

# SYNTHESE DE PHASES MAX CARBURES A BASE DE TI-, ZR- ET HF- PAR FOUR A ARC ET SPS

E. HUGON<sup>1</sup>, O. RAPAUD<sup>1</sup>, T. CHOTARD<sup>1</sup>, R. LUCAS<sup>1</sup>

<sup>1</sup> IRCER UMR 7315, Centre Européen de la Céramique, 12 rue Atlantis, 87068 LIMOGES Cedex, France

Les phases MXènes sont des phases bi-dimensionnelles carbures ou nitrures dont les propriétés particulières ont attiré l'attention dans des domaines tels que le stockage d'énergie [1,2], l'électronique [3,4] ou même la catalyse [5]. Ces phases sont synthétisées par ablation des phases MAX dont la flexibilité de composition permet l'optimisation de leurs propriétés et de celles des phases MXènes associées.

Dans ces travaux, la synthèse de la phase MAX  $M_2AlC$  par décharge électrique et Spark Plasma Sintering (SPS) à partir des poudres d'éléments M (métal de transition : Ti, Zr ou Hf), Al et C a été réalisée. Pour augmenter la proportion de la phase ciblée dans les échantillons et limiter la proportion de phases secondaires, les paramètres de synthèse ont été optimisés.

L'optimisation de l'intensité de l'arc et la durée de chauffage dans le four à arc a été réalisée pour obtenir la composition désirée, c'est-à-dire avec une proportion minimale de phases secondaires carbures et intermétalliques.

Par SPS, le cycle de frittage a été imaginé en deux parties : un premier palier à relativement basse température pour limiter la vaporisation de l'aluminium et pour permettre la formation des phases intermétalliques à partir des poudres élémentaires M et Al, qui peuvent alors réagir pendant le second palier à plus haute température avec la poudre MC pour former la phase MAX carbure. La température, le temps de maintien et la charge appliquée ont été optimisés pour limiter la formation de phases parasites. Des cycles où aucune pression n'a été appliquée à l'échantillon ont aussi été étudiés.

Dans le système Ti-Al-C, les échantillons synthétisés par décharge électrique contenaient jusqu'à 60 % massique de la phase 211. Néanmoins, la phase 312 était toujours présente en phase secondaire, ainsi que TiC.

Par SPS, un échantillon contenant seulement la phase 211 a été obtenue par cycle sans pression. Celui-ci était composé d'un premier palier à 600 °C pendant 15 min suivi d'un second à 1200 °C pendant 10 min. Dans le cas de l'application d'une pression (75 MPa), le meilleur échantillon contenait environ 87 % de la phase  $Ti_2AlC$  en réutilisant le même cycle de température que précédemment.

L'étude de la synthèse de phases MAX à base de Zr- et Hf- est toujours en cours.

[1] Q. Tang, Z. Zhou, P. Shen, J. Am. Chem. Soc. 134 (2012) 16909–16. doi:10.1021/ja308463r

[2] D. Er, J. Li, M. Naguib *et al.*, ACS Appl. Mater. Interfaces. 6 (2013). doi:10.1021/am501144q

[3] J. Halim, M. Lukatskaya, K. Cook *et al.*, Chem. Mater. Publ. Am. Chem. Soc. 26 (2014) 2374–2381. doi:10.1021/cm500641a

[4] V. Mauchamp, M. Bugnet, E.P. Bellido *et al.*, Phys. Rev. B. 89 (2014) 235428. doi:10.1103/PhysRevB.89.235428

[5] X. Xie, S. Chen, W. Ding *et al.*, Chem. Commun. Camb. Engl. 49 (2013). doi:10.1039/c3cc44428g