

Frittage de carbure de bore nano-,microstructure par Spark Plasma sintering influence des matieres premieres sur le frittage et les proprietes mecaniques

L. Roumiguier, M. Stubner, N. Pradeilles, A. Jankowiak, G. Antou, A. Maitre

► To cite this version:

L. Roumiguier, M. Stubner, N. Pradeilles, A. Jankowiak, G. Antou, et al.. Frittage de carbure de bore nano-,microstructure par Spark Plasma sintering influence des matieres premieres sur le frittage et les proprietes mecaniques. Journees Annuelles du Groupe Francais de la Ceramique (GFC - 2017), Mar 2017, Rennes, France. cea-02434034

HAL Id: cea-02434034 https://cea.hal.science/cea-02434034

Submitted on 9 Jan 2020

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers. L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

DE LA RECHERCHE À L'INDUSTRIE



FRITTAGE DE CARBURE DE BORE NANO-,MICROSTRUCTURÉ PAR SPARK PLASMA SINTERING

INFLUENCE DES MATIÈRES PREMIÈRES SUR LE FRITTAGE ET LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES



Léna ROUMIGUIER^{1,2}, Mathilde STÜBNER¹, Nicolas PRADEILLES², Aurélien JANKOWIAK¹, Guy ANTOU², Alexandre MAITRE²

¹ DEN-Service de Recherches Métallurgiques Appliquées, CEA, Université Paris-Saclay, F-91191, Gif-sur-Yvette, France

² Laboratoire Science des Procédés Céramiques et de Traitements de Surface -SPCTS, UMR CNRS 7315, LIMOGES, France

GFC Rennes | Léna Roumiguier







XX MARS 2017

www.cea.fr

ea introduction

Contexte

Carbure de bore : céramique incontournable en réacteur (RNR)

→ propriété d'absorption de l'isotope 10 du bore



Schéma du réacteur d'ASTRID^[1]



Coupe d'un crayon absorbant irradié dans le réacteur Phénix ^[2]

Auparavant :

- Frittée par hot pressing à partir de poudre micrométrique
- Contraintes (rétention d'hélium sous irradiation et fort gradient en température)

Besoin : améliorer le comportement thermomécanique des pastilles sous **gradient thermique** et sous **irradiation** dans le temps

Objectif

Réalisation de pièces de forme avec :

- Propriétés thermomécaniques améliorées
- Dimensions représentatives pour réacteurs de 4ème génération (pastille cylindrique avec rapport hauteur/diamètre ≥ 1,2)

Axes de recherche

- Choix de la poudre de carbure de bore :
 - trois poudres nanométriques disponibles industriellement
 - une poudre sub-micrométrique
 - → Caractérisations physico-chimiques
- Consolidation des pastilles : comportement au frittage Spark Plasma Sintering
 - → Caractérisation de la microstructure
 - → Caractérisations mécaniques









Caractérisation des poudres disponibles industriellement

Caractérisations structurales	P.06
Caractérisations morphologiques	P.08
Analyse chimique	P.09

Densification et caractérisation de massifs

Frittage SPS des poudres pré-sélectionnées	P.11
Propriétés mécaniques des massifs frittés	P.12

Bilan

Conclusions et perspectives

P.15



CARACTÉRISATION DES POUDRES DISPONIBLES INDUSTRIELLEMENT

CARACTÉRISATIONS STRUCTURALES

Analyses par diffraction des rayons X



> H.C. Starck et Tekna : carbure de bore à l'état cristallisé

> Plasmachem et lolitec : peu de carbure de bore, phases secondaires

cea

CARACTÉRISATIONS STRUCTURALES

Analyses Raman



Nom	Déplacement des atomes [2]
lco5	Libration X et Y de l'icosaèdre
lco7	Translation selon X et Y des liaisons inter- icosaèdres (pseudo-rotation de la chaîne)
Ico9	Translation selon Z des triangles équatoriaux en antiphase
lco20	Étirement en phase des liaisons intra- icosaèdres
lco23	Élongation antisymétrique inter-icosaèdres polaire-polaire
Ch5	Allongement symétrique de la chaîne selon l'axe Z

- Poudres nanométriques : écrasement des pics dû au fort taux de carbone libre
- Élimination des poudres lolitec et Plasmachem au vu de leur composition chimique

[1] Stübner, M., 2016. Élaboration et caractérisation de B4C fritté par SPS à partir de poudres nanométriques disponibles industriellement. Stage de master au CEA Saclay

[2] Jay, A., 2015, Conception in silico d'une nouvelle phase de carbure de bore. Thèse à l'École Polytechnique, Université Paris-Saclay.





