

# INFLUENCE DES NANOTUBES MULTIPAROIS DE CARBONE SUR CERTAINES PROPRIETES PHYSIQUES DE L'ALUMINIUM PUR.

T. DORBANI<sup>1</sup>, N. BELLEL<sup>1</sup>, S. REVO<sup>2</sup> et S. HAMAMDA<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Laboratoire Physique Energétique, Université des Frères Mentouri Constantine1, Algérie

<sup>2</sup> Université Nationale Taras Shevchenko de Kiev, Ukraine.

<sup>3</sup> Laboratoire de Thermodynamique et Traitements de Surfaces des Matériaux, Université des Frères Mentouri Constantine1, Algérie

Reçu le 03/01/2017 – Accepté le 12/11/2017

## Résumé

L'objectif de ce travail est l'étude thermodynamique et structurale du nanocomposite Al+0,25% nanotubes multiparois de carbone. Pour la réalisation de cet article, nous avons utilisé plusieurs techniques expérimentales: la calorimétrie, la diffraction des rayons X, la thermogravimétrie, la spectroscopie Raman et l'infrarouge.

Les résultats montrent que l'introduction des nanotubes multiparois de carbone ont complètement changé les comportements des grandeurs physiques étudiées. La courbe de DSC de Al + 0,25%NTC est totalement différente de celle de l'aluminium pur élaboré dans les mêmes conditions que le nanocomposite.

La variation thermogravimétrique du nanomatériau est linéaire devant celle de la matrice. La TG ne change pas sur tout le domaine de température étudié. La TG ne change pas, elle est pratiquement constante sur tout le domaine de température étudié. Donc, il n'y a pas de perte de poids. Cela suppose une bonne stabilité.

La spectroscopie Raman montre que l'introduction de 0,25% NTC est responsable de la diminution des défauts dans le nanocomposite. Cela implique la bonne tenue mécanique.

La transmittance d'Al + 0,25%NTC est très intense devant celle de l'aluminium pur. Par contre, la diffraction X révèle que les intensités des pics de Al + 0,25%NTC ont fortement diminué par rapport à celles de l'aluminium pur.

**Mots clés:** Nanocomposite, Calorimétrie, Raman, Nanotubes, Carbone

## Abstract

The objective of this work is the thermodynamic and structural study of the nanocomposite Al + 0.25% multiwall carbon nanotubes. For the realization of this article, we used several experimental techniques: calorimetry, X-ray diffraction, thermogravimetry, Raman spectroscopy and infrared.

The results show that the introduction of multiwall carbon nanotubes completely changed the behavior of the physical quantities studied.

The DSC curve of Al + 0.25% NTC is totally different from that of pure aluminum produced under the same conditions as nanocomposite.

The thermogravimetric variation of the nanomaterial is linear compared to that of the matrix. TG does not change over the entire temperature range studied So, the change is zero.

Raman spectroscopy shows that the introduction of 0.25% NTC is responsible for the reduction of defects in the nanocomposite. This implies good mechanical strength.

The transmittance of Al + 0.25% NTC is very intense compared to that of pure aluminum. On the other hand, the X-ray diffraction reveals that the intensities of the peaks of pure aluminum + 0.25% NTC have greatly decreased compared with those of pure aluminum.

**Keywords :** Nanocomposite, Calorimetry, Raman, Nanotubes, Carbon.

## ملخص

الهدف من هذا العمل هو الدراسة الديناميكية الحرارية والهيكلية للأنابيب النانوية الكربونية النانوية Al + 0.25 % متعددة النانو. من أجل تحقيق هذه المقالة، استخدمنا العديد من التقنيات التجريبية: قياس السرعات الحرارية، حيود الأشعة السينية، مقياس الطيف الحراري، مطيافية رامان والأشعة تحت الحمراء. تظهر النتائج أن إدخال الأنابيب النانوية الكربونية متعدد الجدران قد غير تمامًا سلوك الكميات الفيزيائية المدروسة. يختلف منحنى DSC لـ Al + 0.25% NTC كلياً عن الألمنيوم النقي الذي ينتج تحت نفس الظروف مثل متعددة النانو.

يكون التباين الحراري الحراري للمواد النانوية خطياً مقارنةً بالمصفوفة. لا يتغير TG خلال نطاق درجة الحرارة بأكمله المدروس. لذا، التغيير هو صفر.

