



Colloque de la commission mixte
« Poudres et Matériaux Frittés » de la SF2M et
du GFC

Poudres et Matériaux Frittés 2013

22 au 24 mai 2013

Belfort



Recueil des communications

Colloque : Poudres et matériaux Frittés 2013

Rencontre organisée par :

Le GFC – Groupe Français de la Céramique
La SF2M – Société Française de Métallurgie et de Matériaux
L'Université de Technologie de Belfort Montbéliard - IRTES – LERMPS

Comités d'organisation :

Comité Local

Christian Coddet
Lucas Dembinski
Frédérique Petithory

Comité Scientifique composé des membres de la commission mixte SF2M/GFC/RFM

AYRAL A	Univ Montpellier
BARON M	Enstimac
BERNARD F	Univ Bourgogne
BERTRAND G	Univ Toulouse
BIENVENU Y	Mines ParisTech
BONHOMME A	Schneider Electric
BONNEFOY V	Federal Mogul
BOUVARD D	Simap Grenoble
CHAIX JM	Simap Grenoble
CURY R	Plansee
DUBOIS S	Univ Poitiers
ESTOURNES C	Univ Toulouse
FANTOZZI G	Insa-lyon
FEDERZONI L	Cea
GAFFET E	Univ Lorraine
GROSDIDIER T	Univ Lorraine
GROSSEAU P	ENSM St Etienne
HOUIVET D	Univ Caen
KARNATAK N	Groupe Mecachrome
LECOMPTE JP	Univ Limoges
LEMONNIER S	Institut St Louis
LERICHE A	Univ Valenciennes
MOREL J	Tridelta
MUHR H	Univ Lorraine
PASTOR H	
RIOU A	Eramet Erasteel
VALDIVIESO F	ENSM St Etienne

Le colloque Poudres et Matériaux Frittés veut aborder tous les problèmes allant des poudres aux pièces en service, tant sur les aspects expérimentaux et technologiques que sur les aspects modélisation.

Thèmes proposés :

Conférences invitées :

"Poudres et matériaux frittés dans l'aéronautique : l'expérience EADS"
GOURDET Sophie
EADS France

"La Métallurgie des poudres dans le nucléaire et chez AREVA"
CEDAT Denis
AREVA

"La technologie poudre au service de l'économie de matière : quelques exemples dans le domaine de l'énergie"
BURLET Hélène
CEA LITEN

Sessions :

- Propriétés & caractérisations
- Frittage sans charge
- Fabrication additive
- Synthèse de poudres
- Mise en forme
- Frittage flash & sous charge

Le colloque PMF 2013 à Belfort souhaite mettre l'accent sur les
« **technologies de fabrication additive** »

PROGRAMME

Mercredi 22 mai 2013

- 09:00 Accueil des participants
- 10:00 Introduction
- 10:20 Conférence invitée :
Poudres et matériaux frittés dans l'aéronautique : l'expérience EADS - GOURDET Sophie - EADS France

Session : Propriétés & caractérisations

- 11:00 Caractérisation de l'endommagement dans les matériaux composites métalliques amorphes/cristallins frittés au SPS - FERRE Antoine - INSA LYON
- 11:20 Elaboration et caractérisation de composites à matrice d'aluminium renforcée par des nanotubes de carbone multifeuillets - HOUSAER François - Université de Lille 1
- 11:40 Evaluation des performances tribologiques des aciers frittés comme siège de soupape de moteur automobile - MESSAADI Saha - Université de Lyon
- 12:00 Characterization and interface control of diamond/Al composites for heat sink applications - JI GANG - Université de Lille 1
- 12:20 *Repas*

Session : Frittage flash & sous charge

- 14:00 Observations microstructurales de matériaux métalliques en cours de densification par frittage flash - TRZASKA Zofia - CEMES - CNRS Toulouse
- 14:20 Frittage du cuivre nano-structuré par SPS - CHAMPION Yannick - ICMPE – CNRS Paris
- 14:40 Dynamic compaction résistance sintering : effet de l'impact sur les propriétés physiques du cuivre – MOITRIER Florence - Institut St Louis
- 15:00 Spark Plasma Sintering : la problématique du changement d'échelle - NAIMI Foad - Université de Bourgogne
- 15:20 *Pause café / Posters*
- 16 :20 Elaboration d'alliages TiAl et mise en forme d'aubes de turbine par frittage flash - MONCHOUX J-Philippe - CEMES - CNRS Toulouse
- 16 :40 Frittage flash (SPS) du tungstène pour les composants face au plasma des machines de fusion magnétique - AUTISSIER Emmanuel – CEA
- 17:00 Densification par compression isostatique à chaud d'une poudre de SiC revêtue de nickel par mécanofusion - NECHICHE Mustapha - Université de Poitiers

17:45 *Départ pour Belfort*
18:00 *Visite de la citadelle de Belfort et cocktail*

Jeudi 23 mai 2013

9:00 Conférence invitée :
La Métallurgie des poudres dans le nucléaire et chez AREVA - CEDAT Denis – AREVA

Session : Frittage sans charge

9:40 Mise au point d'une cellule de frittage micro-ondes hybride: application à l'alumine en cavité monomode - CROQUESEL Jérémy - Simap Grenoble

10:00 Comparaison du frittage par micro-ondes et du frittage conventionnel de l'alumine : effet de la nature des poudres - ZUO Fei - Ecole Nationale Supérieure des Mines de St Etienne

10:20 *Pause café*

11:00 Le frittage induction de composites base argent: influence des paramètres expérimentaux sur les propriétés finales - BIGUEREAU Edouard - Simap Grenoble

11:20 Etude in situ du frittage d'oxydes de lanthanides et d'actinides par HT-MEBE - CLAVIER Nicolas - ICSM Marcoule

11:40 Modélisation des déformations et des contraintes au cours du frittage d'un matériau bi-couches épaisses - VALDIVIESO François - Ecole Nationale Supérieure des Mines de St Etienne

12:00 Etude du fluage et de la recouvrance des argiles utilisées dans la fabrication de la céramique - LARBI Hammadi - Université de Mascara, Algérie

12:20 *Repas*

Session : Synthèse de poudres

14:00 Pilot-scale platform for nanopowder synthesis by laser/plasma hybrid processes - LECONTE Yann – CEA

14:20 Elaboration et caractérisation de poudre de verres métalliques base Zr - DEMBINSKI Lucas - Université de Belfort Montbéliard

14:40 Synthèse de nanostructures poreuses d'oxyde de fer : mécanismes de synthèse, évaluation des propriétés structurales et électrochimiques - GERBER Olivier - IPCMS université de Strasbourg

15:00 Elaboration d'aciers renforcés par dispersion de nano-oxydes en tant que matériaux de structure pour les réacteurs nucléaires de Génération IV - LOYER Marie – CEA

15:20 *Pause café / Posters*

16:20 Synthèse de nanoparticules de silicium enrobées de carbone par un nouveau procédé : la pyrolyse laser à double étage - QUINSAC Axelle – CEA

- 16:40 Synthèse de poudres de zircone yttrée nanométriques par voie sol-gel assistée par CO₂ supercritique et comportement au frittage - HERTZ Audrey - CEA
- 17:00 Correlation of nucleation-growth steps of Zinc Oxide nanoparticles versus the supercritical water conditions (P,T) - PIOLET Romain - Université de Bourgogne
- 18:00 *Départ Musée Peugeot à Sochaux*
- 18:20 *Visite + Repas de Gala*

Vendredi 24 mai 2013

- 9:00 Conférence invitée :
La technologie poudre au service de l'économie de matière : quelques exemples dans le domaine de l'énergie - BURLET Hélène - CEA LITEN

Session : Mise en forme

- 9:40 Mise en forme par laser de céramiques à l'état cru - PREUX Nicolas - Belgian Ceramic Research Centre – Mons
- 10:00 Elaboration de dépôts nanocristallins d'oxyde de zinc à la surface des textiles pour applications à la fois photocatalytiques, auto-nettoyantes et anti-bactériennes - CHAMPAGNE Philippe - LMCPA – Université de Valenciennes
- 10:20 *Pause café*

Session : Fabrication additive

- 11:00 Elaboration par projection à froid (Cold Spray) d'alliages de cuivre à hautes caractéristiques mécaniques - CODDET Pierre-Laurent - INCFI Grenoble
- 11:20 Règles de conception pour la fabrication additive de matériaux cellulaires en titane par « Electron Beam Melting » - SUARD Mathieu - Simap Grenoble
- 11:40 Développement d'alliage base aluminium avec la procédé de microfusion laser sur lit de poudre - DEMBINSKI Lucas - Université de Belfort Montbéliard
- 12:00 La fabrication additive par fusion laser d'un lit de poudre : déclencheur de ruptures technologiques et moteur d'innovations - BAUER Philippe - Groupe Thales
- 12:20 *Clôture de la conférence*
- 12:30 *Repas*
- 14:00 *Réunion commission PMF*

