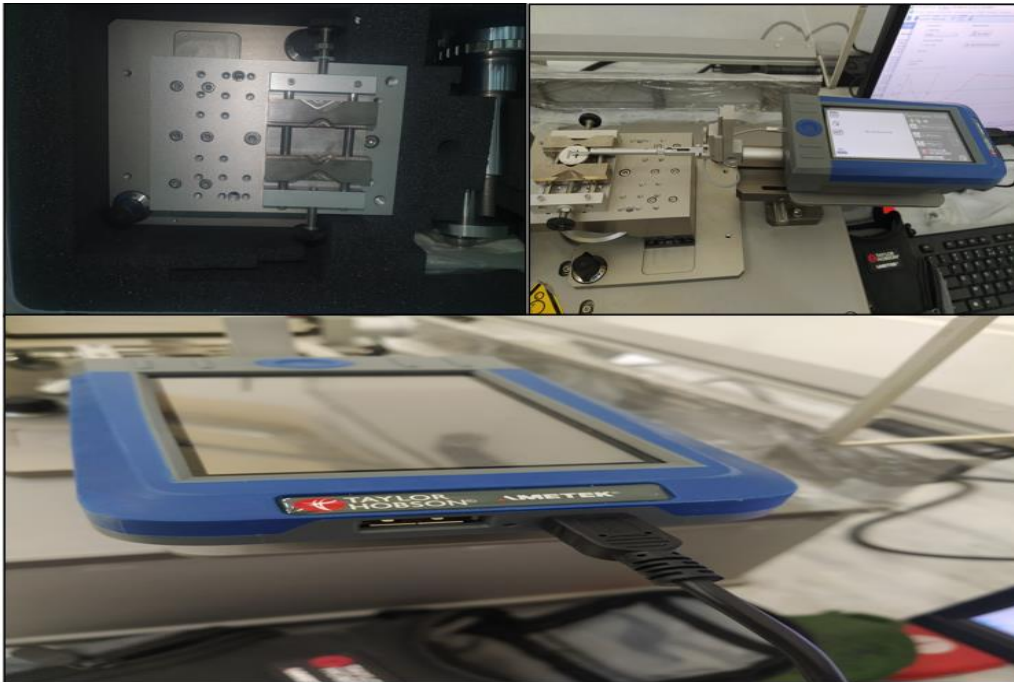
- Le test de réciprocation sur une distance de 4mm.
- Charge appliquée : 1 N.
- la distance parcourue : 100 m
- La bille en acier 100Cr6 (62 HRC)



**Figure III.16:** CSM Tribometer, Switzerland, Anton Paar TRB3

### III.4.5 Profilométrie 2D :

Pour calculer le volume d'usure des échantillons, des mesures supplémentaires doivent être effectuées sur l'échantillon L'analyse a été effectuée à l'aide d'un profilomètre 2D. (Figure III.17) appareil permet une analyse en 2D grâce au logiciel d'analyse.



**Figure III. 17:** profilomètre Taylor Hobson

Le taux d'usure dans le système de contact étudié ( $Al/K_1M_{10}I_2$ ), se rapporte à l'usure combinée des deux corps antagonistes. Le taux d'usure est exprimé par le volume de la matière usée rapporté à la distance de glissement totale parcourue et à la charge appliquée au contact.

Le volume d'usure est calculé en multipliant la surface de la trace d'usure déterminée par le profilomètre 2D par la distance de la trajectoire du test de réciprocation (qui est 4mm dans notre cas).

$$W = V/F.d$$

Où

W : représente le taux d'usure ( $mm^3 /N/m$ )

V : Volume d'usure ( $mm^3$ ),

F : la force normale du contact (N)

d : la distance totale parcourue (m).

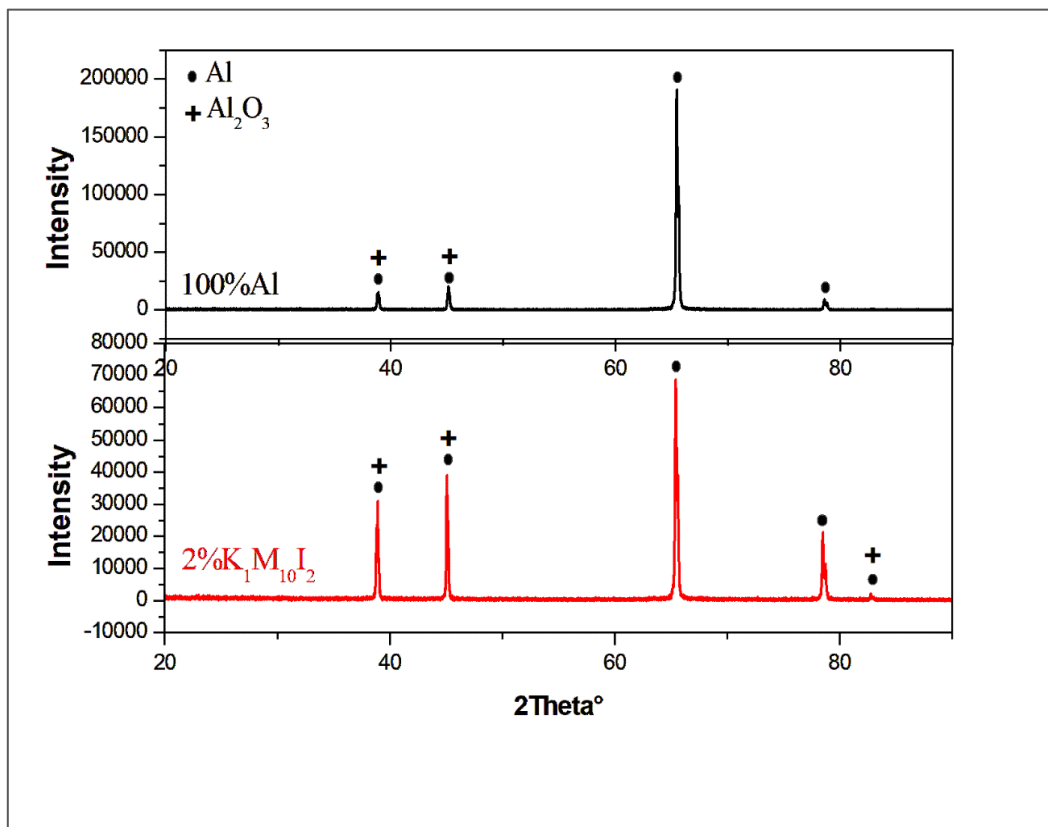
# Chapitre IV : Résultats et discussion

## IV.1 Introduction :

Dans ce chapitre, nous allons présenter et discuter les résultats de la caractérisation microstructurale obtenues, la dureté et la tribologie des échantillons élaborés.

## IV.2. Analyse par diffractions des rayons X (DRX) :

La figure IV.1 représente les diffractogrammes des rayons X de l'aluminium pur et le composite (Al/2%K<sub>1</sub>M<sub>10</sub>I<sub>2</sub>) dans un temps de frittage de 10 minutes



**Figure IV.1 :** Diffractogrammes des rayons X de l'aluminium pur et (Al/2%K<sub>1</sub>M<sub>10</sub>I<sub>2</sub>)

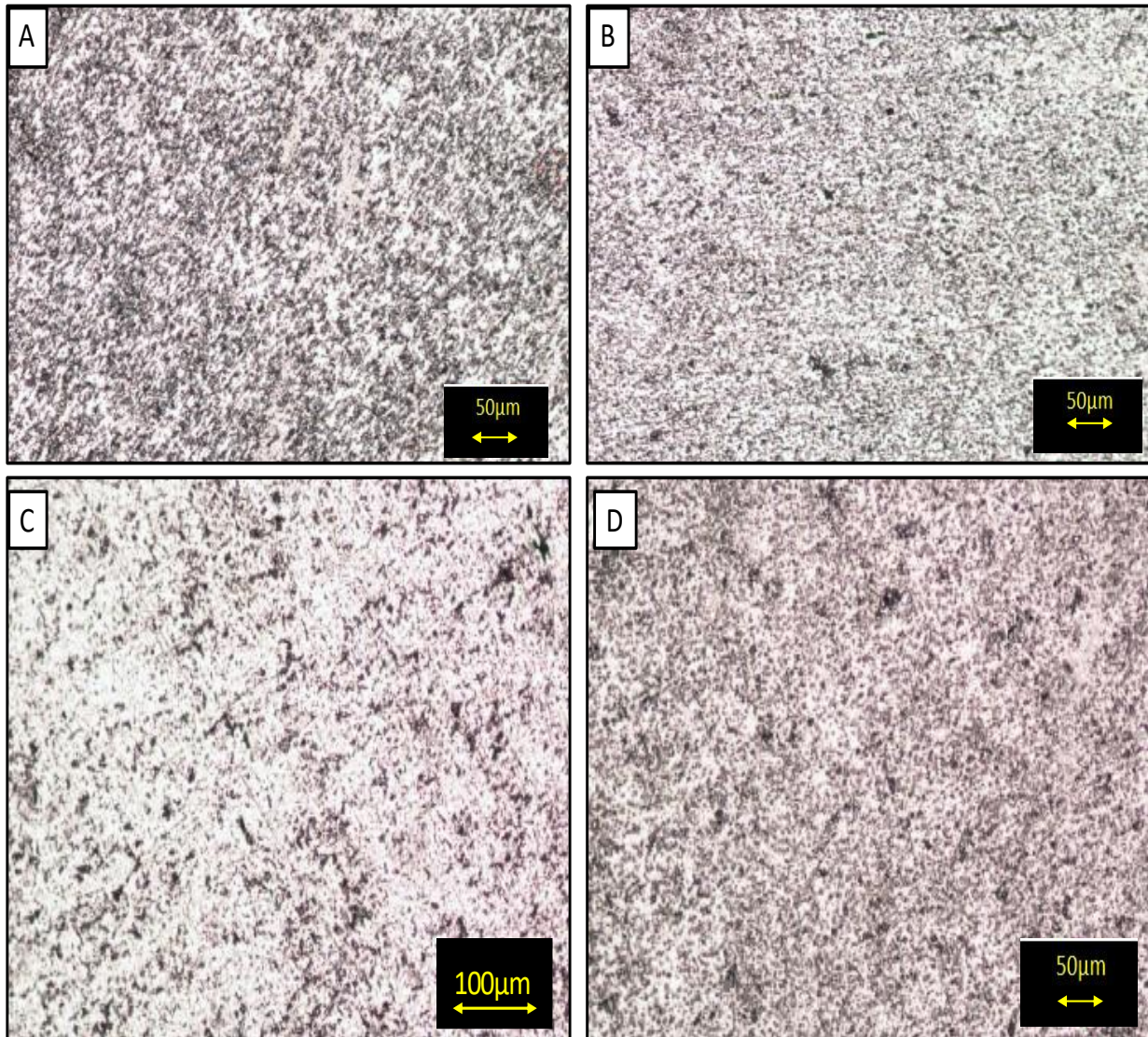
On remarque pour l'échantillon 100% Al la présence de l'aluminium et l'apparition d'une nouvelle phase secondaire identifier comme l'alumine Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, la présence de cette dernière est peut-être dû l'oxydation des échantillons encapsulé avec le KCL avant 24H de frittages ou la mauvaise protection de la méthode des sels fondu dans notre cas ; la même chose pour l'échantillon (Al/2% K<sub>1</sub>M<sub>10</sub>I<sub>2</sub>) sauf que remarque l'absence de la kaolinite 2D (Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>5</sub>(OH)<sub>4</sub>) dans le diffractogramme à cause de la petite quantité de cette dernière .