يظهر التحليل الطيفي رامان أن إدخال 0.25 % من NTC هو المسؤول عن الحد من العيوب في متعددة النانو. هذا يعني قوة ميكانيكية جيدة.

نفاذية الـ Al + 0.25% NTC شديدة جداً مقارنةً بالألمنيوم النقي. من ناحية أخرى، يكشف حيود الأشعة السينية أن شدة ذروة الـ Al + 0.25% من الـ NTC قد تناقصت بشكل ملحوظ مقارنة مع الألمنيوم النقي.

**الكلمات المفتاحية :** متعددة النانو، قياس السرعات الحرارية، رامان، للأنابيب النانوية، الكربون.

## INTRODUCTION

Actuellement, les exigences au quotidien font que les matériaux modernes doivent répondre aux attentes de nouvelles applications de plus en plus performantes. Il faut des matériaux qui soient plus efficaces, plus durables, plus pratiques, moins chères et ayant au moins un impact sur le système écologique. En effet, Les risques environnementaux sont pris en considération avec beaucoup de sérieux et constituent un des défis les plus importants pour l'humanité.

Dans le domaine des hautes technologies, particulièrement l'espace et l'aérospatial, la demande en matériaux de hautes performances, toujours plus légers et possédant des propriétés mécaniques, thermiques et électriques inégalées sont indispensables et font de l'innovation un élément décisif.

Les matériaux composites, ayant des caractéristiques exceptionnelles, répondent à certaines difficultés souvent assez onéreuses. Leurs développements pour des applications particulières se généralisent actuellement à d'autres domaines tels que l'automobile, les matériaux de loisirs et de sports et la sauvegarde de l'environnement [1]

L'introduction des nanotubes de carbone (NTC) comme matériau de renforcement offre de plus larges perspectives pour les matériaux composites appelés nanocomposites.

Les composites à matrices métalliques sont des composites dont l'élément principal est un métal. On trouve dans cette catégorie l'aluminium, le manganèse, le cuivre... L'ajout des renforts dans ces matrices métalliques a pour but d'améliorer les propriétés mécaniques comme la rigidité, le module d'élasticité et la résistance à l'usure [2-4].

Ce type de composite présente un grand potentiel d'application dans les industries comme l'automobile ou l'aérospatiale. Les nanotubes de carbone avec leur faible densité et leur grande rigidité présentent un atout considérable pour le développement de ces composites. Cependant, les NTC posent un grand problème de dispersion, d'homogénéisation, et de leur adhérence au sein de ces matrices. Parmi le peu d'études existantes sur ce type de matrice, l'aluminium et le cuivre sont les plus étudiés. L'insertion des nanotubes de carbone multiparois dans l'aluminium ont confirmé l'amélioration des propriétés physiques [5,6].

Les études sur le renforcement des matrices à base d'aluminium par des NTC montrent une grande amélioration des propriétés mécaniques. Deng et al. [7] ont rapporté une augmentation de 129% de la résistance à la traction pour une inclusion de 5% en volume de NTC. Laha et al. [8] ont montré une amélioration de la dureté de 72 % et de 79% pour le module d'élasticité avec une diminution de la ductilité de 46% pour une inclusion de 10% en masse de NTC. Des résultats semblables ont été rapportés concernant des matrices de cuivre. Une augmentation de 200% de la limite d'élasticité avec une amélioration de module d'élasticité de 70% a été rapportée par Cha et al. [9]

pour une inclusion de 10% en volume de NTC. Un résumé sur les différentes matrices composites métal/NTC ainsi que les méthodes de leur fabrication a été publié par Bakshi et al. [10]. Un point très important a été souligné par l'auteur concernant la grande importance de la distribution homogène des nanotubes de carbone et les fortes liaisons avec la matrice pour un meilleur contrôle des propriétés mécaniques des composites métal/NTC.

Les résultats montrent l'apparition de carbure d'aluminium ( $Al_4C_3$ ) à l'interface de l'aluminium et des NTC. Cette phase contribue à l'amélioration des propriétés mécaniques du nanocomposite [11].

Dans les travaux [12 - 15], les auteurs ont montré que l'intégration des nanotubes de carbone dans une matrice d'aluminium améliore nettement les propriétés dilatométriques. Le coefficient de dilatation thermique du nanocomposite  $Al+0,1\%NTC$  a fortement diminué et il est devenu sensiblement égale à celui des nanotubes eux-mêmes. Cette chute drastique de la dilatation est liée à la présence des NTC responsables de la formation de nouvelles phases. Il a été montré que les conductivités thermique et électrique sont élevées.