Posters

P 1

Nanotubes de carbone fonctionnalisés, caractérisation physico-chimique et toxicité pulmonaire

GROSSEAU Philippe

Ecole Nationale Supérieure des Mines de St Etienne

P 2

Influence de la teneur en aluminium sur la microstructure et la tenue à l'oxydation des cupro-aluminium élaborés par frittage

AZEM Said

P 3

Rôle de la composition de la poudre dans l'élaboration de pièces médicales par fabrication additive

DEMBINSKI Lucas

Université de Belfort Montbéliard

P 4

Etude de caractérisation des multi-matériaux W_2C -WC-Ni-Fe obtenues par compactage frittage

FOUCHAL Nassima

P 5

Optimisation of the $Ga(1-x)Fe_3O_3$ ceramic processing towards Magnetolectric Applications

ROULLAND François

IPCMS université de Strasbourg

P 6

Production d'un Composite à Matrice Métallique par la technologie PIM dans le but d'obtenir un effet de synergie

LEBEL Florimonde

CRITT MDTs

P 7

Effet des défloculants sur le Comportement rhéologique de trois argiles utilisées dans la céramique

BOUDJENANE Nasr-Edd

P 8

Etude du fluage et de la recouvrance des argiles utilisées dans la fabrication de la céramique

LARBI Hammadi

Université de Mascara, Algérie

P 9

Projection thermique des poudres fonctionnalisées pour des applications en aéronautique

IACOB Constantin

Lifco-industrie

P 10

Mécanismes de consolidation et de densification du cuivre lors du frittage SPS

COLLET Romaric

ICB Dijon

P 11

Influence de l'homogénéité cationique sur le frittage des oxydes $Th_{1-x}U_xO_2$

CLAVIER Nicolas

ICSM - Bagnols / Cèze

P 12

Caractérisation de l'endommagement dans les matériaux composites métallique amorphe/cristallin frittés au SPS

FERRE Antoine

Insa de Lyon

P 13

Comportement mécanique de fibres de SiC de dernière génération sous irradiation aux ions à haute température

HUGUET GARCIA Juan

P 14

Observations microstructurales de matériaux métalliques en cours de densification par frittage flash

TRZASKA Zofia

CEMES – Toulouse

Communications orales

Mercredi 22 mai 2013

Conférence invitée

Poudres et matériaux frittés dans l'aéronautique : l'expérience EADS

Sophie GOURDET et Laëtitia KIRSCHNER

EADS France, département Innovation Works, 12 rue Pasteur, BP76, 92152 SURESNES

Résumé

La très grande majorité des pièces métalliques utilisées dans l'aéronautique et le spatial est issue de la métallurgie du lingot classique. La métallurgie des poudres reste un marché de niche, mais qui revêt une importance toute particulière du fait de la forte valeur ajoutée des pièces produites. Alors que les améliorations actuelles sur les matériaux métalliques sont limitées à quelques pourcents sur les caractéristiques visées en utilisant la métallurgie du lingot, la métallurgie des poudres rend possible de véritables sauts technologiques, que ce soit au niveau des caractéristiques mécaniques ou de la réalisation de géométries complexes. Face aux inévitables compensations industrielles lors de signature de contrat (qui peuvent par exemple se traduire par la délocalisation d'une partie de la production dans le pays acheteur), il est important qu'un industriel comme EADS garde toujours une intelligence d'avance afin de préserver son savoir-faire et ses emplois. De plus, cela permet de limiter la sous-traitance de la fabrication de ces pièces dans des pays à bas coût, le constructeur aéronautique gardant encore pour le moment la responsabilité des composants à forte valeur ajoutée ou à haut savoir-faire technologique.

Au sein du groupe EADS, deux grandes catégories d'application ont émergés ces dernières années. Il s'agit d'une part des composites à matrice métalliques (CMM), notamment des alliages d'aluminium renforcés par des particules de carbure de silicium, et d'autre part des pièces produites par fabrication additive.

Dans le cas des composites à matrice métallique à renforts particuliers, la métallurgie des poudres offre une très grande liberté par rapport aux différentes voies liquides existantes (moulage-malaxage, infiltration de préformes). Le choix de la matrice et des renforts est plus étendu (composition chimique, fraction volumique, taille de renfort) et les microstructures produites beaucoup plus fines. Cela confère au matériau des propriétés très supérieures en termes de caractéristiques mécaniques, de formabilité et d'usinabilité. EADS Innovation Works a accompagné Eurocopter dans le développement de CMM combinant tenue en fatigue, résistance à l'usure et rigidité dès les années 1980. Les bonnes propriétés obtenues ont conduit Eurocopter à introduire en 1997 des composites Al/SiCp sur des pièces mécaniques de rotor (manchons de pale, plateaux cycliques). Dans les années à venir, des progrès sont attendus sur la résistance mécanique et l'usinabilité. En revanche, la tolérance aux dommages, qui est un point faible des CMM, sera sans doute beaucoup plus difficile à améliorer.

La fabrication additive, qui permet de fabriquer couche par couche des pièces massives à partir notamment de poudre métalliques, permet d'allier réduction du cycle de fabrication, diminution de la quantité de matière mise en œuvre et flexibilité dans la géométrie des pièces, tout en conservant des propriétés mécaniques comparables à celles obtenues par fonderie. Elle convient tout particulièrement aux pièces complexes de petites séries et est très compétitive pour des matériaux chers et difficilement usinables, comme le titane. De nombreux développements ont été menés par EADS Innovation Works à partir des années 2000 afin d'améliorer la robustesse du procédé, de garantir la santé de la matière produite et d'obtenir de bons états de surface et des géométries complexes, non atteignables par les procédés classiques (fonderie, usinage). En 2011, Astrium a envoyé dans l'espace la première ferrure en titane produite par fabrication directe. Les développements continuent afin d'adapter le procédé à d'autres matériaux (aluminium, CMM) et pour obtenir des géométries encore plus complexes, permettant l'ajout de fonctionnalités.

SESSION

Propriétés & caractérisations

Caractérisation de l'endommagement dans les matériaux composites amorphe/cristallin frittés au SPS

Antoine FERRÉ¹, Eric MAIRE¹, Sylvain DANCETTE¹

¹ LABORATOIRE MATEIS, INSA de Lyon, 69621, VILLEURBANNE

Résumé

Les matériaux composites amorphe/cristallin peuvent être trouvés dans les polymères, les céramiques et les systèmes métalliques. Les derniers matériaux produits dans ce domaine sont des métaux amorphes contenant des inclusions cristallines. Ils ont été produits pour surmonter les problèmes de ductilité en tension des verres monolithiques amorphes. Cette faible ductilité en traction étant due à un fort cisaillement plastique localisé, la présence d'inclusions métalliques modifie le comportement plastique et favorise le glissement multiple. Les propriétés mécaniques de ces nouveaux matériaux (et spécialement le processus de rupture) doivent encore être clarifiées. Les composites étudiés sont issus de poudres (Figure 1) et sont frittés au SPS. La matrice d'aluminium est sous forme cristalline et les inclusions de verre métallique (VM) sont sous forme amorphe.

L'imagerie rapide 3D est une méthode idéale pour caractériser de façon non destructive l'endommagement en 3D dans ces composites. Le contraste d'atténuation permet de distinguer facilement la phase amorphe de la phase cristalline (Figures 2 et 3). La tomographie rapide aux rayons X (Figures 2 et 3) durant un essai de traction continue ou interrompue permet d'obtenir une image précise du processus d'endommagement à un instant donné (initiation, croissance et coalescence).

La modélisation vise à mettre en place les outils des mécanismes d'endommagement observés. L'approche envisagée consiste à discrétiser la microstructure réelle, telle qu'obtenue par la tomographie, en éléments finis (Figure 4) avec les critères d'endommagement appropriés. La simulation directe des essais permet d'enrichir leur analyse et d'apporter des éléments de compréhension sur les mécanismes d'endommagement observés. Cette modélisation peut être approfondie en prenant en compte la nature cristalline de la matrice d'aluminium. Cela peut être réalisé à l'aide de cartographies des orientations cristallines obtenues en microscopie EBSD (Electron Back Scattered Diffraction, Figure 5) par exemple.