### **IV. 3 Microscopie optique**

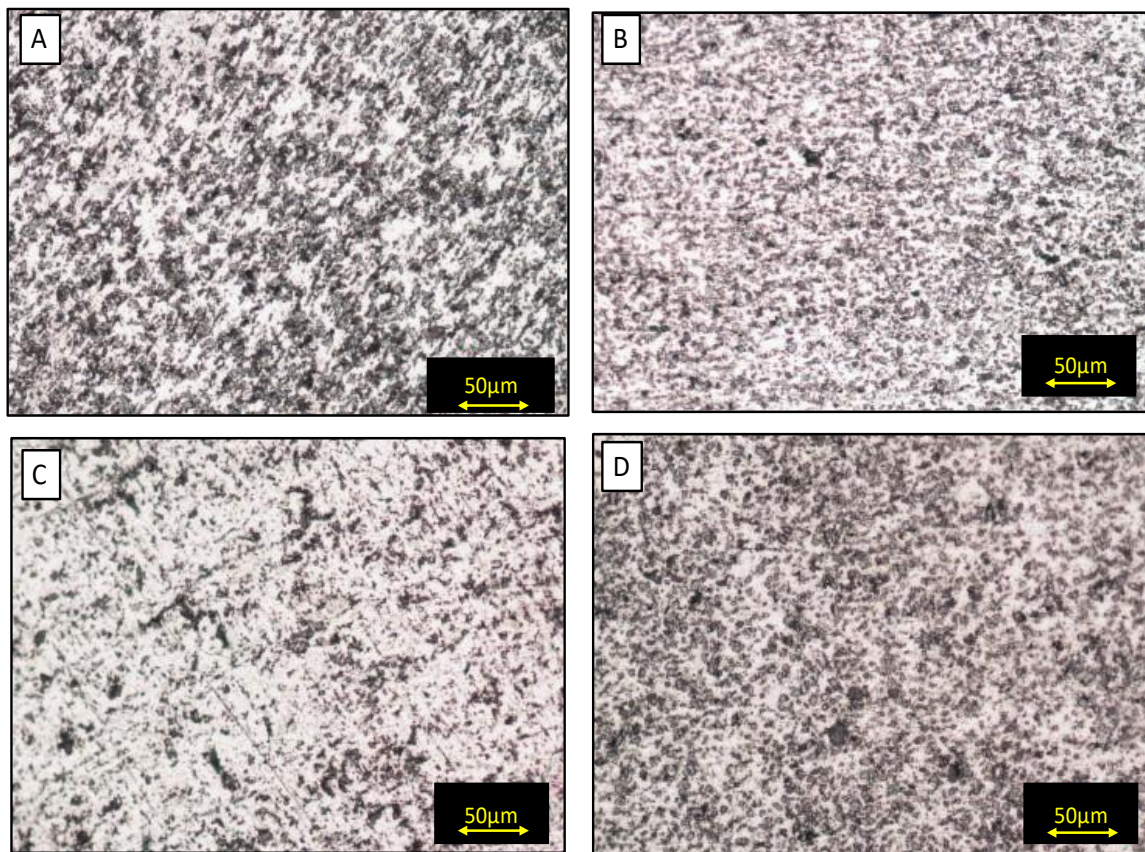
Les figures (IV.3-7) représentent les observations réalisées par la microscopie optique sur les échantillons élaborés avec un frittage de 10 Min et 1H avec 3 différents agrandissements x100, x200 et x500.

#### **Frittage 10 min**

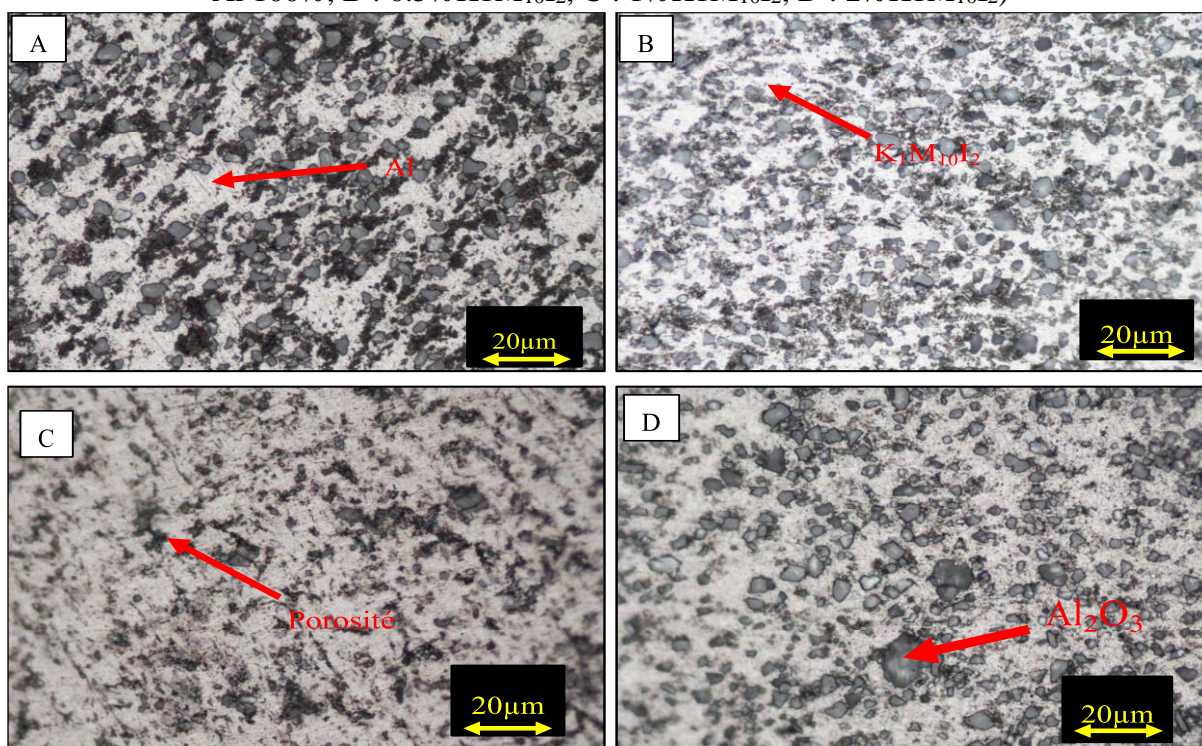


**Figure IV.2:** Microscopies optique des différents matériaux avec un agrandissement de x100 (A : Al 100%, B : 0.5%  $K_1M_{10}I_2$ , C : 1%  $K_1M_{10}I_2$ , D : 2%  $K_1M_{10}I_2$ )





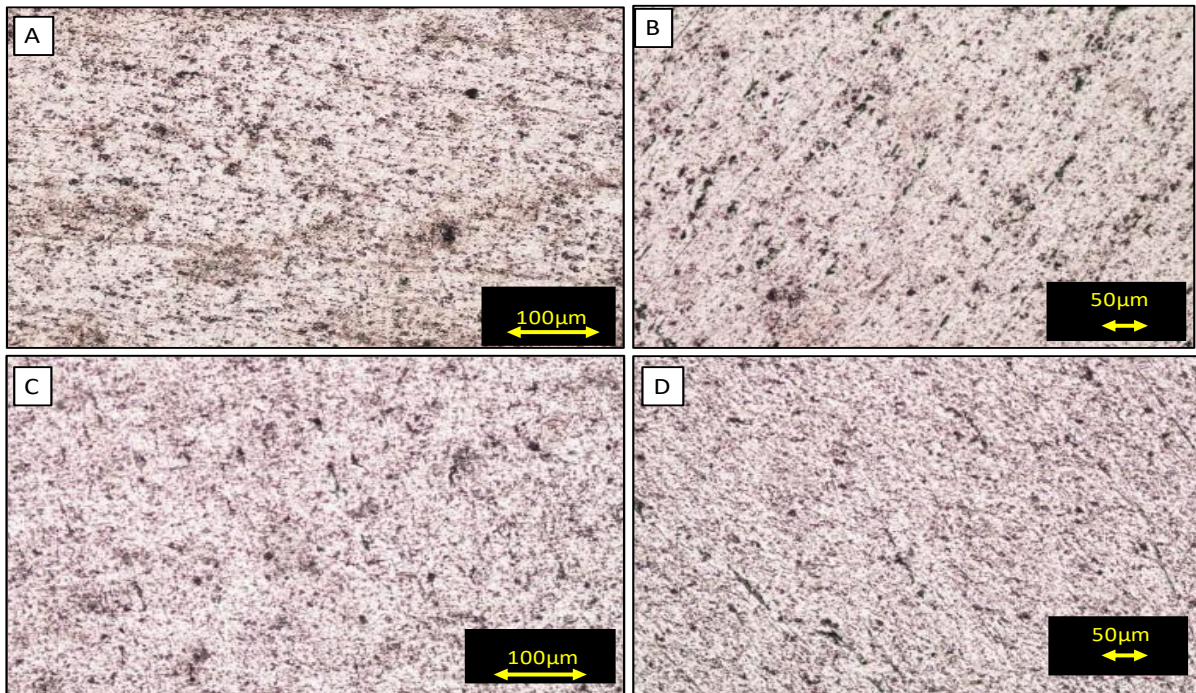
**Figure IV.3 :** Microscopies optique des différents matériaux avec un agrandissement de **x200** (A : Al 100%, B : 0.5% K1M10I2, C : 1% K1M10I2, D : 2% K1M10I2)



