



GFDM-FACE

Groupa Francophone de Densification de Matériaux
par Frittage Assisté sous Champ Electromagnétique

Journée thématique, 25 janvier 2021

Spark Plasma Sintering appliqué à la production de plaques de grandes dimensions

Sébastien LEMONNIER, Florence MOITRIER, Julie ROSSIT

French-German Research Institute of St Louis, 5 rue du Général Cassagnou, BP 70034, 68301 Saint Louis CEDEX

MOTS-CLES – Spark Plasma Sintering, Scale-up, céramique, carbure de bore

La technique de frittage Spark Plasma Sintering (SPS) fait l'objet de nombreux efforts de recherche motivés par une efficacité prometteuse dans l'élaboration de matériaux et en particulier de céramiques. En effet, de nombreuses études ont mis en évidence son potentiel pour développer, dans des temps très courts et à des températures remarquablement basses, des céramiques, des métaux, des composites et même des systèmes multicouches à des niveaux de densité élevés. Parmi l'ensemble des travaux rapportés dans les revues scientifiques à comité de relecture une grande majorité d'entre elles est focalisée sur le bénéfice apporté par cette technique sur la densification des matériaux et les propriétés finales, et, seule une petite minorité traite de la problématique de changement d'échelle. Cet aspect est néanmoins un passage obligé pour qui travaille dans le domaine de la protection balistique. En effet, les performances balistiques d'une protection ne peuvent être évaluées par des caractérisations mécaniques et / ou microstructurales puisqu'à ce jour, aucune relation claire entre elles n'a été établie. Les tests balistiques constituent l'unique moyen de déterminer les performances du matériau. En fonction de la menace considérée, les mécanismes impliqués peuvent varier de sorte que les dimensions de la cible doivent être spécifiquement adaptées.

Nous présenterons deux exemples de développement de matériaux pour une application balistique dans lesquels un changement d'échelle a été effectué. Le premier est un composite Al renforcé de nanodiamants dont l'évaluation balistique a été faite contre différents types de menaces, nécessitant le développement in fine de plaques de 120 mm de diamètre et 40 mm d'épaisseur. Le second est une céramique à base de Carbure de Bore B4C pour laquelle un diamètre de 60 mm pour une épaisseur de 9,6 mm ont été nécessaires. Les différentes étapes de l'approche mise en place sont présentées et discutée sur la base de caractérisations mécaniques et microstructurales. Finalement une extension à d'autres cas d'études tels que les polymères hautes performances et les céramiques transparentes clôturera cette présentation.

Spark Plasma Sintering de cryoaimants supraconducteurs MgB_2

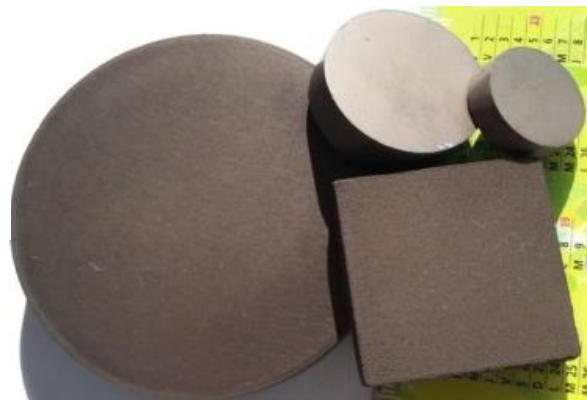
Y. Xing^{1*}, P. Bernstein¹, G. Chevallier², C. Estournès² et J. Noudem¹

¹Normandie Univ, ENSICAEN, UNICAEN, CNRS, CRISMAT, 14000 Caen, France

²CIRIMAT, Université de Toulouse, CNRS, Université Toulouse 3 - Paul Sabatier, 118 Route de Narbonne, 31062 Toulouse cedex 9 - France.

Résumé : Des cryoaimants supraconducteurs MgB_2 ont été préparés par frittage rapide "Spark Plasma Sintering " (SPS) à partir d'une poudre commerciale. Les échantillons ainsi obtenus, de différentes formes et tailles (Figure), présentent des densités relatives très élevées (98%). Dans un premier temps, leurs propriétés mécaniques ont été caractérisées. Les duretés élevées de l'ordre de 1100 Hv sont obtenues sont bien adaptées à une utilisation dans le domaine aéronautique (avions électriques) ou de l'énergie (éoliennes). Dans un second temps, une étude détaillée de leur force de lévitation magnétique a été menée en fonction de l'épaisseur et du diamètre à une température de 20 K, quand ils sont refroidis dans le champ magnétique généré par un aimant permanent NdFeB de 70mm de diamètre. Les résultats ont montré que l'épaisseur des échantillons n'a pas d'effet significatif sur les forces de lévitation, mais cette force augmente avec le diamètre. Les forces obtenues pour l'échantillon de 60 mm de diamètre atteignent des valeurs de l'ordre de 200 N, démontrant la possibilité d'intégrer des cryoaimants supraconducteurs MgB_2 dans des dispositifs de sustentation magnétique.