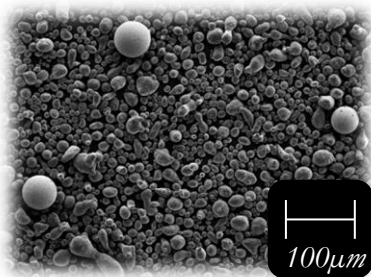


Figure 1 : Poudre aluminium et VM

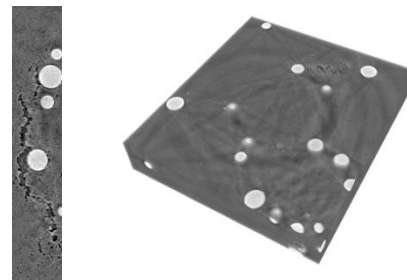


Figure 2 : Tomographie aux rayons X

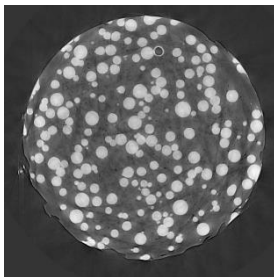


Figure 3 : Tomographie aux rayons X

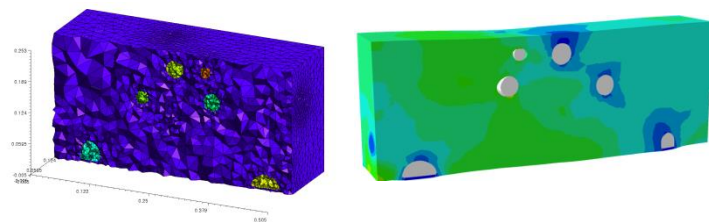


Figure 4 : Modélisation par éléments finis

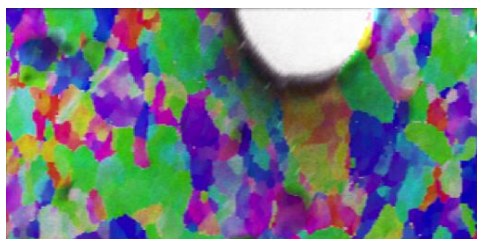


Figure 5 : Image EBSD

Elaboration et caractérisation de composites à matrice d'aluminium renforcée par des nanotubes de carbone multifeuillets

François HOUSAER¹, Alexandre LEGRIS¹, Franck BECLIN¹, Gang JI¹, Matthieu TOUZIN¹,
Ahmed ADDAD¹, Rajashekhara SHABADI¹, David TINGAUD²

¹UMET, UMR 8207, Université Lille1 Bât. C6, 59655, Villeneuve d'Ascq

²LSPM, Université Paris13, Institut Galilée, 99av. J.B. Clément, 93430, Villetaneuse

Résumé

La faible masse de l'aluminium (Al) est ici associée aux remarquables propriétés physiques et mécaniques des nanotubes de carbone multifeuillets (MWCNTs, MultiWalled Carbon Nanotubes) [1]. Les propriétés mécaniques de ce composite dépendent de sa microstructure qui doit rester fine et homogène et de la bonne dispersion des nanotubes aux joints de grains. C'est pourquoi la métallurgie des poudres est utilisée. Une attention particulière est portée, à la fois, à la préparation des poudres afin d'améliorer la dispersion des nanotubes au sein de la matrice métallique et au cycle de frittage pour optimiser la densité.

Le procédé de préparation des poudres composites Al/MWCNTs se décompose en plusieurs étapes. Les nanotubes subissent une série de traitements physiques et chimiques successifs : tout d'abord une dispersion mécanique (d), puis une attaque acide (fHNO_3) et enfin un traitement de surface avec un surfactant anionique (SDS) [2]. Après chaque étape, une petite quantité de nanotube est prélevée et broyée avec l'aluminium. Les matières organiques sont alors éliminées à 400°C sous atmosphère d'Argon et le mélange Al/MWCNTs est consolidé par Spark Plasma Sintering (SPS) ou Hot Pressing (HP).

Les résultats présentés ici ne concernent que les composites consolidés par SPS. Les micrographies présentées en Fig. 1 (a) et (b), communes à l'ensemble des matériaux composites, révèlent une microstructure dense sans porosité et la présence de quelques agglomérats de MWCNTs. De plus les grains d'Aluminium, aplatis par le broyage, sont alignés perpendiculairement à l'axe de compression. La Fig. 2 montre que la microdureté Vickers augmente après chaque étape de préparation de la poudre (jusqu'à environ 25% par rapport à l'aluminium pur) ce qui indique l'amélioration de la dispersion des nanotubes. De plus, la différence de microdureté entre les sections transverse et longitudinale des matériaux, non observée pour l'aluminium pur, semble indiquer que les joints de grains où sont localisés les nanotubes jouent un rôle important dans le renforcement des composites. L'étude de l'interface Al/MWCNTs par microscopie électronique en transmission met en évidence une phase complexe aux joints de grains composée d'une phase amorphe (Al, O, C). Quelques plans de bases des MWCNTs peuvent aussi être observés, révélant ainsi leur structure en multi-feuillets conservés malgré les divers traitements (Fig. 3). Ces observations devraient nous permettre de mieux appréhender les mécanismes de renforcement à l'œuvre dans ces matériaux.

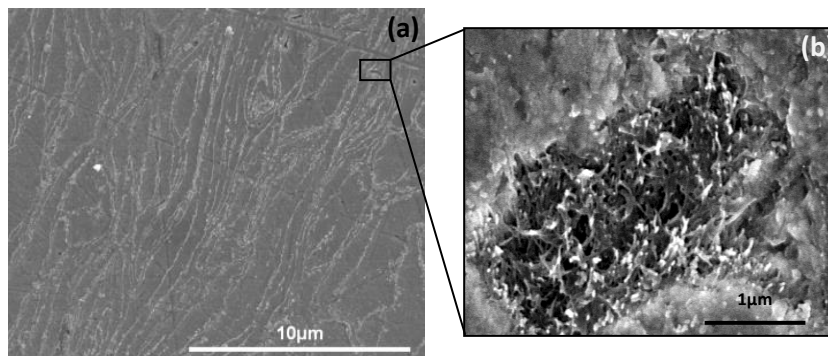


Figure 1 : (a) et (b) Micrographies MEB du composite Al/MWCNTs(0.5wt%)-sds.

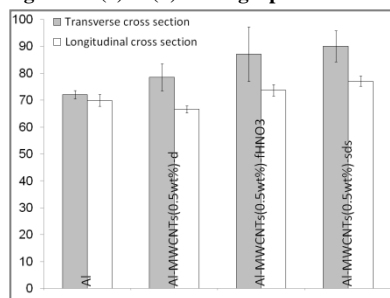


Figure 2 : Microdureté Vickers des composites.

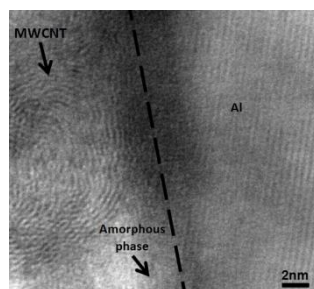


Figure 3 : Micrographie MET de l'interface Al/MWCNTs.

Références

[1] S. Iijima, « Helical microtubules of graphitic carbon », Nature, No. 354, pp 56-58, 1991.

[2] I. Sridhar, K.R. Narayanan, « Processing and characterization of MWCNT reinforced aluminium matrix composites », Journal of Materials Science, No. 44, pp 1750-1756, 2009.

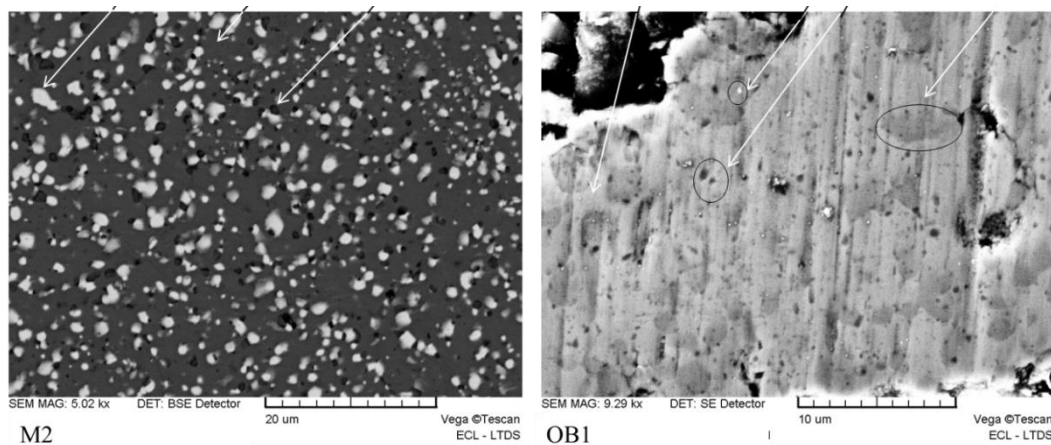
Evaluation des performances tribologiques des aciers frittés comme siège de soupape de moteur automobile.