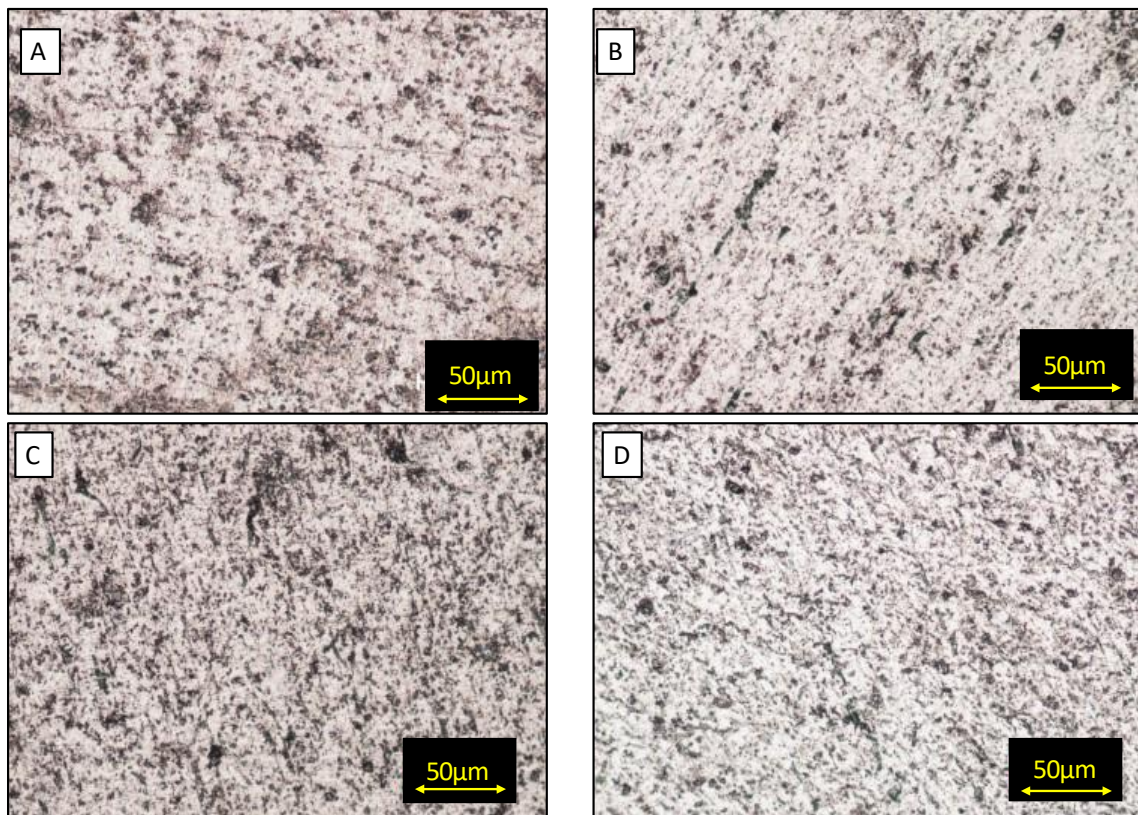
**Figure IV.4:** Microscopies optique des différents matériaux avec un agrandissement de **x500** (A : Al 100%, B : 0.5% K1M10I2, C : 1% KM10I2, D : 2% K1M10I2)



## Frittage 1H

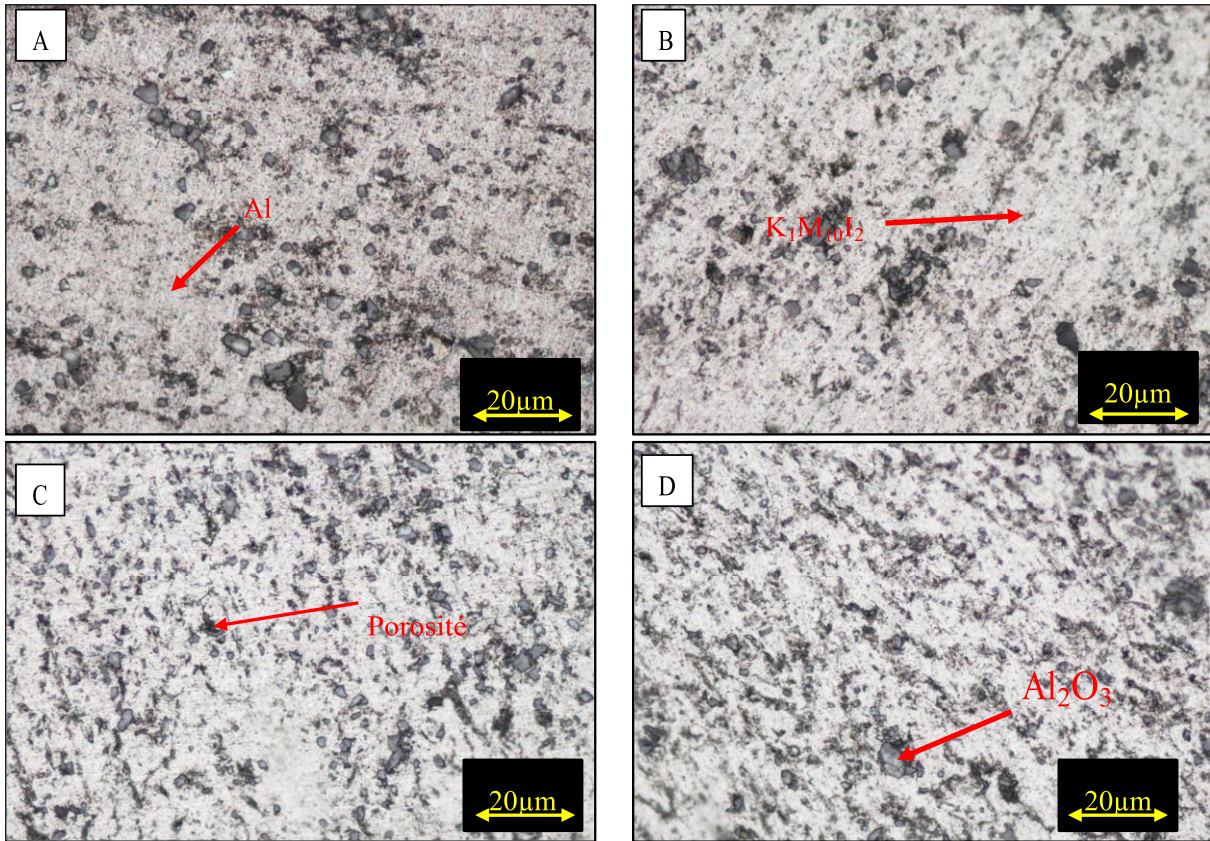


**Figure IV.5 :** Microscopies optique des différents matériaux avec un agrandissement de **x100** (A: Al 100%, B: 0.5% KM<sub>10</sub>I<sub>2</sub>, C: 1% KM<sub>10</sub>I<sub>2</sub>, D: 2% KM<sub>10</sub>I<sub>2</sub>)



**Figure IV.6:** Microscopies optique des différents matériaux avec un agrandissement de **x200** (A : Al 100%, B : 0.5% KM<sub>10</sub>I<sub>2</sub>, C : 1% KM<sub>10</sub>I<sub>2</sub>, D : 2% KM<sub>10</sub>I<sub>2</sub>)



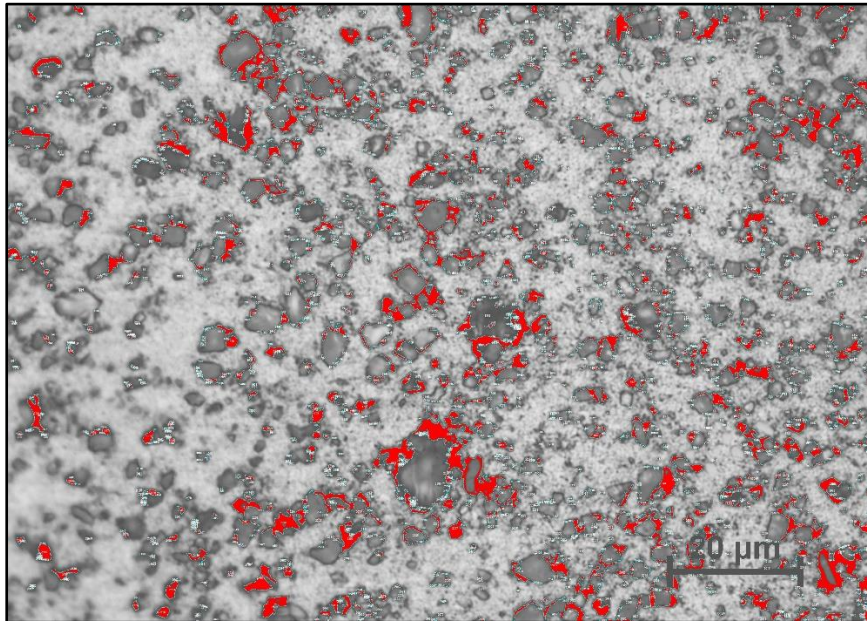


**Figure IV.7 :** Microscopies optique des différents matériaux avec un agrandissement de  $\times 500$  (A : Al 100%, B : 0.5%  $KM_{10}I_2$ , C : 1%  $KM_{10}I_2$ , D : 2%  $KM_{10}I_2$ )

Les figures (de IV.3 a IV.7) illustrent les micrographies optiques de l'aluminium et des composites (Al/ $KM_{10}I_2$ ) ; en particulier la figure IV.4.D, montre une phase de forme irrégulière (phase bleue ) selon le DRX c'est le  $Al_2O_3$ , comme on remarque une existence de porosité (couleur noire ) probablement à cause de présence de l'air piégé: pendant le processus de frittage, on observe aussi une bonne dispersion du renfort (couleur grise) dans la matrice d'aluminium (phase claire) dû à la bonne homogénéisation et pour finir entre les deux temps de frittages 10 minutes et 1 heure on remarque une différence dans la taille des particules, probablement à cause de la durée de frittage

### IV.3.1. Pourcentages de porosité ouverte

Dans le but de connaître le pourcentage de porosité dans les échantillons on a utilisé le logiciel Image j (figureIV.8)