Granulométrie et observations microscopiques

Poudre	Gr	anulomét (en nm)	rie	Observations microscopiques	
	D[90]	D[50]	D[10]		
H.C. Starck	5000	800	260	Formes différentes, grains angulaires	
	Particules sphériques			Particules sphériques	
Tekna 334 170 96,7	La plupart < 50 nm, quelques grains plus gros jusqu'à 170 nm				



Poudre H. C. Starck



Poudre Tekna GFC Rennes | XX MARS 2017 | PAGE 8



ANALYSE CHIMIQUE



Poudre	mç	% O	m% N		m% H		m% C	
H. C. Starck	2,514	± 0,066	0,232	± 0,011	0,190	± 0,004	XX	XX
Tekna	6,020	± 0,163	0,226	± 0,010	0,346	± 0,008	XX	xx

Incertitudes de mesure :

Appareils de mesure :

- %O:0,071

- O, N, H :

- C:

- %N:0,076
- %H:0,043
- %C : XXX
 - Conclusion sur le taux de C
 - > Poudre Tekna très oxydée (pot accidentellement ouvert à l'air)



DENSIFICATION ET CARACTÉRISATION DE MASSIFS

FRITTAGE DES POUDRES SÉLECTIONNÉES

Frittage par Spark Plasma Sintering



→ Limitation du grossissement des grains dans des conditions optimisées

Poudre H.C. Starck (m \simeq 4 g) - 1650 °C, 5 min, 75 MPa

- Initiation du frittage T_1 : 1360 °C
- Frittage optimal T₂ : 1580 °C
- Porosité relative > 99%

Poudre Tekna (m \simeq 2,8 g) - 1500 °C, 5 min, 75 MPa

- Initiation du frittage T₁ : 1200 °C
- Frittage optimal T₂ : 1420 °C
- Porosité relative à déterminer



SPC

PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DES MASSIFS



Photo MEB microstructure

Caractérisations	H. C. Starck	Tekna
Nano-indentation		
Microdureté		
Constante d'élasticité dans le plan de pressage		
Taille des grains		

> Conclusions

DE LA RECHERCHE À L'INDUSTRI

C02

GFC Rennes | XX MARS 2017 | PAGE 12

SPC





- Discussion propriétés mécaniques : faire un lien entre les différentes caractérisations, les différences, ce qu'on attend, contextualiser
- Discussion par rapport à la bibliographie : Répartition de l'hélium dans le matériau, comment se fracture la pastille



Publication Zuppiroli à citer

GFC Rennes | XX MARS 2017 | PAGE 13



CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES



Conclusions

- Sélection de deux poudres au vu de leur composition chimique Tekna (nanométrique) et H. C. Starck (sub-micrométrique)
- Essais de frittage SPS
 - Détermination des températures optimales de frittage
 - Conclusions sur les propriétés mécaniques des frittés

Perspectives

- Essais de frittage SPS
 - Évolution de la taille des grains en fonction du temps de palier
 - Détermination des paramètres de densification
- Simulation numérique du procédé SPS
 - Confrontation avec les données expérimentales
 - Intégration des processus de densification/grossissement granulaire du B₄C

lena.roumiguier@unilim.fr

Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives Centre de Saclay | 91191 Gif-sur-Yvette Cedex T. +33 (0)1 69 08 34 28 | F. +33 (0)1 69 08 82 52

Etablissement public à caractère industriel et commercial | R.C.S Paris B 775 685 019

Direction : DEN Département : DMN Service : SRMA