Maha MESSAADI, Philippe KAPSA

Laboratoire de Tribologie et Dynamiques des Systèmes, UMR CNRS 5513 ECL-ENISE, Ecole Centrale de Lyon, 36 avenue Guy de Collongue 60134 Ecully Cedex, France

Résumé

Pour un moteur à explosion d'automobile, les sièges de soupape sont fabriqués à partir de la métallurgie des poudres. Ce travail a pour objectif de comparer le comportement en frottement et la résistance à l'usure de deux aciers frittés de différentes compositions chimiques en relation avec leurs propriétés microstructurales et mécaniques distinctes. Il s'agit d'un acier rapide M2 et d'un acier nouvellement développé nommé OB [1].



Observation par microscope électronique à balayage des microstructures des aciers frittés M2 et OB1.

Le frottement et l'usure de ces matériaux ont été évalués par des tests de frottement de type bille/plan en mouvement rectiligne alternatif sous condition de chargement similaire à celle du contact réel soupape/siège. Ensuite, la perte de matière sous une sollicitation combinée d'impact suivi de glissement a été étudiée afin de se rapprocher des conditions réelles de fonctionnement. Les expériences impact-glissement ont été réalisées sur le banc développé à l'école Centrale de Lyon. L'acier OB1 semble présenter un coefficient de frottement inférieur à celui d'M2. Sous impact-glissement, les profondeurs d'usure mesurées sur l'acier OB sont inférieures à ceux d'M2. Des explications des mécanismes d'endommagement en corrélation avec les microstructures des aciers sont discutées.

Références

[1] Press Release, New powder for valve seat offers optimal proprieties at 20% lower cost, Hoganas 2009-03-26.

Interface characterization of diamond/Al composites with enhanced thermal properties for thermal management applications

Gang JI¹, Zhanqiu TAN², Zhiqiang LI², Rajashekhara SHABADI¹, Ahmed ADDAD¹, Di ZHANG²

¹ *Unité Matériaux et Transformations, UMR CNRS 8207, Université Lille 1, 59655 Villeneuve d'Ascq, France* ² *State Key Laboratory of Metal Matrix Composites, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200240, China*

Abstract

Electronic packaging requires interconnecting, powering, protecting and cooling of semiconductor circuits for use in a variety of microelectronic applications. For microelectronic circuits, the main type of failure is thermal fatigue, due to the different Coefficients of Thermal Expansion (CTE) in combination of materials in semiconductor chips and packaging materials. In addition, because the power density increases rapidly, the ability to dissipate heat becomes a very important factor for the reliability of electronic components. An effective packaging can eventually lead to good heat dissipation and, thereby effective thermal management, and in return better performance and possible further miniaturization of the components. First and second generation substrate materials, e.g. Cu, Cu-Mo, Cu-W and Al-SiC, due mainly to their limited Thermal Conductivities (TC) up to around 400 W/mK, are no longer sufficient to meet the needs of heat removal of the most recent power electronic devices. An Al matrix composite reinforced by diamond particles - the material with a very high TC (up to 2200 W/mK at room temperature) and concomitantly a very low CTE (around 3 ppm/K) - has been recently developed and appear promising in order to improve the performance limit of electronic devices [1]. When diamond particles are embedded in the Al matrix, the interface plays a crucial role in determining the overall TC of the composite; an ideal interface should provide good adhesion as well as minimum thermal boundary resistance. To date, the published results have mainly addressed technological development by optimizing processing conditions, mainly by improving interfacial bonding to enhance the global thermal properties of the composites [2-6]. Regarding the thermal boundary resistance, in fact, influence of the interface formation and diffusion on the interface conductance is still not clearly understood. This however constitutes the challenge since further improvement of thermal properties can only be achieved if the thermal conductance of the interface is increased.

In the present work, we aim at interface characterization of the diamond/Al composites produced by conventional Vacuum Hot Pressing (VHP). Various interfacial configurations are mainly characterized by using in-depth (High-Resolution) Transmission Electron Microscopy ((HR)TEM). As illustrated in Figure 1, TEM analysis reveals an amorphous layer rich in C, O, Al and S formed at the diamond/Al interface of a VHPed composite. Our results further confirm that the interface states at the nanoscale can be tailored by choosing VHP processing parameters.

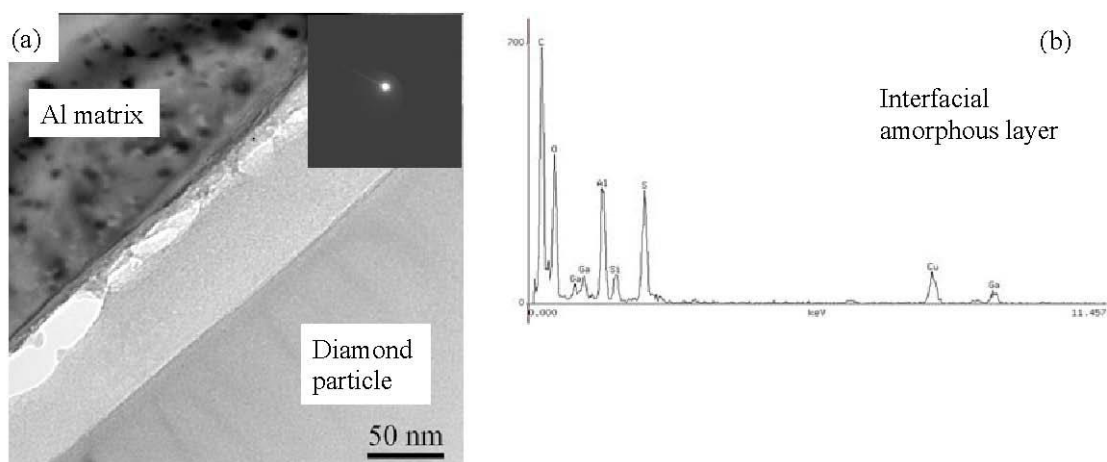


Figure 1: (a) TEM bright-field image showing an amorphous layer at the diamond/Al interface, inset is a diffuse ring pattern corresponding to the amorphous phase, (b) EDX spectrum of the interfacial amorphous layer

References

- [1] T. Schubert, B. Trindade, T. Weißgärber and B. Kieback, *Materials Science & Engineering A* 475 (2008) 39-44.
- [2] T. Schubert, Ł. Ciupiński, W. Zieliński, A. Michalski, T. Weißgärber and B. Kieback, *Scripta Materialia* 58 (2008) 263-266.
- [3] M. Schöbel, H.P. Degischer, S. Vaucher, M. Hofmann and P. Cloetens, *Acta Materialia* 58 (2010) 6421-6430.
- [4] Z.Q. Tan, Z.Q. Li, G.I. Fan, X.Z. Kai, G. Ji, L.T. Zhang, D. Zhang, *Diamond and Related Materials*, 31 (2013) 1-5.
- [5] Z.Q. Tan, Z.Q. Li, G.I. Fan, X.Z. Kai, G. Ji, L.T. Zhang, D. Zhang, *Composites: Part B*, 47 (2013) 173-180.
- [6] Z.Q. Tan, Z.Q. Li, G.I. Fan, Q. Guo, X.Z. Kai, G. Ji, L.T. Zhang, D. Zhang, *Materials and Design*, 47 (2013) 160-166.

SESSION

Frittage flash & sous charge

Observations microstructurales de matériaux métalliques en cours de densification par frittage flash

Zofia TRZASKA, Jean-Philippe MONCHOUX

CEMES CNRS UPR 8011, 29 rue Jeanne Marvig, 31055, TOULOUSE

Résumé

Dans ce travail nous cherchons à identifier les mécanismes métallurgiques se produisant au cours du frittage flash de matériaux métalliques modèles (Ni, TiAl, Ni-Cu). La physique permettant d'expliquer la rapidité du frittage, au cours du frittage flash, est encore très mal connue. Nous allons donc essayer de comprendre comment la présence du courant électrique et les fortes vitesses de montée en température influent sur les mécanismes de densification classiques.