Chunfeng Deng et al. ont étudié expérimentalement un composite Al-matrice 2024 renforcé avec 1 % en poids de nanotubes de carbone (NTC) par pressage isostatique à froid, suivi d'une extrusion à chaud. Les caractéristiques microstructurales et la distribution des nanotubes de carbone dans la matrice d'aluminium ont été étudiées. Les propriétés mécaniques du composite ont été mesurées à la température ambiante. Leurs résultats expérimentaux ont montré que les NTC étaient distribués de façon homogène dans le composite et que les interfaces des NTC-Al étaient bien liées. La granulométrie de la matrice était aussi fine que 200 nm, et avec une petite quantité d'ajouts de CNT, le module élastique et la résistance à la traction ont été nettement améliorés par rapport à ceux de la matrice Al 2024 fabriquée selon le même procédé, ce qui pourrait être dû aux propriétés mécaniques extraordinaires des CNT, au rôle de pontage et d'arrachement des CNT dans la matrice composite Al [16].

### Préparation des échantillons :

La préparation des échantillons a été faite à partir de la poudre d'aluminium A999. Les nanotubes de carbone multiparois ont été préparés par le procédé CVD dans un réacteur tournant [17].  $Al_2O_3$  -  $MoO_3$  -  $Fe_2O_3$  ont été utilisés comme catalyseur. La source de carbone utilisée est le propylène [18]. Le frittage du mélange des composants a été fait dans l'atmosphère d'argon à la température  $T = 380$  °C pendant 10 min puis la pièce a été laminée. La concentration en nanotubes de carbone multiparois dans le mélange est de l'ordre de 0.25%. Le frittage des échantillons a été effectué dans un moule à une pression de 45 MPa et le laminage a été fait à la température ambiante de telle sorte que la déformation relative après le premier passage à travers les rouleaux soit de l'ordre de 20% à 30% [19]. La taille moyenne

des nanotubes de carbone est de 10 à 20 nm. La surface spécifique a été calculée par la désorption de l'argon est de 200 à 400 m<sup>2</sup>/g tandis que leur densité apparente était de 20 à 40 g/dm<sup>3</sup> [20].

**Techniques utilisées pour la caractérisation du nanomatériau étudié :**

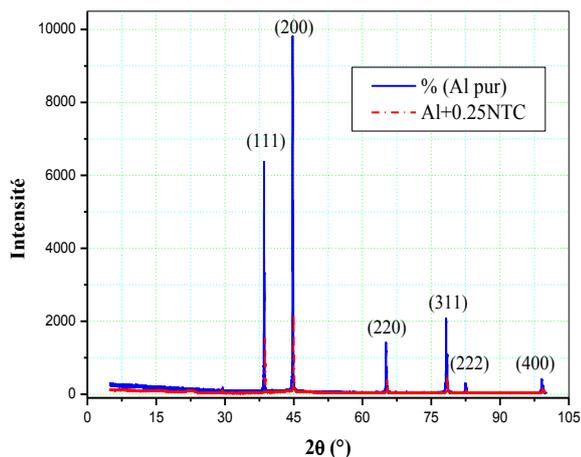
Pour la caractérisation de nos échantillons, nous avons utilisé les techniques expérimentales suivantes : la diffraction des rayons X, la spectroscopie Raman, la spectroscopie infrarouge, la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et la thermogravimétrie.

**Caractérisations des propriétés structurales :**

**La diffraction des rayons X :**

La radiation utilisée est la raie K $\alpha$  de l'anticathode de cuivre ( $\lambda_{CuK\alpha}=1.541838$ ).

Le spectre de diffraction des rayons X des échantillons étudiés sous la forme de rubans Al pur et Al +0.25%NTC est illustré sur la figure 1.