Figure : *Différentes formes d'échantillons MgB_2 consolidés au SPS*



*Email : yiteng.xing@ensicaen.fr



GFDM-FACE

Groupo Francophone de Densification de Matériaux
par Frittage Assisté sous Champ Electromagnétique

Journée thématique, 25 janvier 2021

Caractérisations mécaniques de céramiques élaborées par Spark Plasma Sintering

Mélanie ROUSSELLE^{1,2}, Arnaud FREGEAC^{1,2}, Florence ANSART¹, Guillaume
FRADET², Serge SELEZNEFF³, Claude ESTOURNES¹

¹ CIRIMAT, Université de Toulouse, CNRS, Université Toulouse 3 - Paul Sabatier, 118 Route de
Narbonne, 31062 Toulouse cedex 9 - France.

² SAFRAN AIRCRAFT ENGINES, site Corbeil, Route Henri Auguste Desbruères BP81, 91003
Evry, France.

³ SAFRAN Tech, Rue des jeunes bois, CHATEAUFORT CS 80112, 78772,
Magny-Les-Hameaux - France

MOT CLEFS : Spark Plasma Sintering, microstructure, propriétés mécaniques

Parmi les nombreux matériaux présents dans notre quotidien, les céramiques techniques occupent depuis longtemps une place importante. Leur domaine d'application est vaste et couvre autant les secteurs de l'énergie, du biomédical et des transports (automobile, aéronautique, spatial, etc...). La zircone ZrO_2 , communément stabilisée à l'yttrine Y_2O_3 , fait partie des céramiques réfractaire les plus étudiées dans ces différents domaines, elle se démarque notamment par son inertie chimique et ses propriétés mécaniques remarquable à température élevée.

L'optimisation des propriétés mécaniques de la zircone yttrée est possible grâce notamment au contrôle de sa microstructure : morphologie, taille de particule, taux de porosité. L'utilisation du procédé Spark Plasma Sintering étant largement reconnu pour obtenir des céramiques à microstructure contrôlée ^[1], des zircons poreuses ont été élaborées selon ce procédé afin d'être caractérisées mécaniquement.

Certains essais mécaniques spécifiques nécessitent d'ajuster le dimensionnement des échantillons. La gestion d'un changement d'échelle d'une zircone poreuse est présentée ici dans le but d'effectuer des essais d'abrasabilité ^[2]. Les propriétés mécaniques des échantillons de différentes dimensions sont comparées avant de qualifier les performances en abrasabilité des zircons poreuses.

Références

[1] – Chaim, R., Chevallier, G., Weibel, A., Estournes, C., Grain growth during plasma and flash sintering of ceramic nanoparticles: a review, *J Mater Sci*, vol 53 (n°5) pp 3087-3105.

[2] – A. Ribesse, Wear and erosion performance of metal-polymer hybrid materials facing multi-scale contact interactions, Thèse de doctorat, 2017.



GFDM-FACE

Group Francophone de Densification de Matériaux
par Frittage Assisté sous Champ Electromagnétique

Journée thématique, 25 janvier 2021

Elaboration par SPS de matériaux céramiques pour des applications à hautes températures

Aurélie JULIAN-JANKOWIAK, Johan PETIT, Jean-François JUSTIN, Rémi MAHOUS, Stefan DRAWIN

DMAS, ONERA-Université Paris-Saclay, Châtillon F-92322, France

MOTS-CLES – SPS, 150 mm, ZrC, Al₂O₃, B₄C, SiC

Afin de répondre aux exigences croissantes des domaines aéronautique, défense et spatial, l'Onera développe des matériaux pour des applications à hautes températures (propulsion, bord d'attaque,...) tels que des ultraréfractaires, des alliages métalliques ou encore des matériaux pour l'optique. L'Onera a récemment acquis une installation SPS de grande capacité fournie par Thermal Technology (USA) qui permet de réaliser des matériaux denses de la taille de l'échantillon (20 mm de diamètre) jusqu'au démonstrateur (300 mm de diamètre) à des températures très élevées (2500°C).