Nous effectuons une comparaison entre le frittage flash et le pressage à chaud sur le Ni et le TiAl, de manière à comparer les cinétiques de frittage de ces deux techniques, en utilisant des conditions expérimentales aussi proches que possible. Une part importante du travail consiste à étudier la déformation plastique, à l'échelle microscopique, des particules de poudres en cours de densification. Nous avons donc mis en place une procédure de préparation, spécifique aux échantillons poreux, pour observations par MET. En effet, l'amincissement électrolytique ne permet pas d'obtenir des trous à bord mince avec ces échantillons. L'amincissement par bombardement ionique, quant à lui, introduit des dégâts d'irradiation. Récemment, nous avons commencé la préparation de lames minces par FIB. L'avantage de cette technique réside dans le fait que l'on puisse prélever la lame mince à la jonction entre particules ou au centre d'une particule, mais elle introduit également des dégâts d'irradiation.

Frittage du cuivre nano-structuré par SPS

Judith Monnier¹, Loïc Perrière¹, Benjamin Villeroy¹, Claude Godart¹, Yannick Champion¹

¹ ICMPE UMR-7182 CNRS – Université Paris Est Créteil, 2 rue Henri Dunant, 94320 Thiais

Résumé

Cette étude est consacrée au frittage « flash » du cuivre nano-structuré, afin de mettre en évidence l'effet de la nano-structure à la fois sur les paramètres de frittage, notamment la température, ainsi que sur les propriétés, tant mécaniques que structurales, du matériau fritté.

La poudre de cuivre est produite par la technique de fusion cryogénique en lévitation électromagnétique, puis recuite ou non sous atmosphère réductrice afin d'éliminer les oxydes de surface. La courbe de retrait, et donc la température de frittage, a été établie au cours d'un cycle de frittage préliminaire, puis des essais interrompus ont été réalisés afin d'atteindre 25, 50, 75 et 100 % de densification, pour les deux lots de poudre (réduite ou non). Les échantillons obtenus ont ensuite été caractérisés en termes de densité, structure (DRX), morphologie (MEB) et de propriétés mécaniques (essais de compression).

A partir de ces résultats, nous essayons de contribuer à la compréhension de l'effet nano sur le frittage, et des mécanismes de frittage assisté par courant électrique des matériaux métalliques.

Dynamic Compaction Resistance Sintering: Effet de l'impact sur les propriétés physiques du cuivre

P. ACQUIER^{1,2,3}, E. MOITRIER¹, S. LEMONNIER¹, N. ALLAIN-BONASSO^{2,4},
A. RUSINEK³, T. GROSDIDIER^{2,4}, E. BARRAUD¹

¹ **Institut franco-allemand de recherches de Saint-Louis – ISL, 5 rue du Général Cassagnou, 68301 Saint-Louis Cedex**

² **Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux – LEM3, CNRS UMR 7239, Université de lorraine - Metz, 57045 Metz-Cedex**

³ **LaBPS - Laboratoire de mécanique Biomécanique Polymère Structure, ENIM – Ecole Nationale d'Ingénieurs de Metz, 1 route d'Ars Laquenexy, 57078 Metz Cedex**

⁴ **Laboratory of Excellence on Design of Alloy Metals for low-mAss Structures – DAMAS, Université de Lorraine - Metz, 57045 Metz**

Résumé

Durant le procédé de frittage résistif, des poudres métalliques ou céramiques sont mises en forme dans une matrice graphite sous une contrainte mécanique uniaxiale tout en étant chauffées par effet Joule. Cette combinaison permet d'atteindre des vitesses de chauffe élevées tout en abaissant la température de frittage car l'application de la pression permet de diminuer la température de frittage. Cependant, l'obtention de matériaux totalement denses reste difficile à cause de la limitation en contrainte de l'outillage graphite (< 100 MPa). Le potentiel de cette technologie peut donc être amélioré par une modification dans le mode d'application de la pression.

Partant de cette idée, une nouvelle approche de frittage a été développée en intégrant l'application d'une pression dynamique tout en conservant la pression uniaxiale quasistatique, créant ainsi un nouveau procédé, le Dynamic Compaction Resistance Sintering (DCRS). A partir d'un dispositif des barres d'Hopkinson, aussi appelé Split Hopkinson Pressure Bar (SHPB), il est possible d'appliquer une contrainte mécanique dynamique. Cette contrainte mécanique ayant pour caractéristiques une vitesse de déformation élevée ($10^2 - 10^4 \text{ s}^{-1}$) et une contrainte importante ($\approx \text{GPa}$), combinée à une pression uniaxiale quasi-statique (5 à 100 MPa), pourrait permettre d'obtenir des matériaux aux propriétés originales.

La présentation introduit une description de ce procédé avec ses caractéristiques thermiques et mécaniques. Les potentialités de cette technologie sont analysées via la consolidation par frittage d'une poudre de cuivre. Les propriétés physiques des comprimés obtenus suivant différentes contraintes thermomécaniques sont discutées selon l'historique de mise en forme du matériau.

Spark Plasma Sintering : la problématique du changement d'échelle

F. Naimi, M. Ariane, J-C. Niepce, F. Bernard

Laboratoire Interdisciplinaire CARNOT de Bourgogne (UMR 5209 CNRS), 9 Av. A. Savary, BP 47870 – 21078 Dijon
foad.naimi@u-bourgogne.fr

Résumé

La technologie FAST (Field Assisted Sintering Technology) est essentiellement connue sous l'appellation SPS (Spark Plasma Sintering). Toutefois, le sigle SPS semble être une appellation consacrée par le principal fabricant, la société japonaise SPS SYNTEX (anciennement SUMITOMO Coal Mining); il serait donc préférable de la désigner par l'appellation générique FAST. Cette technique n'est pas nouvelle et a été durant presque quarante ans développée au Japon exclusivement par des industriels et, en particulier, par la compagnie Sumitomo avec un soutien du Ministère de l'Industrie. L'idée de consolider des matériaux métalliques par des procédés de décharges électriques a été proposée dans les années 30 [1]. A partir de ce concept, trois procédés de frittage "flash" ont été développés et commercialisés ces dernières années. Il s'agit des procédés d'électrofrittage (HEDS - "Hot Electric Discharge Sintering"), "Plasma Activated Sintering" (PAS) et "Spark Plasma Sintering" (SPS). Dans les années 90, un nouveau procédé appelé "Field-Activated Pressure-Assisted Synthesis" (FAPAS) [2,3] a également été développé, mais est toujours à l'échelle laboratoire. Ces procédés sont similaires aux méthodes conventionnelles de pressage à chaud puisque les poudres sont soumises tout au long du frittage à une charge uniaxiale. En revanche, au lieu d'utiliser une source externe de chaleur, le chauffage est assuré par le passage d'un courant de forte intensité (DC, DC pulsé ou AC) à travers les pistons de compression en cuivre de la presse, puis à travers les pistons et la matrice en graphite, voire à travers l'échantillon dans le cas de matériaux conducteurs. Le moule agit donc comme une source de chaleur impliquant un gradient de courant et, par conséquent, de température. Il a été montré expérimentalement et par modélisation, qu'un gradient de température à l'intérieur des composés peut en résulter [4]. Cette distribution de température au sein des échantillons peut avoir une influence non négligeable voire néfaste sur l'homogénéité des caractéristiques du matériau donc de ses performances. En effet, de nombreux auteurs ont rapporté que les lignes de courant peuvent provoquer un gradient de densité (supérieure au bord), une hétérogénéité microstructurale et, par conséquent, un gradient des propriétés mécaniques du bord vers le centre des échantillons [5]. Les phénomènes qui régissent le frittage sont toutefois encore mal connus et font l'objet de nombreuses recherches afin de maîtriser ce procédé qui permet de fritter, d'assembler et de synthétiser différents types de matériaux (métaux, céramiques, polymères, composites,...) [6]. Cependant, sans qu'il soit aujourd'hui clairement expliqué, l'avantage essentiel du procédé FAST, par rapport aux technologies bien connues comme la compression isostatique à chaud ou le pressage uniaxial à chaud, réside dans des temps de frittage très courts, quelques secondes à quelques minutes [6]. Il est communément signalé, par ailleurs, des températures de frittage plus basses. Le procédé FAST autorise ainsi la possibilité de fabriquer des matériaux présentant des performances exceptionnelles comme celles associées (i) à l'élaboration de nanomatériaux denses par une limitation de la croissance des grains (ii) à la fabrication de pièces à gradients de toutes sortes et (iii) à la possibilité de réaliser des assemblages homogènes ou hétérogènes sans apport de matière. La majorité des résultats communément relatée dans la littérature traite de la réalisation de pièces de petite section. Dans le cas de réalisation des pièces de grande section (diamètre supérieur à 30mm) divers problèmes se posent tel que :

- Le dimensionnement de l'outillage lors du changement d'échelle.
- L'adaptabilité d'un cycle optimisé dans le cas de la réalisation d'une pièce de petite section à la réalisation d'une pièce de grande section.
- L'obtention de l'homogénéité thermique et donc microstructurale au sein des grandes pièces.