**Figure 1** Spectre de diffraction des rayons X du nanocomposite Al + 0,25% NTC et de l'aluminium pur.

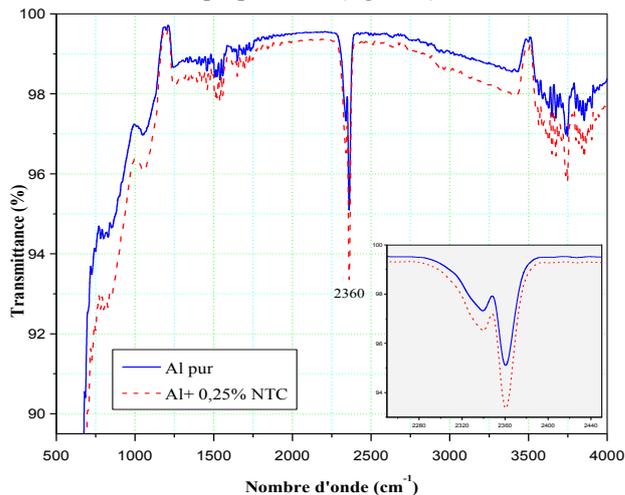
Les pics enregistrés correspondent à la structure cubique à faces centrées (CFC).

Les intensités ont été normalisées de façon à ce que le pic le plus intense corresponde à la raie (200) pour les échantillons étudiés des deux rubans. La raie la plus intense (200) dans notre cas, est différente de la raie la plus intense (111) qui est celle de l'aluminium pur. Cela suppose l'existence d'une orientation privilégiée (texture) [21]. Nous notons que les spectres de diffraction des rayons X sont pratiquement identiques. Les spectres des rayons X du nanocomposite et de l'aluminium pur obtenus dans les mêmes conditions sont pratiquement confondus et leur dépouillement ne fait apparaître que la présence des éléments purs (Al).

D'après le spectre, nous constatons que les intensités de tous les pics de l'aluminium pur sont clairement supérieures à celles du nanocomposite Al +0.25%NTC. Donc, l'introduction des nanotubes de carbone multiparois est responsable d'une forte diminution des pics de diffraction X.

**La spectroscopie infrarouge :**

Nous remarquons que les deux spectres infrarouges de l'aluminium pur et du nanocomposite Al +0.25%NTC sont similaires et superposables (figure 2).



**Figure 2:** Spectre infrarouge du nanocomposite Al + 0,25% NTC et de l'aluminium pur.

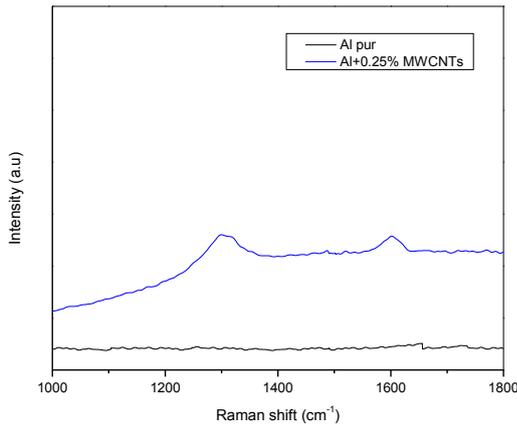
Nous soulignons que les pics importants apparaissent aux mêmes fréquences. Nous constatons que le pic situé à 2360 cm<sup>-1</sup> du nanocomposite Al +0.25%NTC est intense par rapport à celui de l'aluminium pur.

Nous observons que la transmittance du nanomatériau Al +0.25%NTC est faible devant de celle de l'aluminium pur sur l'ensemble du domaine de fréquences.

L'introduction de 0.25% de nanotubes de carbone multiparois a fait augmenter les intensités des pics. Cette importante intensification concerne toutes les anomalies.

**La spectroscopie Raman :**

La diffusion Raman peut constituer un outil de caractérisation de la pureté d'un échantillon et des liaisons C-C. Le spectre Raman des nanotubes de carbone contient deux bandes distinctes. La bande D apparaît à 1345cm<sup>-1</sup>. La bande G est située à 1580 cm<sup>-1</sup> (Figure 3).



**Figure 3** : Spectre Raman du nanocomposite Al + 0,25% NTC et de l'aluminium pur.

**-Analyse de la bande D (1345 cm<sup>-1</sup>) :**

La bande D est un mode double résonant lié principalement à des défauts dans la structure du réseau des atomes de carbone. Ce mode se retrouve principalement dans le graphite. Son intensité augmente avec le nombre de défauts. La faible intensité de la bande D suppose que le nanomatériau contient peu de défauts. Le rapport des intensités  $I_D/I_G$  est une caractéristique intéressante dans la mesure où il peut nous renseigner sur la quantité de défauts et donc de la qualité du nanocomposite (la qualité des nanotubes) [22].