Les premiers travaux engagés portent sur la réalisation de plaques de 150 mm de diamètre de matériaux réfractaires tels que le SiC, le B₄C, le ZrC ou encore l'alumine à des températures supérieures à 1500°C. L'exemple du développement de métamatériaux à base de ZrC sera principalement développé en mettant en avant le passage d'un diamètre 40 mm à 150 mm. Par la suite, des travaux de modélisation de la thermique de l'installation ont été entrepris. Enfin, des travaux sont engagés pour effectuer des pressages à très haute pression en collaboration avec le LSPM et l'ICMPE.

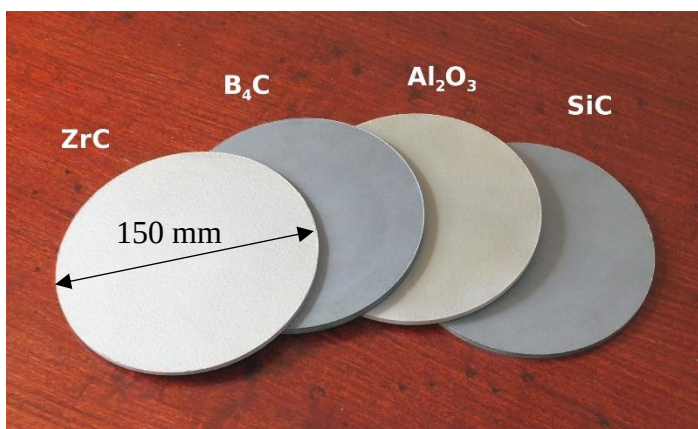


Figure : plaques de 150mm de diamètre frittées avec l'installation de l'Onera



GFDM-FACE

Groupa Francophone de Densification de Matériaux
par Frittage Assisté sous Champ Electromagnétique

Journée thématique, 25 janvier 2021

Elaboration par SPS de revêtements pour la protection à l'oxydation des alliages TiAl

Cécile DAVOINE, Marc THOMAS, Thomas GHENO

DMAS, ONERA-Université Paris-Saclay, Châtillon F-92322, France

MOTS-CLES – SPS, TiAl, revêtement

Dans un contexte d'allègement des structures de turboréacteurs et d'augmentation des températures de fonctionnement dans la turbine basse pression, les alliages intermétalliques TiAl sont prometteurs pour la gamme 600-850°C ; or leur température d'utilisation est actuellement limitée à 725°C pour en raison d'une tenue à l'oxydation insuffisante. L'objectif du projet est l'obtention d'une protection anti-oxydation efficace à 800°C grâce à l'ajout d'un revêtement dont la présence n'entraînera pas de dégradation des propriétés mécaniques en service. L'originalité des travaux repose sur l'intégration du revêtement pendant le procédé de frittage-flash utilisé pour la mise en forme de la pièce. L'enjeu des travaux menés était la mise au point concomitante de la composition du revêtement et du procédé. Les performances du système revêtu ont montré des résultats prometteurs.

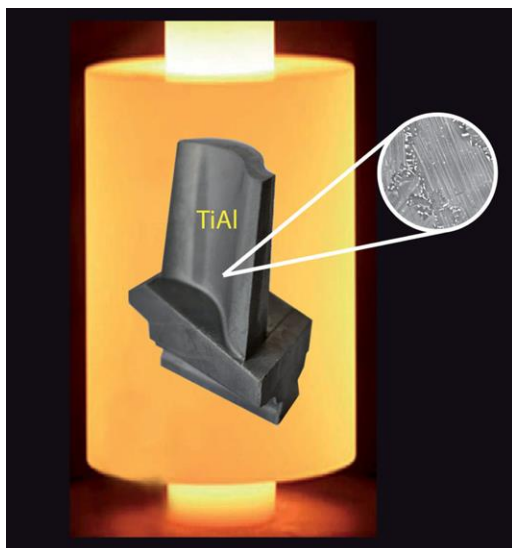
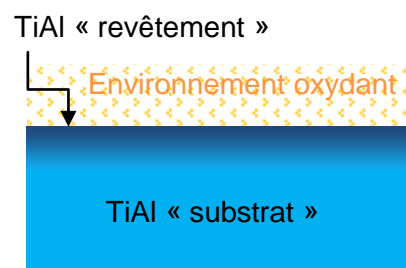


Illustration du frittage-flash et de la microstructure TiAl obtenue



Système de revêtement proposé