References

- [1] Pulse electric current synthesis and processing of materials, Proceedings of the 6th Pacific Rim Conference on Ceramics and Glass Technology (PacRIM6), September 11-16 2005, Maui, Hawaii, edited by Munir Z. A., Ohyanagi M., Tokita M., Khor M., Hirai T. and Anselmi-Tamburini U., *Ceramics Transactions*, Volume 194, 2006, A John Wiley and Sons, INC.
- [2] Munir Z. A., Charlot F., Bernard F., Gaffet E., One-Step Synthesis and Consolidation of Nanophase Materials, U.S. Patent No.:US.6,200,515 (2001).
- [3] Munir Z. A., Woolman J. N., Petrovic J. J., Microalloying of transition metal silicides by mechanical activation and field-activated reaction - US Patent No.:6 613 276 (2003).
- [4] Anselmi-Tamburini U., Gennari S., Garay J. E., Munir Z. A., Fundamental investigations on the spark plasma sintering/synthesis process: II. Modeling of current and temperature distributions, *Mater. Sci. Eng. A394*, 139, (2005).
- [5] Ji G., Goran D., Bernard F., Grosdidier T., Gaffet E., Munir Z.. Structure and composition heterogeneity of FeAl alloy prepared by one-step synthesis and consolidation processing and their influence on grain size characterization. *J. Alloys and Comp.* 420, 158, (2006).
- [6] Orru R., Licheri R., Mario Locci A., Cincotti A., and Cao G., *Materials Science and Engineering R63*, 127 (2009).

Elaboration d'alliages TiAl et mise en forme d'aubes de turbine par frittage flash

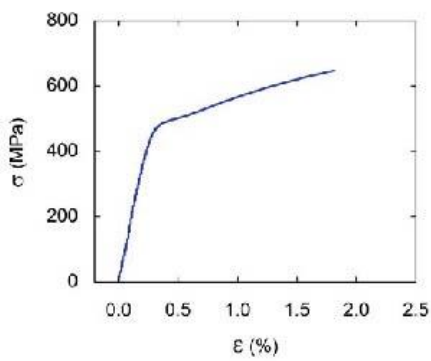
Jean-Philippe MONCHOUX^{1,2}, Thomas VOISIN^{1,2}, Houria JABBAR^{1,2}, Lise DURAND^{1,2}, Alain COURET^{1,2}

¹ CEMES CNRS UPR 8011, 29, rue Jeanne Marvig, BP 94347, 31055 TOULOUSE cedex 4

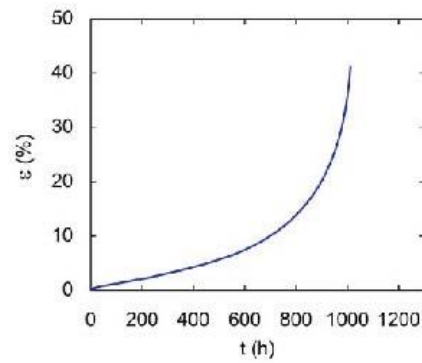
² Université de Toulouse, UPS, 31055, TOULOUSE

Résumé

Nous présentons ici les microstructures et les propriétés mécaniques en traction et en fluage de plusieurs nuances d'alliages TiAl élaborées par frittage flash. Nous analyserons les paramètres microstructuraux qui permettent d'obtenir le meilleur compromis pour ces deux modes de sollicitation mécanique. Puis, nous montrerons comment il nous a été possible de mettre en forme, en une passe de frittage flash, une préforme d'aube de turbine en TiAl à l'échelle 1/3.



(a)



(b)



(c)

Propriétés mécaniques d'un alliage TiAl contenant des éléments lourds (nuance G4, $Ti_{50,8}Al_{47}W_1Re_1Si_{0,2}$) en traction à température ambiante (a) et en fluage à 700°C sous 300 MPa (b). Aube de turbine réalisée (c).

Frittage flash (SPS) du tungstène pour les composants face au plasma des machines de fusion magnétique

Emmanuel AUTISSIER¹, Marianne RICHOU¹, Ludivine MINIER², Foad NAIMI², Frédéric BERNARD²

¹CEA, IRFM, F-13108 SAINT-PAUL-LEZ-DURANCE, France

²Laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne, UMR 6303 CNRS-UB, 9 Av. Alain Savary, BP 47870, 21078 DIJON Cedex, France

Résumé

Dans les futurs réacteurs de fusion nucléaire, un des composants clé est le Divertor. Il permet un équilibre du plasma. Il est constitué de 54 cassettes. Chaque cassette contient trois éléments : une cible verticale interne, une cible verticale externe et un dôme. Ces cibles sont placées à l'intersection des lignes de force du champ magnétique, là où les particules de plasma très énergétiques viennent percuter les composants, cédant leur énergie sous forme de chaleur. La charge thermique prévue sur ces composants varie de 5 à 20 MW/m² pendant des durées d'environ 6 min. En conséquence, les composants face au plasma (CFPs), doivent être refroidis de manière active par une circulation d'eau. Parmi les matériaux capables de résister à de tels flux de chaleur, le tungstène est un excellent candidat comme matériau faisant face au plasma (armure). En effet, la température de fusion du tungstène est de 3422 °C, il est réfractaire et s'érode peu lorsqu'il est exposé à un plasma. Pour faciliter l'évacuation de la chaleur, les CFPs sont également constitués d'un matériau de structure, l'alliage CuCrZr. Cependant, la différence de coefficient de dilatation thermique entre le tungstène et le CuCrZr implique une couche de compliance (CuOFHC) entre ces deux matériaux. A ce jour la fabrication des CFPs reste un challenge technologique pour garantir l'intégrité du composant en fatigue sous flux de chaleur [1]. Dans le cadre de ce travail, il est proposé d'aller vers un matériau à gradient de fonction (MGF) assurant une transition continue entre le W et le CuCrZr. Ces types de matériaux évitent les interfaces, diminuent les différences de coefficient de dilatation thermique et peuvent ainsi améliorer les propriétés thermo-mécaniques du composant.

Pour fabriquer de tels composants comme les MGF, les procédés de la métallurgie des poudres sont souvent mis en œuvre comme la technologie SPS [2]. Ainsi, en vue de fabriquer un MGF W/CuCrZr, il a été décidé tout d'abord d'étudier le frittage par SPS d'une poudre de W commerciale (ref. 4-5µm). Il s'agissait d'établir la carte de frittage de cette poudre en étudiant l'influence des paramètres SPS (température, pression, vitesse de montée en température, temps de maintien, ...) sur la microstructure et la densité du W fritté. Les conditions pour obtenir un block de W présentant une densité supérieure à 96% ont été déterminées (2200°C/100Mpa). Toutefois, pour envisager le co-frittage du CuCrZr, il est indispensable de réduire cette température. Trois solutions ont été étudiées : (i) la réalisation d'un traitement thermique de dégazage en vue d'éliminer la couche d'oxyde (WO₃), (ii) le broyage mécanique à haute énergie de la poudre commerciale en vue de réduire la taille des cristallites et d'augmenter la quantité de défauts structuraux et (iii) l'addition de nanoparticules d'Y₂O₃. Il convient de souligner que la combinaison de ces trois actions pourraient être la solution la plus pertinente car les premiers essais de frittage d'une poudre W-Y₂O₃ sont très encourageants puisque un W plus dense à pu être obtenue à 1700°C.

Références

- [1] M. Missirlian et al., Phys. Scr. T145 (2011) 014080 (7pp)
- [2] Orru R., Licheri R., Mario Locci A., Cincotti A., and Cao G., *Materials Science and Engineering* **R63** (2009) 127.

Densification par compression isostatique à chaud d'une poudre de SiC revêtue de nickel par mécanofusion.

Mustapha NECHICHE^{1,2}, Sylvain DUBOIS¹, Véronique GAUTHIER-BRUNET¹, Saïd AZEM²

¹ Institut PPRIME, CNRS-Université de Poitiers-ENSMA, UPR 3346, Boulevard M. et P. Curie, BP 30179, 86962 Chasseneuil du Poitou-Futuroscope Cedex, France.

² Laboratoire Elaboration, Caractérisation des Matériaux et Modélisation (LEC2M), Université Mouloud MAMMARI de Tizi-Ouzou. PB17, 15000. Algérie.