**-Analyse de la bande G (1580 cm<sup>-1</sup>) :**

Pour un nanotube métallique, la partie G- de la bande G présente une allure de Breit Wigner. Pour un nanotube semi-conducteur, la partie G- de la bande G (formée de G+ et G-) présente une allure Lorentzienne [23]. La bande G correspond aux modes vibration tangentielle dans les plans des atomes du carbone.

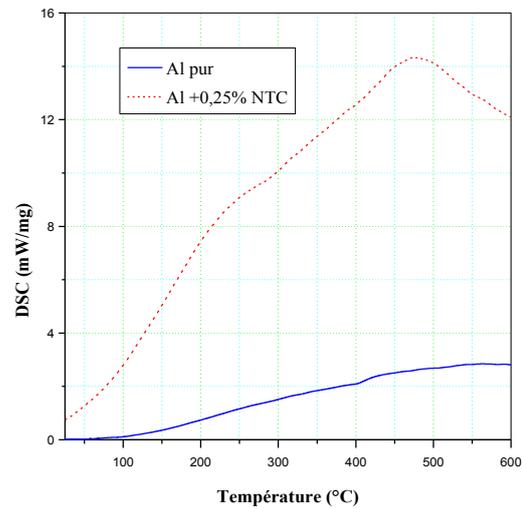
Le calcul montre que le rapport  $I_D/I_G$  du nanomatériau Al+0,25%NTC est égal à 0,81. Cet ordre de grandeur est relativement faible puisque d'après les données de la littérature le rapport est compris entre 05-3 [24-26]. Cela confirme que le nanocomposite Al + 0,25% NTC contient moins de défauts ce qui implique une amélioration des caractéristiques mécaniques de ce dernier.

Nous remarquons que la contrainte de l'aluminium pur ( $\sigma=140\text{MPa}$ ) est inférieure à celle du nanocomposite étudié ( $\sigma=200\text{MPa}$ ) [27]. Cette augmentation est liée à la formation de clusters dans la matrice d'aluminium. Ce résultat confirme l'amélioration des propriétés mécaniques du nanomatériau Al + 0.25%NTC [28].

**Caractérisations des propriétés thermodynamiques :**

**Résultats de l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) :**

La Figure 4 montre que le flux de chaleur (DSC) de Al + 0,25%NTC est intense par rapport à celui de l'aluminium pur préparé dans les mêmes conditions.

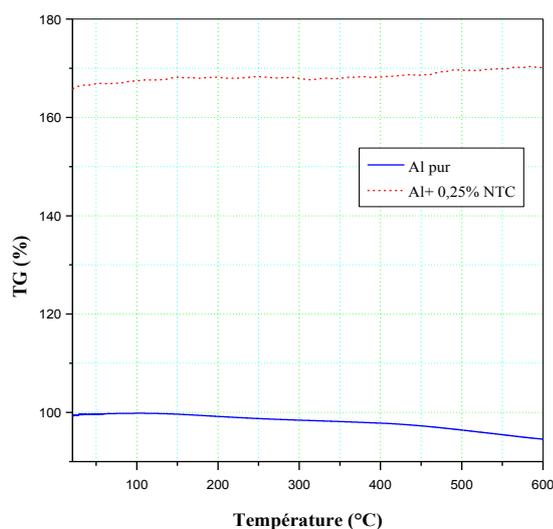


**Figure 4** : Calorimétrie différentielle à balayage du nanomatériau Al+0,25%NTC et de l'aluminium pur.

Les deux courbes représentatives ont des allures différentes. Celle du matériau pur est pratiquement linéaire et son intensité change peu. Alors que celle du nanocomposite a changé de forme et contient une anomalie calorimétrique inexistante dans le matériau pur. Les intensités des courbes calorimétriques sont très différentes l'une de l'autre. Une étude comparative entre les flux de chaleur du nanocomposite et de l'aluminium pur paraît intéressante. Cette comparaison a été faite de part et d'autre de l'anomalie calorimétrique pour éviter les effets de fluctuations. A 400°C, l'intensité de la (DSC) du nanocomposite est 6 fois plus importante que celle de l'aluminium pur. A 600°C, le facteur 6 passe à 4.

**Résultats de la thermogravimétrie :**

L'étude de la thermogravimétrie (Figure 5) donne un résultat similaire à celui de la DSC.



