



Frittage micro-ondes et SPS sous charge : Cas de l'alumine avec ajouts insolubles pour applications balistiques

Institut franco-allemand de recherches de Saint-Louis

Fabian Delorme

Tél : 03.89.69.51.38 / Email : fabian.delorme@isl.eu

Laboratoire CRISMAT de Caen

Sylvain Marinel

Tél : 02.31.45.13.69 / Email : sylvain.marinel@ensicaen.fr

Laboratoire Interdisciplinaire Carnot Bourgogne (ICB – UMR 6303 CNRS / UBFC), Dijon

Frédéric Bernard

Tél. : 03-80-39-61-25 / 06-87-46-90-84/ E-mail : fbernard@u-bourgogne.fr

Dans le cadre de la protection balistique, un système de protection dit de "double dureté" est généralement utilisé. Il s'agit d'utiliser une **structure double** couche constituée par une céramique collée sur une face arrière, appelée « backing », souvent en composite [1]. La céramique a pour rôle de dissiper l'énergie cinétique du projectile tout en le fragmentant pour limiter sa capacité à traverser le « backing » dont la fonction est de retenir les fragments générés par l'impact. Des céramiques telles que Al_2O_3 , SiC, ou B_4C , sont généralement utilisées dans le domaine balistique du fait de leurs bonnes résistances à la compression, leurs duretés élevées, et leurs densités relativement faibles. Le rôle de la céramique dans cette technologie de protection « double dureté » est donc primordial, et la thèse proposée sera donc consacrée à cette première couche protectrice en recherchant à augmenter ses performances par une approche combinée « microstructure composite-procédé ».

Ainsi, le sujet proposé s'inscrit dans cette thématique et est motivé par le constat suivant :

La littérature scientifique, mais aussi des travaux antérieurs menés au laboratoire ICB de Dijon (Marché Ceram@NTC n°2014 92 0900), ont démontré que l'ajout en faible proportion de SiC, sous forme d'une poudre submicronique, voire nanométrique, permettait d'améliorer les performances balistiques de l'alumine. Plusieurs mécanismes peuvent être évoqués [2-4]:

- Effet des inclusions dispersées sur le freinage des joints de grains, pouvant aboutir à des microstructures fines favorables à l'augmentation de la dureté de la céramique
- Diminution de la déformation par fluage du fait de la présence de précipités en zone intergranulaire, réduisant les phénomènes de glissement de grains à grains.

- Renforcement de la cohésion intergranulaire avec un mode de rupture pouvant transiter d'un mode intergranulaire (alumine pure) à un mode intragranulaire (avec dispersion d'inclusions).

Le CRISMAT, grâce aux projets antérieurs (projets ANR BAMBI, MAMBO) a développé un outil de frittage de céramiques par chauffage micro-ondes permettant d'aboutir à des céramiques denses avec des propriétés mécaniques analogues à celles répertoriées sur des céramiques de référence [5]. Le frittage sera effectué sous air et une attention particulière sera portée aux phénomènes éventuels d'oxydation aux interfaces (SiC/matrice par exemple). L'ISL dispose des moyens de frittage pour éliminer la porosité ultime (frittage SPS, Spark Plasma Sintering) ainsi que des outils de caractérisation des céramiques. L'expérience acquise conjointement par le laboratoire ICB et celui de l'ISL dans la mise en œuvre des technologies de frittage sous chargement uniaxial (type SPS) ou isostatique (type HIP, Hot Isostatic Pressing), est aussi un gage de succès dans ce projet de thèse.

De ce constat, il ressort deux leviers possibles pour améliorer les performances balistiques de l'alumine : **Un volet "microstructural" et un volet "procédé"** pour le contrôle de la microstructure finale de la céramique issue d'un frittage sous charge.

Le volet microstructural consistera à dresser un état de l'art de l'effet des ajouts de phases insolubles dans l'alumine sur le frittage, les microstructures et les propriétés mécaniques. Ce premier volet sera essentiellement une phase de bibliographie qui aboutira au choix d'un système. **Le deuxième volet, orienté procédé**, sera d'évaluer expérimentalement la technique de frittage micro-ondes **sous charge** sur le système avec ajouts. Une attention particulière sera portée au choix des ajouts, en recherchant une phase dont les propriétés de couplage avec le rayonnement micro-ondes sont très élevées (ex=SiC, B₄C, etc.). Les microstructures (porosité, distribution des phases secondaires, taille des grains, etc.) seront aussi caractérisées de même que les propriétés mécaniques (dureté et ténacité en particulier). **Une étude analogue sera menée avec le frittage SPS**. En effet, ces deux procédés se différencient par le mode de chauffage, mais aussi par la configuration (Hot-press par SPS avec l'utilisation d'un moule en graphite et configuration frittage-forgeage par micro-ondes, avec la liberté de fluage radial). Si la partie SPS est bien mature et ne nécessite pas de développement particulier du procédé, il conviendra d'équiper une cavité micro-ondes par une presse uniaxiale. Cette partie "procédé" sera aussi développée dans le cadre d'un projet complémentaire à la thèse (projet ASTRID DGA). Ainsi, les activités de recherche du doctorant seront de fritter ces poudres dites composites en optimisant les paramètres d'élaboration (SPS et micro-ondes) puis de caractériser très finement leur microstructure (microscopies électroniques à balayage, MEB et à Transmission, MET) ainsi que leurs propriétés associées. Les mécanismes de frittage seront déterminés notamment en utilisant les données expérimentales (courbes de densification) et les modèles analytiques de frittage. Une partie simulation des procédés/matériaux est incluse dans le projet ainsi que la caractérisation balistique des pièces, mais sera conduite conjointement dans le cadre du projet de recherche déposé (projet ASTRID). A titre d'illustration, la figure 1 représente une photographie du dispositif micro-ondes ainsi qu'un schéma de l'enceinte SPS.