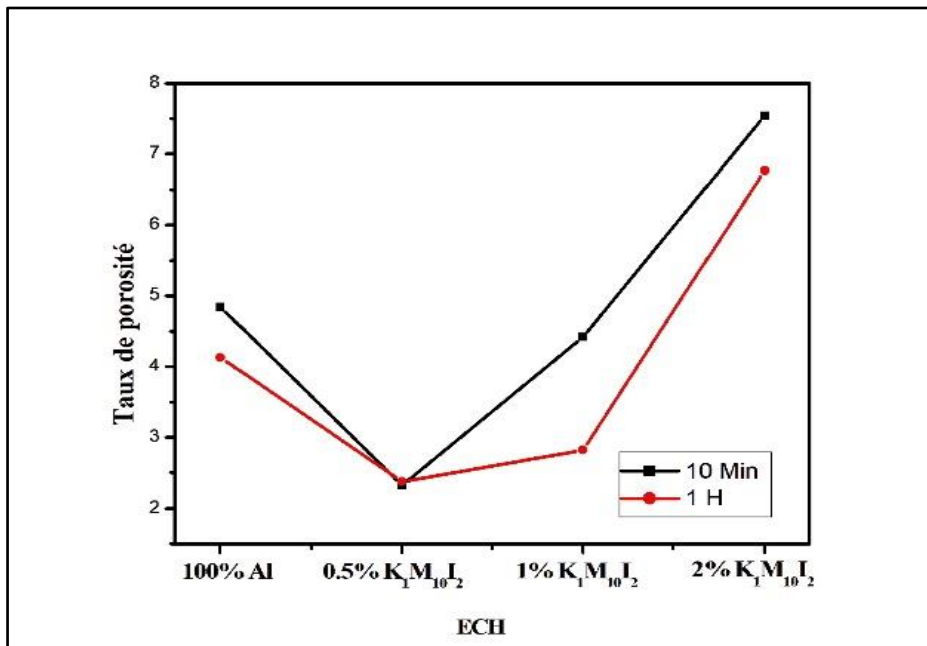


**FigureIV.8:** calcul de % de porosité ouverte par le logiciels Image j

Le tableau 5 suivant représente les différents pourcentages de porosité dans les échantillons élaborés

Echantillons	Pourcentage de porosité %	
	Frittage 10 min	Frittage 1 heure
100% Al	4,84	4,127
0.5% $K_1M_{10}I_2$	2,323	2,375
1% $K_1M_{10}I_2$	4,42	2,82
2% $K_1M_{10}I_2$	7,54	6,77

**Tableau 5:** Les pourcentages de porosité



**Figure IV.9 :** le taux de porosité

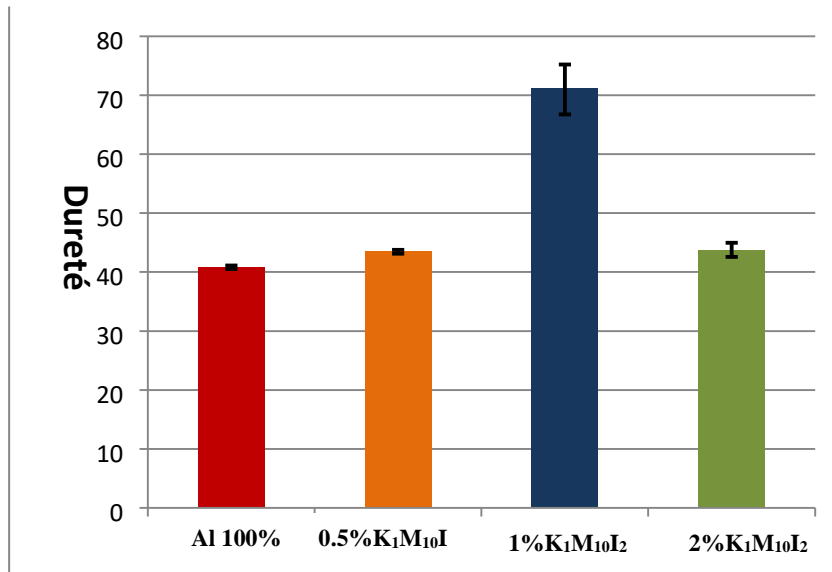
On peut constater que le pourcentage de porosité des échantillons frittés diminue lorsque la concentration de  $K_1M_{10}I_2$  augmente jusqu'à 0.5%, puis il augmente à 2% de  $K_1M_{10}I_2$ . Comparant les résultats on constate que les échantillons de 1 heure de frittage sont plus dense que les échantillons de 10 minutes de frittage.

#### **IV.4. La dureté :**

##### **IV.4.1 frittage 10 min**

Echantillons	HV <sub>1</sub>	HV <sub>2</sub>	HV <sub>3</sub>	HV <sub>moy</sub>
Al 100%	40.53	41.09	40.63	40.75
0.5% K <sub>1</sub> M <sub>10</sub> I <sub>2</sub>	43.74	43.66	43.10	43.50
1% K <sub>1</sub> M <sub>10</sub> I <sub>2</sub>	75.21	71.44	66.74	71.13
2% K <sub>1</sub> M <sub>10</sub> I <sub>2</sub>	42.95	42.57	45.24	43.58

**Tableau 6:** Les valeurs de la dureté des composites



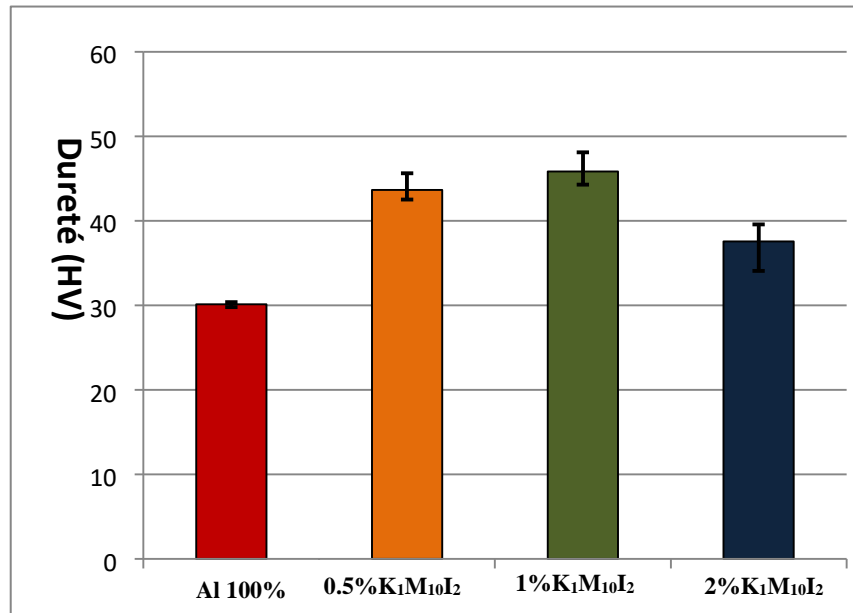
**Figure IV.10 :** les valeurs de dureté Vickers des composites 10 min

D'après le tableau 6 et la figure IV .10 les résultats de dureté dans un frittage de 10 minutes obtenus pour l'aluminium pur à 100% avec différentes concentrations de K<sub>1</sub>M<sub>10</sub>I<sub>2</sub> révèlent des variations significatives. Initialement, la dureté mesurée est de 40,75 HV pour l'aluminium pur. Lorsqu'une concentration de 0,5% de K<sub>1</sub>M<sub>10</sub>I<sub>2</sub> est introduite, la dureté augmente légèrement à 43,50 HV. En augmentant la concentration à 1% de K<sub>1</sub>M<sub>10</sub>I<sub>2</sub>, la dureté atteint un pic de 71,13 HV, indiquant une amélioration significative de la dureté. Cependant, une concentration plus élevée de 2% de K<sub>1</sub>M<sub>10</sub>I<sub>2</sub> conduit à une légère baisse de la dureté à 43,58 HV. Cette diminution peut être attribuée à l'existence de porosité dans le matériau, ce qui peut entraîner une diminution de la compacité

#### **IV.4.2frittages 1h**

Echantillons	HV <sub>1</sub>	HV <sub>2</sub>	HV <sub>3</sub>	HV <sub>moy</sub>
Al 100%	30.36	29.78	30.20	30.11
0.5% K <sub>1</sub> M <sub>10</sub> I <sub>2</sub>	42.74	42.54	45.63	43.636
1% K <sub>1</sub> M <sub>10</sub> I <sub>2</sub>	44.27	44.94	48.12	45.84
2% K <sub>1</sub> M <sub>10</sub> I <sub>2</sub>	39.06	39.58	34.07	37.57

**Tableau 7:** Les valeurs de la dureté



**Figure IV.11 :** les valeurs de dureté Vickers des composites 1 H

En observant le tableau 7 et la figure IV.11 les résultats de dureté dans un frittage d'une heure obtenus pour l'aluminium pur à 100% en présence de différentes concentrations de l'agent d'inclusion  $K_1M_{10}I_2$  révèlent des variations significatives. Initialement, la dureté mesurée est de 30,11 HV pour l'aluminium pur. Lorsqu'une concentration de 0,5% de  $K_1M_{10}I_2$  est introduite, la dureté augmente considérablement pour atteindre 43,636 HV. À une concentration de 1% de  $K_1M_{10}I_2$ , la dureté augmente légèrement à 45,85 HV. Cependant, à une concentration de 2% de  $K_1M_{10}I_2$ , la dureté diminue à 37,57 HV. Cette diminution peut être attribuée à la présence de porosité dans le matériau, qui affecte la compacité.