**Figure 5** : Thermogravimétrie du nanocomposite Al+0,25%NTC et de l'aluminium pur.

Concernant la thermogravimétrie, les deux courbes représentatives ont des allures différentes. La TG du nanocomposite Al+0.25% NTC est très intense devant celle de l'aluminium pur préparé dans les mêmes conditions sur tout le domaine de température étudié. Dans le domaine des hautes températures, les courbes thermogravimétriques des deux échantillons évoluent différemment. Celle du nanocomposite augmente légèrement avec une pente très faible. La TG de l'aluminium pur diminue. Donc, elle est relativement moins stable par rapport à celle du nanocomposite. Cette stabilité est due à l'introduction des nanotubes de carbone multiparois.

## CONCLUSION

L'étude de l'influence de l'addition de 0.25% de nanotubes de carbone multiparois dans l'aluminium a révélé un changement radical des propriétés thermodynamiques et structurales. L'analyse du spectre des rayons X du nanocomposite et de l'aluminium pur obtenu dans les mêmes conditions sont pratiquement confondus et ne font apparaître que les éléments purs. Par contre, les intensités des pics de l'aluminium sont très intenses devant ceux du nanocomposite.

Le spectre Raman du nanocomposite Al+0,25%NTC montre que les pics G et D ont augmenté d'intensité et se sont déplacés vers les hautes fréquences. Le calcul du ratio  $I_D/I_G$  montre que le rapport est relativement faible. Cela révèle que le nanocomposite contient moins de défauts. Ce résultat implique que l'introduction des nanotubes de carbone multiparois dans l'aluminium pur confirme le bon et l'amélioration du comportement mécanique du nanocomposite.

Les spectres infrarouges révèlent que les intensités des pics du nanomatériau sont intenses par rapport à ceux du matériau pur.

La courbe de la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) en fonction de la température montre qu'elle est plus intense devant celle de l'aluminium pur obtenu dans les mêmes conditions. A hautes températures, l'intensification devient très forte.

La thermogravimétrie du nanocomposite se comporte de la même manière que celle de la (DSC). L'intensité thermogravimétrique d'Al +0.25%NTC est importante que celle de l'aluminium pur. Les différentes techniques expérimentales utilisées pour la réalisation de ce travail sont complémentaires et confirment le rôle positif des NTC dans l'amélioration des propriétés du nanocomposite Al + 0,25%NTC.

## REFERENCES

- [1] Revo S, Alekseev A, Ivanenko E, Labii T, Boubertakh A and Hamamda S, Structure tribotechnical and thermophysical characteristics of the fluoroplastic carbonnanotubes material. *Nanoscale Research Letters* 2014, **9**:213.
- [2] Soares S, Ramos-Moore E, Müdelich F: A high Temperature X-ray diffraction study of the influence of MWCNT on the thermal expansion of MWCNT/Ni composite, *Carbon*, 2013, 51:404.
- [3] Deng C F, Ma Y X, Zhang P, Zhang X X, Wang D Z, Thermal expansion behaviors of aluminium composite reinforced with carbon nanotubes, *Materials Letters* 2008, 62: 2301.
- [4] Suryanarayana C, Nasser Al-Aqeeli N, Mechanically alloyed nanocomposites, *Progres in Materials Science* 2013, 58:383.
- [5] Noguchi T, Magario A, Fukazawa S, Shimizu S., Beppu J and Seku M, Carbon nanotube aluminium composite with uniform dispersion, *Materials Transactions* 2004, 45:602.
- [6] Stein J, AA5083 aluminium alloys reinforced with multi-walled carbon nanotubes microstructure and mechanical properties, Thèse de Doctorat en physique, 2012, Montpellier, France.
- [7] Deng C.F. Preparation and characterization of carbon nanotubes/aluminium matrix composites, *Mater. Lett.*, 2007, 61, p.1725-1728.
- [8] Laha T, Synthesis and characterization of plasma spray formed carbon nanotube reinforced aluminum composite, T.Laha, A.Agarwal, *Mater. Sci. Eng. A*, 2008, 480, p.323-332.
- [9] S.I. Cha, K.T. Kin, S.N. Arshad, C.B. Mo et S.H. Hong, Extraordinary strengthening effect of carbon nanotubes in metal-matrix nanocomposites processed by molecular-level mixing, *Advanced Materials*, 2005, 17, p.1377-1381.
- [10] S.R. Bakshi, D. Lahiri, A. Agarwal, Carbon nanotube reinforced metal matrix composite-a review, 2010, V.55, Issue 1, p. 41-64.
- [11] Lijie Ci, Zhenyu Ryu, Neng Yun Jin-Philippe Manfred Ruhle, Investigation of the interfacial reaction between multi-walled carbon nanotubes and aluminum, *Acta Materialia*, 2006, V.54, p.5367-5375.