La direction de la thèse sera assurée conjointement par Sylvain Marinel (CRISMAT), Frédéric Bernard (ICB) et Fabian Delorme (ISL). Nous recherchons un(e) candidate motivé(e), titulaire d'un MASTER 2 recherche en science des matériaux et/ou d'un diplôme d'ingénieur, disposant

d'une bonne aptitude à communiquer et ayant déjà démontré sa capacité à conduire un projet de recherches de manière rigoureuse et efficace. **Les candidats intéressés devront transmettre aux 3 personnes mentionnées un CV ainsi qu'une lettre de motivation par courrier électronique avant le 10 mars 2022.**

Le calendrier prévisionnel est le suivant :

Février-mars/2022= sélection des candidats

22/04/2022 : date limite de dépôt du dossier avec le ou la candidat(e) retenu(e).

09/06/2022 : publication du résultat

01/10/2022 : début de la thèse.

La thèse prévue sera cofinancée DGA-ISL et bénéficie de conditions intéressantes pour l'étudiant(e).

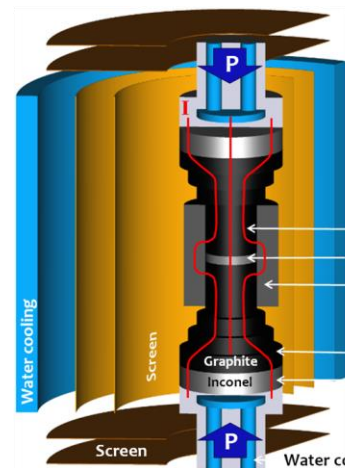
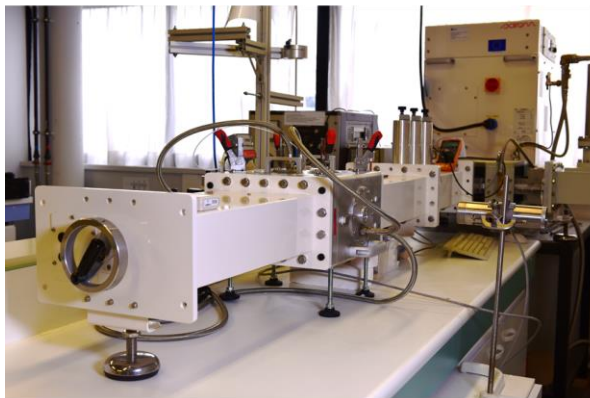


Figure 1: A gauche: cavité micro-ondes pour le frittage des céramiques
A droite: enceinte SPS pour le frittage des céramiques composites

Références

- [1] Runqiang Chi, Ahmad Serjouei, Idapalapati Sridhar, Geoffrey E.B. Tan, Ballistic impact on bi-layer alumina/aluminium armor: A semi-analytical approach, *International Journal of Impact Engineering* 52 (2013) 37-46
- [2] Mohankumar Madhana, Gopalakrishnan Prabhakaran, Microwave versus conventional sintering: Microstructure and mechanical properties of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC}$ ceramic composites, *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, Volume 58, Issue 1, January–February 2019, Pages 14-22
- [3] Zhiyong Zhua, Zengbin Yina, Dongbo Honga, Juntang Yuana, Preparation of complex-shaped $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiCp}/\text{SiCw}$ ceramic tool by two-step microwave sintering, *Ceramics International*, Volume 46, Issue 17, 1 December 2020, Pages 27362-27372.
- [4] Xingxing Lyuab, Ziyong Zhaoab; Hongliang Sunab, Xiaosong Jiangab, Chunfeng Huab, Tingfeng Songc, Zhiping Luod, Influence of Y_2O_3 contents on sintering and mechanical properties of $\text{B}_4\text{C-Al}_2\text{O}_3$ multiphase ceramic composites, *Journal of Materials Research and Technology* Volume 9, Issue 5, September–October 2020, Pages 11687-11701.
- [5] Sylvain Marinel, Charles Manière, Anthony Bilot, Christelle Bilot, Christelle Harnois, Guillaume Riquet, François Valdivieso, Christophe Meunier, Christophe Coureau, and François Barthélemy, Microwave Sintering of Alumina at 915 MHz: Modeling, Process Control, and Microstructure Distribution, *Materials*, 2019 Aug; 12(16): 2544.