Ces résultats soulignent que l'ajout de  $K_1M_{10}I_2$  peut augmenter la dureté de l'aluminium, mais une concentration plus élevée peut entraîner une diminution due à l'existence de porosité, et aussi indiquent que le temps de maintien à une température de 800°C a un impact significatif sur la dureté des composites. Une augmentation du temps de maintien peut entraîner une diminution de la dureté

#### **IV.5. Essais Tribologiques**

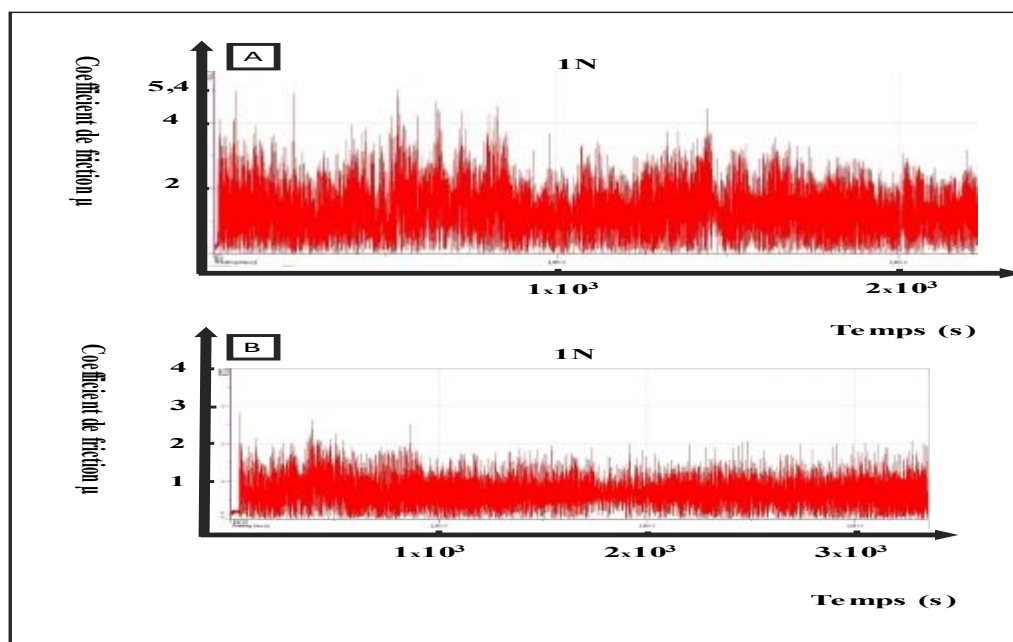
Le comportement tribologique par l'essai de bille sur disque a été réalisé et étudié sur Aluminium pur et des composites Al/ $K_1M_{10}I_2$  avec différents pourcentages.

Les figures suivantes représentent les courbes de coefficient de friction  $\mu$  en fonction du temps (en seconde) estimé par chaque échantillon avec une charge de 1N, sur une distance de 100 m et une bille en acier 100Cr6 comme antagoniste à température ambiante.



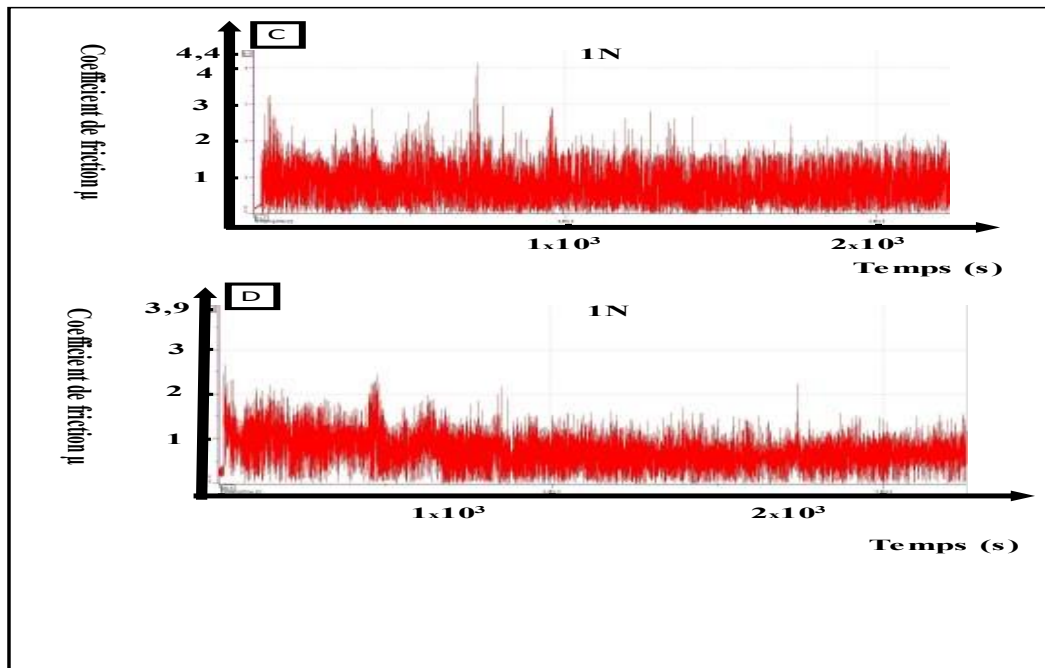
## IV.5.1 Coefficient de friction

### IV.5.1.1 Frittage de 10min



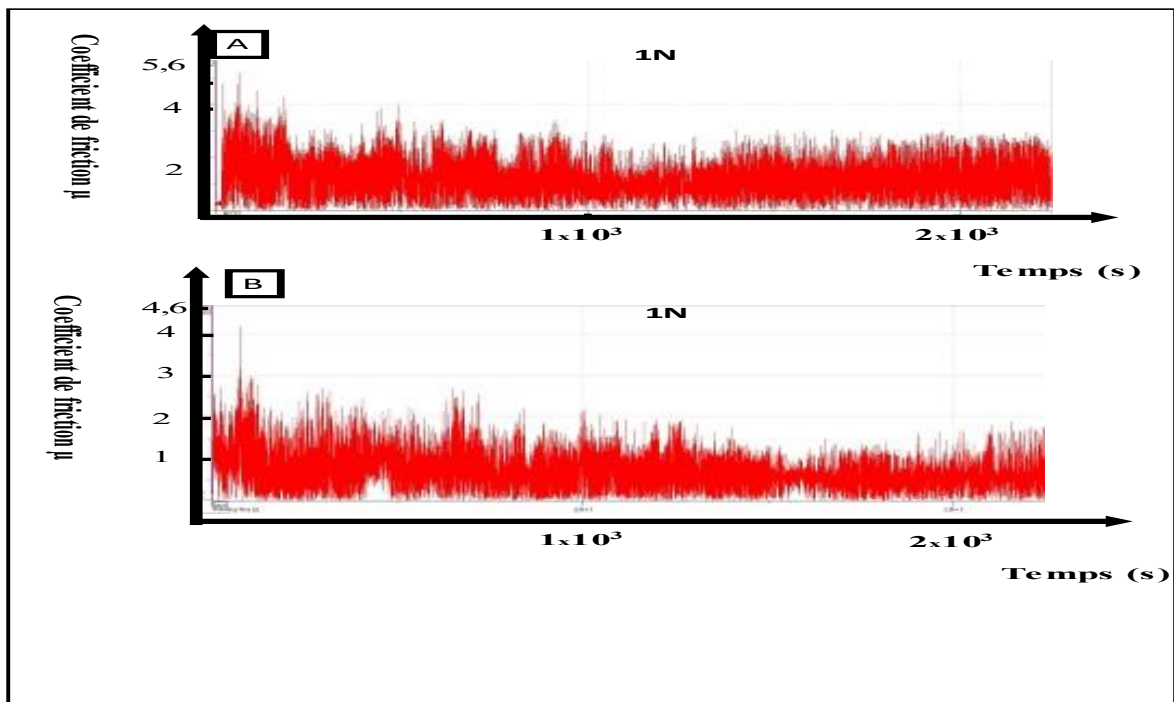
**Figure IV.12 :** Coefficient de friction des échantillons élaborés avec un frittage de 10 min :  
A) 100% Al B) 0.5%  $K_1M_{10}I_2$



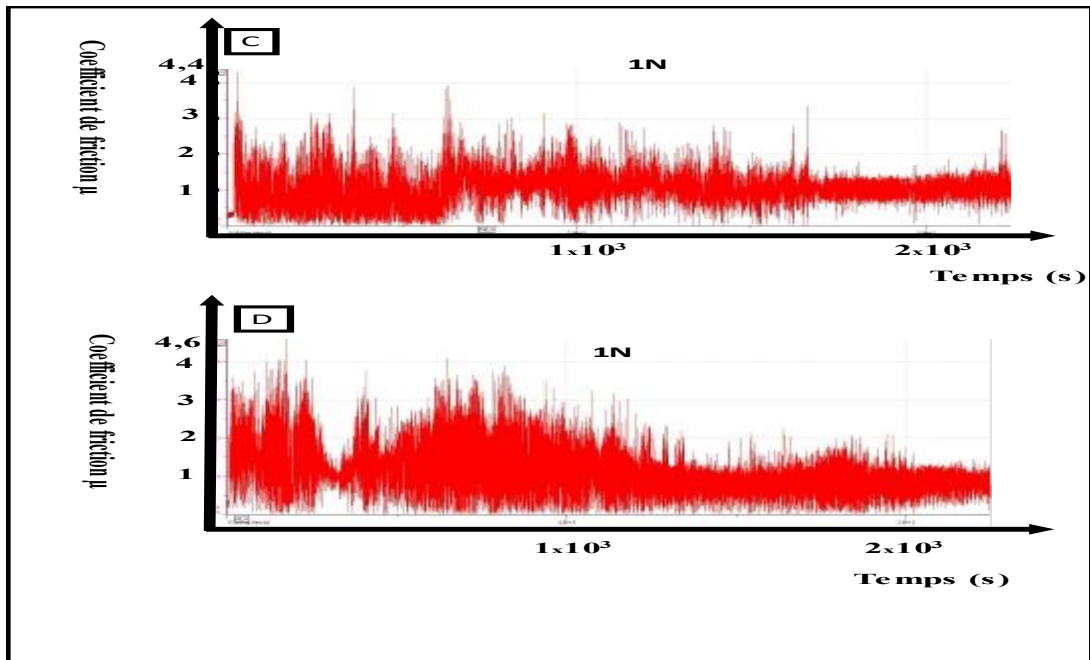


**Figure IV.13 :** Coefficient de friction des échantillons élaborés avec un frittage de 10 min C) 1%  $K_1M_{10}I_2$  , D) 2%  $K_1M_{10}I_2$

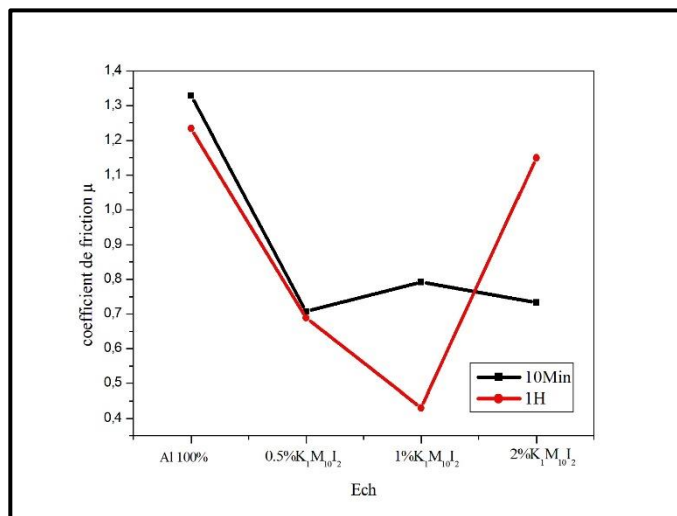
#### IV.5.1.2 Frittage de 1 heure



**Figure IV.14 :** Coefficient de friction des échantillons élaborés avec un frittage de 1 heure A) 100% Al , B) 0.5%  $K_1M_{10}I_2$



**Figure IV.15:** Coefficient de friction des échantillons élaborés avec un frittage de 1 heure , C) 1%  $K_1M_{10}I_2$  , D) 2%  $K_1M_{10}I_2$



**Figure IV.16:** Les valeurs de  $\mu$  mesurées

On remarque que les tests tribologiques des échantillons ont terminé la condition d'arrêt de test limité à 100 m (figure de IV.13 a IV.16). Dans tous les échantillons,  $\mu$  présente de grandes fluctuations qui pourraient être attribuées au contact cohésif intense entre la balle en acier 100Cr6 et la matrice d'aluminium [47].