- [12] Liu Z Y, Xiao B L, Wang W G, Ma Z Y, Elevated temperature tensile and thermal expansion of CNT/2009 Al composite, *Composites Science and Technology* 2012, 72:1826.
- [13] Suares S, Ramos-Moore E, Müdelich F, A high Temperature X-ray diffraction study of the influence of MWCNT on the thermal expansion of MWCNT/Ni composite, *Carbon* 2013, 51:404.
- [14] Deng C F, Ma Y X, Zhang P, Zhang X X, Wang D Z, Thermal expansion behaviors of aluminium composite reinforced with carbon nanotubes. *Materials Letters* 2008, 62: 2301.
- [15] Thermal analysis of Al+0.1% CNT ribbon, S. Revo, S. Hamamda, K. Ivanenko, O. Boshko, A. Djarri and A. Boubertakh, *Nanoscale Research Letters* 2015 **10**:170
- [16] Chunfeng Deng , XueXi Zhang, Dezun Wang, Qiang Lin, and Aibin Li, Preparation and characterization of carbon nanotubes/aluminum matrix composites, *Materials Letters*, 2007, V. 61, p.725–1728.
- [17] Revo SL, Sementsov Yu I, Lozovii FV, Ivanenko EA, Druga L. Structure and resistance of Al-C nanocomposite material. *Heat Treatment Surf Eng.* 2008, VIII:3.
- [18] S. Saadallah, T. Dorbani, S. Hamamda, S. Boubertakh et S. Revo, Coefficient de dilatation thermique du nano-composite Al +0,1%NTC/ *Récents Progrès en Génie des Procédés*, 2015, N. 107, p.1-7.
- [19] Y. Naoui, I Zerrouk, A Zahaf, S Revo, A Boubertakh, S Hamamda, Thermal expansion coefficient of polyethylene containing nanotubes of carbon, *Advanced Problems in Mechanics* 2015, p.66-67.
- [20] F Lozovyi, K Ivanenko, S Nedilko, S Revo, S Hamamda, Thermal analysis of polyethylene+ X% carbon nanotubes, *Nanoscale research letters* 2016 11 (1): 97.
- [21] T. Abid, Mémoire de magister, Université de Constantine (2007).
- [22] H. Zhidong, A.Fina, Thermal Conductivity of Carbon Nanotubes and their Polymer Nanocomposites: A Review, *Progress in Polymer Science*, 2011, 36(7), p. 914-944.
- [23] M. Berd, Thèse de doctorat, synthèse, comportement et caractérisation de nanostructures carbonées, composites nanotubes/fullerènes, soutenue en 2013, Tizi ouzou.
- [24] B.L. Crossley, N.E. Glauvitz, B.T. Quinton, R.A. Coutu, P.J. Collins, *Carbon nanotubes Applications on Electron Devices*, Prof. Jose Mauricio Marulanda (Ed.), 2011, ISBN: 978-953-307-496-2, In Tech.
- [25] A comparison between Raman spectroscopy and surface characterizations of multiwall carbon nanotubes, P. Delhaes , M. Couzi , M. Trinquescoste , J. Dentzer , H. Hamidou, C. Vix-Guterl, *Carbon*, 2006, 44, p.3005-3013.
- [26] Oxidation Stabilitiy of Multiwalled Carbon Nanotubes for Catalytic Applications, B. Frank, A. Rinaldi, R. Bulme, R. Schlögl, D.S. Su, *Chem. Mater.*, 2010, 22, p.4462-4470.
- [27] I. Ati, Thèse de Master, soutenue en 2015, Département de Physique, Université Frères Mentouri, Constantine1, Algérie.
- [28] Poirier D, Gauvin R, Drew R A I: Structural characterization of mechanically milled carbon nanotube/aluminium mixture.compos. A: *Appl. Sci. manuf.*, 2009, 40:1482.