Résumé

L'élaboration de matériaux par frittage de poudres revêtues permet d'aboutir à de meilleures propriétés, dues à une excellente homogénéité de répartition des constituants et une combinaison des caractéristiques à l'échelle des particules. Parmi les techniques d'enrobage des poudres, la mécanofusion est un procédé mécanique par voie sèche basé sur la combinaison de contraintes de friction-cisaillement-compression exercées sur les particules hôtes et d'enrobage à une grande fréquence.

L'objet de ce travail est d'enrober des particules de carbures de silicium par du nickel nanométrique par mécanofusion et d'étudier la densification de la poudre revêtue par compression isostatique à chaud (CIC).

Dans un premier temps, les paramètres de revêtement du SiC ont été déterminés en faisant varier les paramètres de mécanofusion (durées de prétraitement du SiC et de mécanofusion du mélange SiC-Ni, entrefer marteaux-paroi et vitesse de rotation de chambre). Les résultats montrent que le revêtement est totalement recouvrant après 12 h de mécanofusion à 1700 tr/min avec un entrefer de 2 mm.

Dans un second temps, la poudre revêtue, tassée et encapsulée sous vide dans une enveloppe en cuivre, est frittée par CIC. Les cycles optimaux de température et de pression susceptibles d'assurer une bonne densification du matériau ont été déterminés. Après frittage CIC, une couche de siliciure de nickel δ -Ni₂Si se forme à l'interface Ni-SiC ; parallèlement, la structure cristalline de SiC est modifiée et on détecte la présence de carbone dans la matrice de nickel.

Jeudi 23 mai 2013

Conférence invitée :

La Métallurgie des poudres dans le nucléaire et chez AREVA

CEDAT Denis

AREVA

SESSION

Frittage sans charge

Mise au point d'une cellule de frittage micro-ondes hybride: application à l'alumine en cavité monomode

Jérémy CROQUESEL¹, Didier BOUVARD¹, Claude. P CARRY¹, Jean-Marc CHAIX¹

¹Laboratoire SIMaP / GPM2, UMR CNRS 5266 Bât ENSE3 Site Ampère, 101 rue de la physique, Domaine Universitaire, BP 46, 38402 Saint Martin d'Hères Cedex

Mots clés : alumine, frittage micro-ondes, pyrométrie, suscepteur, isolant

Une cellule a été développée pour l'étude du frittage micro-ondes hybride de poudres d'alumine en cavité monomode. La configuration hybride utilise ici un suscepteur qui assure un chauffage radiatif homogène de l'échantillon jusqu'à la température à laquelle l'alumine couple directement avec les micro-ondes. Un isolant en alumine poreuse, transparent aux micro-ondes, isole thermiquement la cellule, homogénéise la température et permet d'atteindre des vitesses de chauffe $\geq 200^\circ\text{C}/\text{min}$. Un orifice dans la face supérieure de la cellule permet la mesure de température par un pyromètre bichromatique.

La mesure de température par pyrométrie est étalonnée dans les conditions réelles de frittage. Elle est fortement dépendante du rapport des émissivités $k = \varepsilon_1/\varepsilon_2$ de la surface de mesure aux longueurs d'onde λ_1 et λ_2 . Une méthode d'étalonnage de k (un écart de 5% sur k équivaut à un ΔT d'environ 60°C à 1550°C) prenant comme référence le point de fusion du palladium (1554°C) a été développée et permet de s'assurer de la température de l'alumine à 1550°C avec une précision de $\pm 17^\circ\text{C}$.

Des échantillons d'alumine alpha $15\text{m}^2/\text{g}$ (pure et dopée 500 ppm MgO) et gamma $95\text{m}^2/\text{g}$ (dopée 500 ppm MgO et ensemencée alpha) ont été frittés à 1550°C (5min) avec des vitesses de 100 et $200^\circ\text{C}/\text{min}$. Les densités finales de l'alumine alpha pure et gamma sont équivalentes à celles d'un frittage conventionnel à $25^\circ\text{C}/\text{min}$. Un écart de densité de 3% est constaté entre l'alumine alpha pure (99%) et l'alumine gamma (96%).

Comparaison du Frittage par Micro-ondes et du Frittage Conventionnel de l'Alumine: Effet de la Nature des Poudres

Fei ZUO , Sébastien SAUNIER , Dominique GOEURIOT

Centre SMS / LGF – UMR-CNRS 5307, ENS Mines de Saint-Etienne, 158 cours Fauriel, 42023 St-Etienne

Résumé

Le frittage par micro-ondes est une nouvelle technologie de chauffage rapide utilisée pour l'élaboration de matériaux par le procédé de métallurgie des poudres. Cette méthode de frittage est non seulement économique en temps et en énergie, mais peut aussi permettre d'améliorer les propriétés finales du matériau. Cependant, l'effet bénéfique que peut apporter le chauffage par rayonnement électromagnétique n'est pas encore complètement compris.

Le présent travail étudie le processus de frittage par micro-ondes de l'alumine. Pour cela des comparaisons sont faites entre frittage micro-ondes et frittage conventionnel en appliquant des cycles thermiques identiques. Pour les deux procédés de densification, l'évolution de la densification et les microstructures finales des échantillons ont été analysées et comparées. L'énergie d'activation du stade intermédiaire de frittage a été respectivement évaluée par la méthode de Master Sintering Curve et celle développée par Wang et Raj, en utilisant différentes vitesses de chauffage. Par ailleurs, les comparaisons sont réalisées pour différentes poudres d'alumines de surface spécifique différentes et de différents teneurs en dopant magnésie.

Les relations entre le gain micro-ondes, la nature de la poudre d'alumine et de la quantité de dopant en magnésie apportent des éléments utiles pour comprendre les facteurs qui sont liés à l'amélioration de la densification dans le cas du frittage par micro-ondes de l'alumine.

Le frittage induction de composites base argent: influence des paramètres expérimentaux sur les propriétés finales

Edouard BIGUEREAU^{1,2}, Didier BOUVARD^{1,2}, Jean-Marc CHAIX^{1,2}, Sophie ROURE³

¹ Univ. Grenoble Alpes / SIMaP, 38000, GRENOBLE, France

² CNRS / SIMaP, 38000, GRENOBLE, France

³ Schneider Electric, 38320, EYBENS, France

Résumé

Les contacts électriques base argent utilisés dans les disjoncteurs basse et moyenne tension sont couramment fabriqués par métallurgie des poudres. De nos jours, des moyens de chauffage autre que les fours classiques apparaissent pour fritter, par exemple des dispositifs de chauffage assisté par champ. Dans cette catégorie, on peut citer le chauffage par induction qui permet de porter à haute température une zone localisée d'une pièce massive grâce aux courants de Foucault. Cette technologie de chauffage peut être adaptée au frittage des composites base argent étant donné leur conductivité électrique élevée. En vue d'optimiser ce procédé qui ne nécessite pas l'application d'une charge et qui est potentiellement ultrarapide, il est nécessaire d'étudier l'influence des paramètres du procédé sur le matériau final.

Cette étude se focalise sur les composites argent-carbone. Nous analysons ce frittage par induction au travers de plusieurs paramètres : vitesse de chauffe, température maximale, temps de palier, fréquence du générateur et densité à vert des comprimés. Les résultats obtenus montrent que les comprimés ayant une densité supérieure à 0.8 gonflent pendant le frittage quelle que soit la vitesse de chauffage. Ce phénomène, lié aux caractéristiques de la poudre d'argent, est en accord avec des résultats précédemment obtenus en frittage classique. En revanche les comprimés denses à moins de 80% densifient quelle que soit la vitesse de chauffe et on obtient dans certaines conditions une meilleure densification qu'en frittage classique. On trouve par ailleurs que la conductivité électrique augmente avec le temps de cycle quelle que soit la technique de chauffage. Dans la discussion, nous relierons ces tendances observées aux mécanismes de diffusion mis en jeu par cette nouvelle méthode de frittage.

Mots clefs: frittage induction, argent, matériau composite, propriétés

Etude *in situ* du frittage d'oxydes de lanthanides et d'actinides par HT-MEBE

Nicolas CLAVIER, Renaud PODOR, Galy Ingrid N'KOU BOUALA, Johann RAVAUX, Nicolas DACHEUX

ICSM – UMR 5257 CEA/CNRS/UM2/ENSCM, Site de Marcoule, BP 17171,30207 BAGNOLS / CEZE Cedex

Résumé

Les oxydes mixtes d'actinides, tels que le MOx (U,Pu)O₂, sont actuellement utilisés dans les réacteurs électronucléaires de type REP, et constituent également le combustible de référence pour plusieurs concepts de troisième et quatrième générations. A ce titre, leur frittage constitue l'une des étapes clés du procédé de fabrication. Néanmoins, les phénomènes se déroulant à l'échelle micronique, voire submicronique, lors de la densification du compact pulvérulent (établissement de ponts, croissance des grains) ne font souvent l'objet que de simulations numériques [1] tandis que peu de techniques de caractérisation ont jusqu'alors été développées pour mettre en évidence et quantifier les grandeurs cinétiques associées [2]. En se basant sur les avancées récentes de la microscopie électronique en mode environnemental à haute température (HT-MEBE), ce travail se propose d'observer *in situ* les modifications microstructurales d'oxydes d'actinides (ThO₂) et de lanthanides (CeO₂), étudiés en tant que composés modèles, lors de traitements thermiques à haute température.