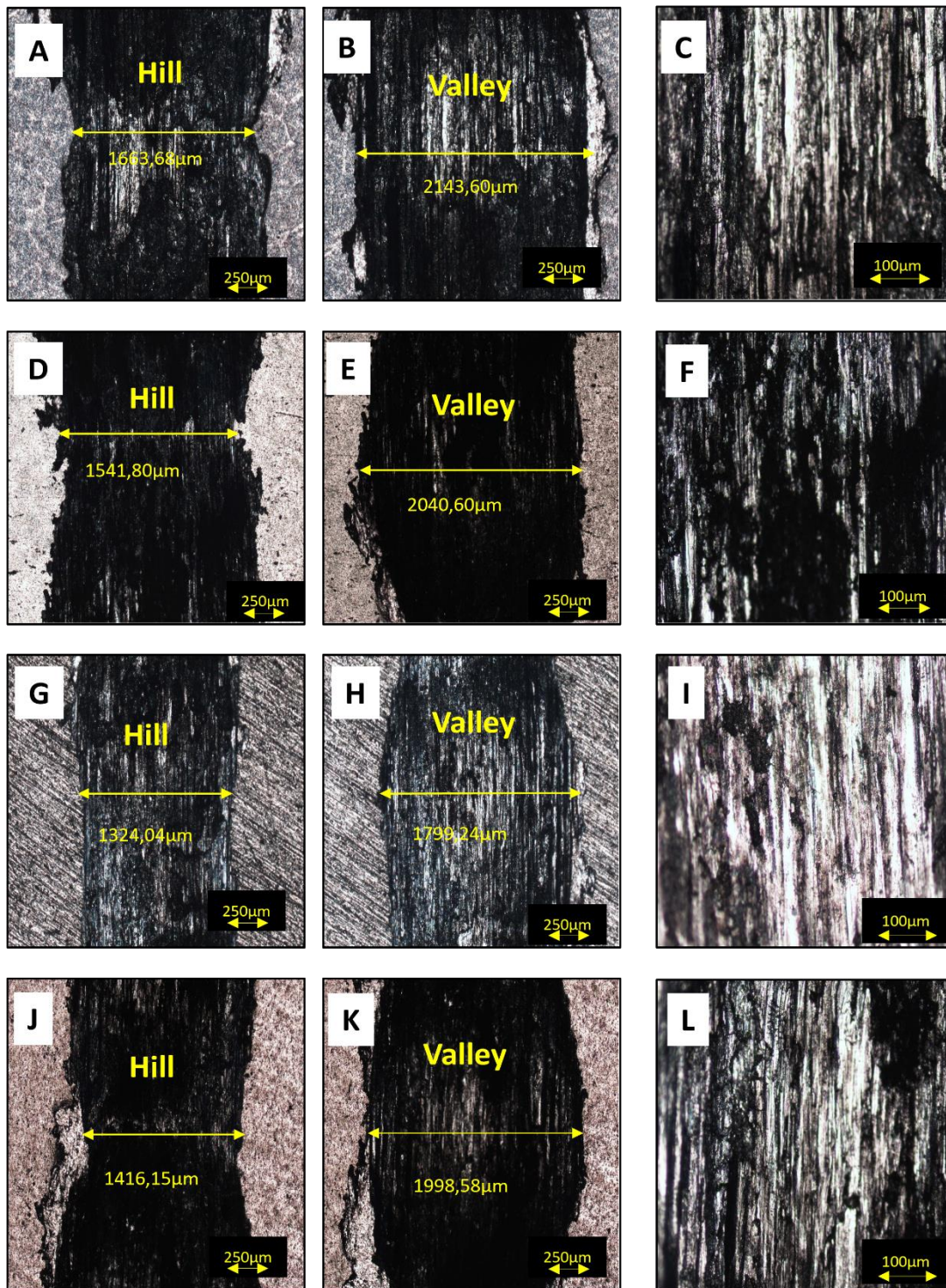
On constate que les valeurs de Coefficient de friction des composites sont plus faibles que ceux de l'aluminium pur (figure IV.17) pour les deux types de frittage (10 min et 1 heure). Cela et peut être du a la présence de la kaolinite 2D, qui ont une structure en couches qui peut agir comme un agent de polissage. Lorsqu'elles sont en contact avec une surface rugueuse, les particules de kaolinite peuvent se détacher et lisser la surface, réduisant ainsi les aspérités et le coefficient de friction., ce qui aidé a diminué le coefficient de friction.

On peut observer aussi que le  $\mu$  des échantillons élaborés avec un frittage d'1 heure ont des valeurs plus petites que ceux élaborés par un frittage de 10 min (figure 4.17) ; cela et peut être dû à la taille de la phase secondaire d' $Al_2O_3$ , qui joue un rôle d'obstacle des particules dures dans ce composite, ce qui entraîne une plus grande résistance au glissement de la surface et une augmentation du coefficient de friction [48].

#### **IV.5.2Trace d'usure :**

Les figures IV.18 et IV.19 montrent les microscopies optiques des traces d'usure après une charge de 1N pour les différents échantillons élaborés dans 10 min et 1H

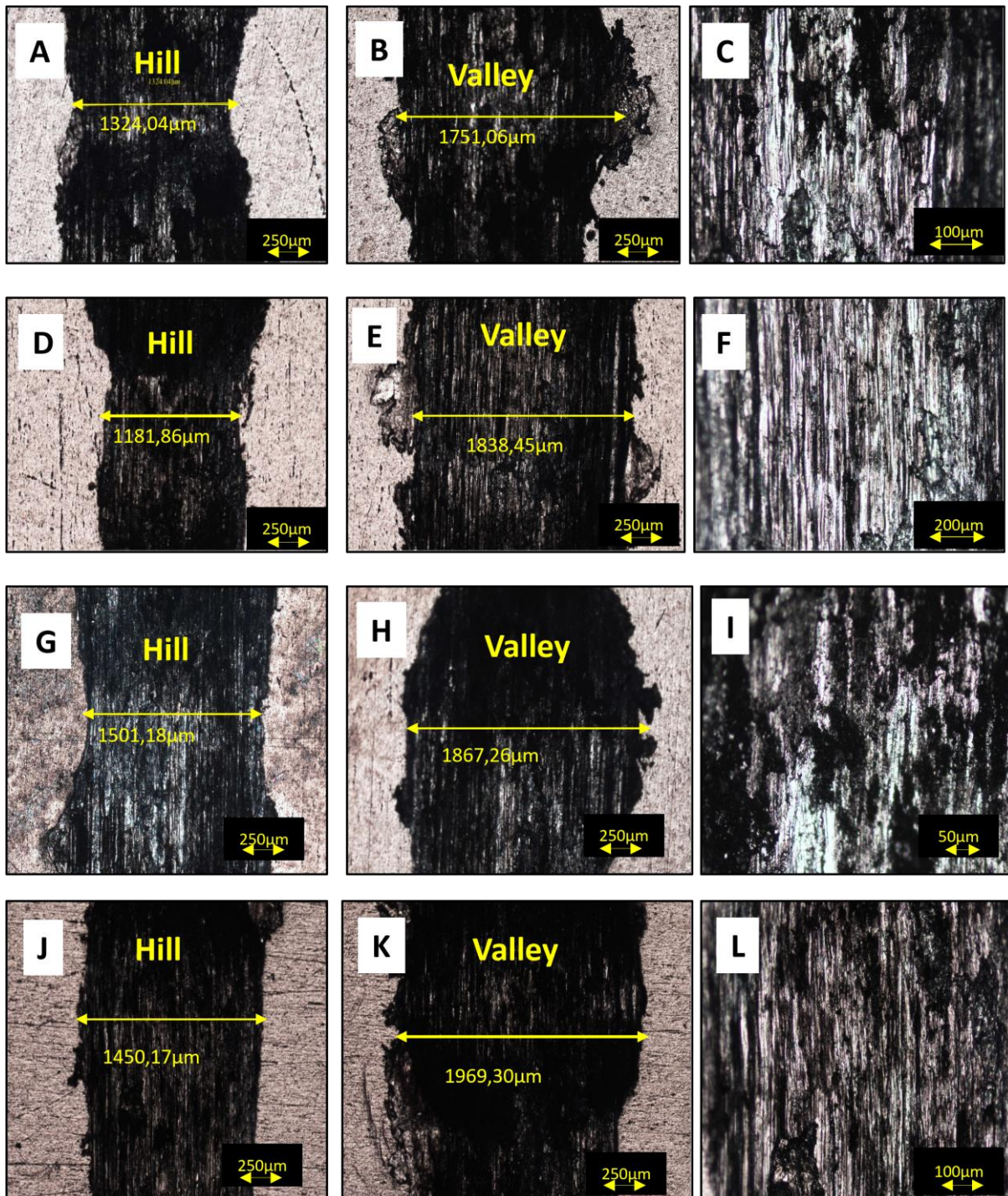
### IV.5.2.1 Frittage 10Min



**Figure IV.17:** Microscopies optiques des traces d'usure de l'aluminium pur (A-C) et des composites 0,5%  $\text{K}_1\text{M}_{10}\text{I}_2$  (D-F), 1%  $\text{K}_1\text{M}_{10}\text{I}_2$  (G-I) et 2 %  $\text{K}_1\text{M}_{10}\text{I}_2$ , (J-L)

### IV.5.2.2 Frittage 1H





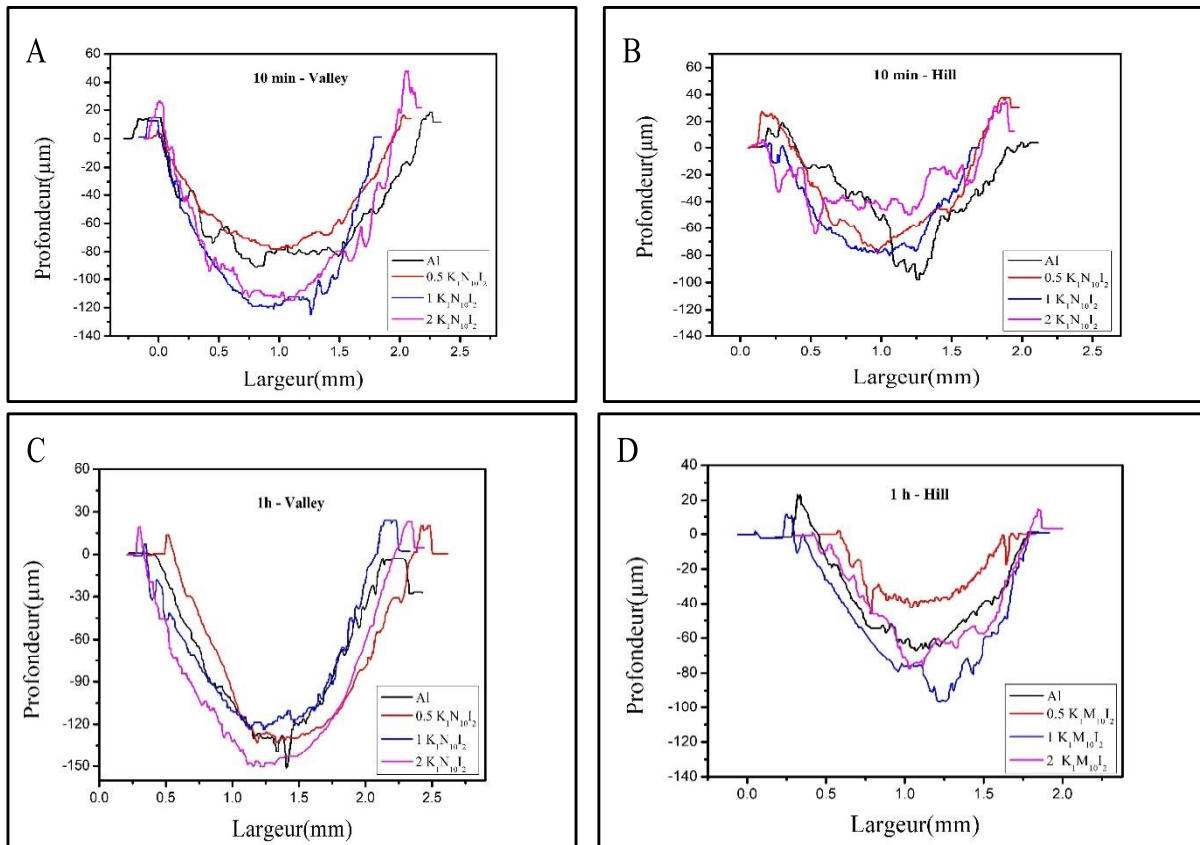
**Figure IV.18:** Microscopies optique des traces d'usure de l'aluminium pur(A-C) et des composites 0,5% K<sub>1</sub>M<sub>10</sub>I<sub>2</sub> (D-F), 1% K<sub>1</sub>M<sub>10</sub>I<sub>2</sub> (G-I) et 2 % K<sub>1</sub>M<sub>10</sub>I<sub>2</sub>, (J-L)

On remarque une perte de masse sévère (Sever wear) et une morphologie de type collines-vallées (Hill Valley) dans tous les échenillons élaborer. Avec une distance d'usure mesuré et mentionnée dans les figure IV.17, IV.18

On observe aussi que distance de la trace est différente entre la colline et la vallée des échantillons élaboré ou les distances de la trace valley est supérieure à la traces hill

### IV5.3 Profilométrie 2D des traces d'usure

Figure IV.20 montre les profils 2D de toutes les traces d'usure(valley-hill) de l'aluminium et les composites élaborés, ou on peut voir que à une charge de 1N la profondeur des traces d'usure pour les composites élaborés.



**Figure IV.19 :** les profils 2D de toutes les traces d'usure après les tests de tribologie, A, B : Frittage de 10 min et C, D : Frittage de 1 heure.

On remarque que, avec un frittage de 10 min (figure IV.19. A, B) l'aire des traces d'usure des composites élaborés sont plus petites que celles de l'aluminium pur sous la charge appliquée, indiquant une amélioration de la résistance à l'usure.

Avec un frittage 1H (figure IV.19. C, D) on observe qu'il n'y a pas une grande différence entre Al pure et les composites.

D'après ces résultats on constate que tous les échantillons ont subis à un grand enlèvement de matières sous l'effet de labourage exercé par la bille d'acier 100Cr6.

## **IV.5.4 Le taux d'usure**

Les tableaux 8 et 9 montrent les valeurs de taux d'usure pour les différents échantillons sous la charge de 1N.

Avec un frittage de 10min, le taux d'usure calculer varie entre  $8.72 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{N.m}$  et  $4.53 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{N.m}$  (tableau 7) ; ou l'échantillon 1%  $\text{K}_1\text{M}_{10}\text{I}_2$  a enregistré le taux d'usure le plus faible ( $4.26 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{N.m}$ ) (figure.IV.14), et varie entre  $3.57 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{N.m}$  et  $5.21 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{N.m}$  avec un frittage d'une heure ou l'aluminium pur enregistre le WR le plus faible  $3.57 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{N.m}$ .

### **IV.5.4.1 Frittage 10 min**

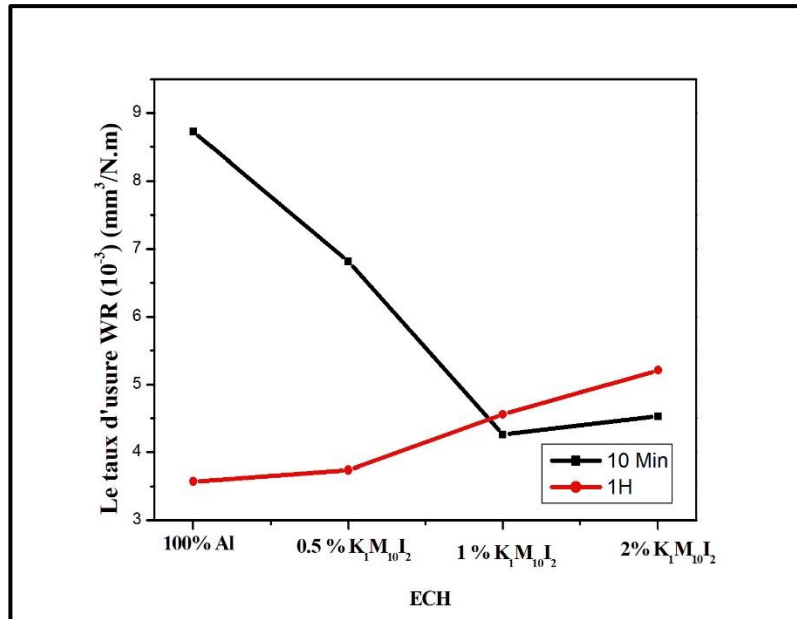
Échantillons	Le taux d'usure Valley ( $10^{-3}$ )	Le taux d'usure Heel ( $10^{-3}$ )	Le taux d'usure moyen les ( $10^{-3}$ )
100% Al	13.0147092	4.433,1454	8.7239273
0.5 % $\text{K}_1\text{M}_{10}\text{I}_2$	9.68880692	3.9413106	6.81505876
1 % $\text{K}_1\text{M}_{10}\text{I}_2$	6.21752412	2.29893004	4.25822708
2 % $\text{K}_1\text{M}_{10}\text{I}_2$	6.21752412	2.29893004	4.52918912

**Tableau 8 :** Les valeurs de WR

### **IV.5.4.2 Frittage 1heure**

Échantillons	Le taux d'usure Valley ( $10^{-3}$ )	Le taux d'usure Hill ( $10^{-3}$ )	Le taux d'usure Moyen les ( $10^{-3}$ )
100% Al	4.76098656	2.38475244	3.5728695
0.5 % $\text{K}_1\text{M}_{10}\text{I}_2$	6.19392868	1.28063724	3.73728296
1 % $\text{K}_1\text{M}_{10}\text{I}_2$	5.7776658	3.33595656	4.55681118
2 % $\text{K}_1\text{M}_{10}\text{I}_2$	7.86841088	2.550426	5.20941844

**Tableau 9 :** Les valeurs de WR



**Figure IV.20 :** Les valeurs de taux d'usure (WR) calculées

Le taux d'usure diminue (figure IV.20) dans les échantillons élaborés dans un frittage de 10 Min à cause de la grande taille des particules de  $Al_2O_3$  et les particules de la kaolinite 2D qui on participer à l'abrasion a 3 corps , pour les échantillons élaboré dans un frittage de 1H la taille des particules de  $Al_2O_3$  sont plus petites avec les particules de la Kaolinite 2D ont laisser les échantillons résister à l'usure figure (figure IV.20)

#### **IV.5.5 Le mécanisme d'usure :**

Lorsque la bille en acier100cr6 entre en contact avec la surface du composite, des particules d' $Al_2O_3$  et de kaolinite 2D peuvent se détacher de la matrice et se loger entre la bille et le composite. Ces particules forment une interface abrasive, qui agit comme des abrasifs supplémentaires lors des mouvements relatifs entre la bille et le composite.

La présence de la phase secondaire dure d' $Al_2O_3$  renforce l'effet abrasif. Les particules d' $Al_2O_3$ , associées à la kaolinite 2D, créent des micro-outils qui érodent progressivement les surfaces en contact.

La porosité dans le composite joue également un rôle essentiel. Les pores facilitent l'infiltration des particules abrasives et la détérioration des surfaces. Les particules d' $Al_2O_3$  et de kaolinite 2D, ainsi que la bille en acier, pénètrent dans les pores, augmentant l'intensité de l'abrasion.



# **Conclusion Générale**

## **Conclusion générale**

Ce travail a pour but d'étudier le comportement microstructural et tribologique et caractériser des composites à matrice métallique à base d'aluminium avec la kaolinite 2D comme renforcement.

On a fait appel à plusieurs techniques pour réaliser ce travail.

On a utilisé la technique de métallurgie des poudres pour préparer nos échantillons.

L'élaboration des échantillons a été faite par frittage naturel à 800 °C sous atmosphère contrôlée pendant 10 minutes et 1 heure

Pour la caractérisation, on a utilisé plusieurs techniques comme la diffraction des rayons X (DRX), Microscopie optique (MO), essai de Dureté Vickers et l'essai de tribologie.

Les résultats principaux obtenus sont comme suit :

Les résultats de diffraction des rayons X.

Apparition d'une nouvelle phase secondaire identifiée comme l'alumine  $Al_2O_3$ , la présence de cette dernière est due à l'oxydation des échantillons encapsulés avec le KCL avant 24H de frittage ou la mauvaise protection de la méthode des sels fondus dans notre cas ; la même chose pour l'échantillon (Al/2%  $K_1M_{10}I_2$ ) sauf que remarque l'absence de la kaolinite 2D ( $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ ) à cause de la petite quantité de cette dernière

Les images de microscope optique constatent que la quantité de  $Al_2O_3$  et le taux de porosité augmentent avec l'augmentation du taux de  $K_1M_{10}I_2$ .

Les valeurs de dureté Vickers soulignent que l'ajout de  $K_1M_{10}I_2$  peut augmenter la dureté de l'aluminium, mais une concentration plus élevée peut entraîner une diminution due à l'existence de porosité, et aussi indiquent que le temps de maintien à une température de 800°C a un impact significatif sur la dureté des composites. Une augmentation du temps de maintien peut entraîner une diminution de la dureté

Le comportement tribologique a donné un coefficient de friction  $\mu$  qui varie entre [0,71 et 1,33], et un taux d'usure WR varie entre le  $8.72 \cdot 10^{-3}$  et  $4.53 \cdot 10^{-3}$   $mm^3/N.m$  pour un frittage de 10min et un  $\mu$  qui varie entre [0,43 et 1,24], et un taux d'usure WR varie entre le  $3.57 \cdot 10^{-3}$  et  $5.21 \cdot 10^{-3}$   $mm^3/N.m$  pour un frittage de 1 heure

# Références

- [1] Bahlouli, N., « Comportement mécanique en température du pli élémentaire d'un stratifié carbone/époxy », 2008, Cachan, Ecole normale supérieure.
- [2] Berthelot, J.M., « Matériaux composites, comportement mécanique et analyse des structures » Livre, éditions : Lavoisier, 2007
- [3] « Glossaire des matériaux composites » - carma –Actualisation octobre 2006.
- [4] Ly, E.H.B., Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose. 2008, Grenoble, INPG.
- [5] S. Azem, M. Nechiche, M. Hakkoum : Elaboration et caractérisation d'un composite ceramique-métal (WC-bronze) par la méthode d'infiltration. Laboratoire d'Elaboration, Caractérisation et Modélisation des Matériaux (LEC2M). Université Mouloud Mammeri de tizi-Ozou, Algérie.
- [6] . S. H. Hong, B. K. Kim : Fabrication of W-20 wt% Cu composite nanopowder and sintered alloy with high thermal conductivity. Materials Letters 57, pp. 2761- 2767 : 2003.
- [7] . S. Tariolle, F. Thévenot, M.P. Dariel, N.Frumin, N.Frage : cermets carbure de dore infiltrés par un alliage de cuivre. Matériaux 2009.
- [8] J. Masounave, N. Villar : Elaboration des composites a particules. Techniques de l'Ingénieur, M2 448 ; 2008.
- [9] K.H. ROLL, in "Modern Developments in PM" Vol. 3, edited by H. H. Hausner (Plenum Press, New York, 2010) p. 261.
- [10] H. FISCHMEISTER, PMI 10 (2007) 119.
- [11] R.W. CAHN, Nature 276 (2007) 209.
- [12] . R. S. Sirohi, F. S. Chau, Optical Methods of Measurement, Marcel Dekker, Inc. New York, 2009.
- [13] D. Bouvard et G. Cizeron « La métallurgie de poudre », N° 270, volume25, 2007.
- [14] M. Eudier « Métallurgie des poudres », Technique de l'Ingénieur ; M866.
- [15] **Suk-Joong L. Kang**: Sintering Densification, Grain Growth, and Microstructure 2008, Pages 3-8
- [16] Charles MANIER « Spark Plasma Sintering : couplage entre les approches modélisation, instrumentation et Matériaux »
- [17] Michel EUDIER. Fabrication des produits frittés. M864 Techniques de l'ingénieur, traité Matériaux métalliques.

- [18] Didier Bernache – Assollant : Frittage en phase liquide technique de l'ingénieur AF 6621.
- [19] "Metal Matrix Composites: Custom-Made Materials for Automotive and Aerospace Engineering" by Karl U. Kainer.
- [20] Georges Chaudron, in « La préparation industrielle de l'aluminium et la découverte de ses propriétés par un illustre savant français, Henry Sainte-Claire Deville », Revue de l'aluminiumno 211, juin 2008, p. 97, publié par l'Institut d'histoire de l'aluminium
- [21] D.J.Chakrabartia,DavidE.Laughlinb, Phase relations and precipitation in AlMg-Si Alloys with Cuadditions, Progress in Materials Science49,p.389-410,2009
- [22] Michelle Colombié, matériaux métallique, Fabrication de l'aluminium et de ses alliages, page (343 - 376).
- [23] RAMOUL Chems Eddine - Elaboration et caractérisation électrochimique des alliages d'aluminium de fonderie , THÈSE
- [24] J.P Baïllon, J.M.Dorlot. Des Matériaux, troisième édition, Montréal : EcolePolytechnique de Montréal, 480p, 2010.
- [25] Roger Develay, Propriétés de l'aluminium et des alliages d'aluminium
- [26] Michelle Colombié, matériaux métallique, Fabrication de l'aluminium et de ses alliages, page (343 - 376).
- [27] C. Varel. Le comportement de l'aluminium et de ses alliages. Ed. Dunod technique, Paris (2010)
- [28] K. S. Novoselov, A. K. Geim, S. V. Morozov, D. Jiang Y. Zhang,S. V. Dubonos, I. V. Grigorieva, A. A.Firsov Science 2008, 306,666.
- [29] P. Joensen, R. F. Frindt,S. R. Morrison, Mater. Res. Bull 2007, 21, 457.
- [30] P. Joensen, R. F. Frindt,S. R. Morrison, Mater. Res. Bull 2007, 21, 458
- [31] D.Pacilé, J. C. Meyer,C. O.Girit,A.Zettl, Appl. Phys. Lett. 2008,92,133107.
- [32] A.K.Geim and K.S. Novoselov, THE RISE OF GRAPHENE, Manchester Centre for Mesoscience and Nanotechnology, University of Manchester, Oxford Road M13 9PL, United Kingdom, nature material, Vol 6, March 2007.
- [33] Butler, S. Z., et al. "Progress, challenges, and opportunities in two-dimensional materials beyond graphene." ACS nano 7.4 (2013): 2898-2926.
- [34] Moore, D. M., & Reynolds, R. C. "X-ray diffraction and the identification and analysis of clay minerals." (2009). Oxford University Press.

- [35] R. J. Gilkes and G. H. Bolt Kaolinite : Properties, Structure, and Influence of Montmorillonite in a Kaolinite Aggregate"2008 p305-310
- [36] R. J. Gilkes and G. H. Bolt Kaolinite : Properties, Structure, and Influence of Montmorillonite in a Kaolinite Aggregate"2007 p310-316
- [37] R. J. Gilkes and G. H. Bolt Kaolinite : Properties, Structure, and Influence of Montmorillonite in a Kaolinite Aggregate"2007 p318-321
- [38] R. J. Gilkes and G. H. Bolt Kaolinite : Properties, Structure, and Influence of Montmorillonite in a Kaolinite Aggregate"2007 p323-326
- [39] Zhang, Z., He, L., Xu, Z., Li, C., Xu, L., & Zhang, L. (2016). Mechanochemical-assisted exfoliation and functionalization of kaolinite for the preparation of poly(vinyl alcohol)/kaolinite nanocomposites. *RSC Advances*, 6(19), 15797-15805.
- [40] Ye, J., Zhang, D., Qi, Y., Zhang, L., Deng, L., & Luo, X. (2017). Effect of ultrasound treatment on the exfoliation of kaolinite and properties of kaolinite nanopaper. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 56(1), 177-185.
- [41] Aghababaei, R., & Warner, D. H. (2014). Mechanical exfoliation of kaolinite: A molecular dynamics study. *The Journal of Physical Chemistry C*, 118(18), 9808-9817.
- [42] Aghababaei, R., & Warner, D. H. (2014). Mechanical exfoliation of kaolinite: A molecular dynamics study. *The Journal of Physical Chemistry C*, 118(18), 9808-
- [43] Aghababaei, R., & Warner, D. H. (2014). Mechanical exfoliation of kaolinite: A molecular dynamics study. *The Journal of Physical Chemistry C*, 118(18), 9808
- [44] Smith, R. J., King, P. J., Lotya, M., Wirtz, C., Khan, U., De, S., ... & Coleman, J. N. (2011). Large-scale exfoliation of inorganic layered compounds in aqueous surfactant solutions. *Advanced Materials*, 23(34), 3944-3948.
- [45] Characterization of exfoliated/delamination kaolinite Dewen Sun a , Bin Li b , Yanfeng Li a , \*, Cui Yu a , Bo Zhang a , Huafeng Fei
- [46] Lahaye, R. J., Jeong, H. Y., Park, C. Y., Lee, Y. H., & Park, J. J. (2010). In situ X-ray diffraction analysis of the exfoliation of a chemically modified graphite. *Journal of the American Chemical Society*, 132(25), 8828-8829.
- [47] Y.S. Zhang, Z. Han, K. Wang, and K. Lu, Friction and Wear Behaviors of Nanocrystalline Surface Layer of Pure Copper, *Wear*, 2006, 260, p 942–948.
- [48] M. Barmouz, M.K. Besharati Givi, J. Seyfi, On the role of processing parameters in producing Cu/SiC metal matrix composites via friction stir processing: investigating microstructure, microhardness, wear and tensile behavior, *Mater.*