Lors d'une première étape, des compacts crus ont été observés au cours de paliers isothermes (T = 1100-1400°C) durant 6 à 8 heures. L'enregistrement de micrographies sur une zone constante de l'échantillon avec une résolution de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres a ainsi conduit à la réalisation de films permettant de mettre en évidence la dynamique du grossissement de grain. Les données quantitatives issues du traitement d'images ont alors permis d'accéder à l'évolution de la taille moyenne des grains à la surface du compact [3] mais également à des grandeurs cinétiques souvent inédites telles que la mobilité des joints de grains et des pores [4]. Des informations à l'échelle de grains individuels ont également pu être obtenues. Enfin, le couplage des données obtenues par HT-ESEM avec celles issues de mesures dilatométriques a conduit à la mise au point d'une méthode simple et rapide destinée à élaborer des trajectoires de frittage. Dans ce cadre, la carte de frittage de ThO₂ a pu être proposée pour la première fois [5].

La deuxième partie de ce travail a été dédiée à l'étude du premier stade du frittage *via* l'utilisation de poudres d'oxyde de cérium présentant une morphologie contrôlée. Il a ainsi été possible d'observer à la fois *in situ* et *ex situ* l'établissement de ponts dans des configurations géométriques analogues à celles fréquemment développées dans les modèles numériques (cas de deux sphères en contact notamment, fig. 1) [6]. Comme précédemment, des paramètres cinétiques ont pu être extraits après analyse des images : il s'agit en particulier ici de l'évolution du diamètre du pont et de celles des angles dièdres formés par les deux sphères. Quelle que soit la géométrie choisie (grain isolé ou système de 2 ou 3 sphères en contact), les résultats obtenus apparaissent cohérents avec ceux prévus par les modèles.

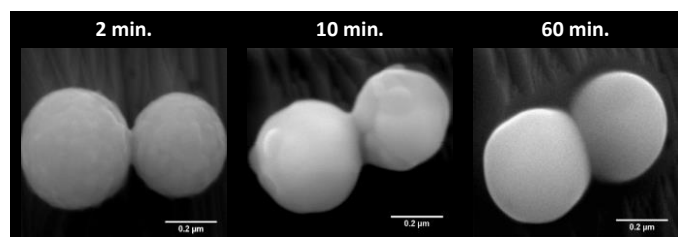


Figure 1. Evolution de deux sphères de CeO₂ au contact lors de leur calcination à 1200°C.

Ainsi, que ce soit lors de l'étude du premier stade du frittage ou lors de l'observation de l'évolution microstructurale, l'utilisation de la microscopie électronique à balayage en mode environnemental et à haute température apparaît comme un outil prometteur. Elle peut notamment être considérée comme une technique de choix pour l'acquisition de données de base permettant d'alimenter les modèles numériques et d'aboutir *in fine* à des prévisions quantitatives concernant les cinétiques de densification ou la microstructure obtenue.

Références

- [1] J. Lechelle, R. Boyer, M. Trobabas, *Mater. Chem. Phys.* **67** (2001) 120-132.
- [2] B. Kieback, M. Nöthe, J. Banhart, R. Grupp, *Mater. Sci. Forum.* **638-642** (2010) 2511-2516.
- [3] R. Podor, N. Clavier, J. RavauX, L. Claparède, N. Dacheux, *J. Am. Ceram. Soc.* **95** (2012) 3683-3690.
- [4] R. Podor, N. Clavier, J. RavauX, L. Claparède, N. Dacheux, D. Bernache, *J. Eur. Ceram. Soc.* **32** (2012) 353-362.
- [5] N. Clavier, R. Podor, L. Deliere, J. RavauX, N. Dacheux, *Mater. Chem. Phys.* **137** (2013) 742-749.
- [6] F. Wakai, *J. Am. Ceram. Soc.* **89** (2006) 1471-1484.

Modélisation des déformations et des contraintes au cours du frittage d'un matériau bi-couches épais.s

François Valdiviéso¹

¹ ENSM-SE, 158, cours Fauriel, 42100, Saint-Etienne

Résumé

"Un multi-matériaux est une pièce composée d'une association de plusieurs matériaux, souvent assemblés en couches successives. Chacun de ces matériaux apportant ses propriétés physiques à l'ensemble de l'assemblage. La nature des matériaux à assembler et l'architecture globale permettront de dégager l'optimum de ces propriétés voire même obtenir de meilleures propriétés.

L'élaboration de matériaux multicouches épais, peut se faire par des méthodes d'assemblages classiques de chacun des matériaux (collage, soudage, brasage,...) mais la métallurgie des poudres permet de fabriquer des matériaux à géométrie complexe. Le principal problème réside dans l'ajustement des conditions de traitement thermique pour accommoder les déformations dues aux retraits différentiels entre les couches successives. Le second paramètre majeur réside dans l'écart entre les coefficients de dilatation thermique des matériaux.

L'objectif de ce projet est de modéliser les déformations et le champ de contrainte dans un matériau multicouche au cours du procédé de frittage, depuis le déliantage, et le retour à la température ambiante. Nous nous intéresserons au cas de plusieurs bi-matériaux, céramique/céramique et céramique/métal dont la liaison peut être assurée par une phase liquide ou non. Pour cela nous identifierons les propriétés du matériau en termes de loi de frittage et de loi de comportement. Nous montrerons l'effet de la topologie de l'interface et de la structure de l'assemblage sur les champs de contraintes et de déformations du matériau. Ces résultats de calculs seront comparés aux mesures expérimentales réalisées grâce à des observations in-situ réalisées par caméra CCD tout au long du cycle de frittage.

Etude du fluage et de la recouvrance des argiles utilisée dans la fabrication de la céramique

L HAMMADI^{1,2}, N BOUDJENANE², M MEKKAOUI², M BELHADR², M BOUHACINA³, A Sirat²

¹ Faculté des Sciences et de la Technologie, Université de Mascara, B.P. 763, Route de Mamounia, Mascara 29000, Algérie

² Laboratoire de Rhéologie, Transport et Traitement des Fluides Complexes (LRTTFC), Faculté d'Architecture et de Génie civil, Département d'Hydraulique, Université des Sciences et de la Technologie d'Oran (USTO) B.P. 1505 Oran-EL-M'naour 31000, Algérie

³ Société nouvelle de carreaux céramique (CERAMIR) R.N 22 Route de Sidi Hassini-Remchi B.P 312 Remchi, Algérie

Résumé

Les argiles sont couramment utilisées dans nombreuses applications industrielles, notamment dans la fabrication de la céramique [1,2], la fabrication des médicaments [3], le traitement des eaux polluées, par exemple dans l'adsorption de composés organiques toxiques [4] et la stabilisation des émulsions des huiles-eau [5]. L'étude des propriétés rhéologiques des argiles est importante dans l'application industrielle telle que dans une usine de construction de la céramique dans le but de déterminer des bonnes conditions de fonctionnement des pompes pendant l'opération de réalisation de la céramique. Ces propriétés rhéologiques dépendent de la concentration en matière sèche [6], la taille des particules solides et la température des argiles [7] et temps d'agitation et leurs pH [8]. Dans cet article, nous avons étudié l'effet du temps et de la concentration massique sur le comportement viscoélastique d'une argile et d'une barbotine utilisées dans la fabrication de la céramique de la société CERAMIR, Algérie afin de fournir des informations sur leur durée de vie. Le comportement viscoélastique des matériaux étudiés durant la phase de fluage et de recouvrance (Figure 1 et 2) en fonction du temps de la concentration massique est modélisé par le modèle de Kelvin-Voigt [7].

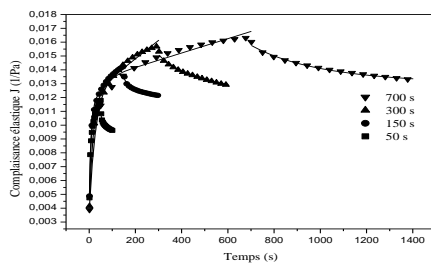


Figure.1 : complaisance élastique pendant la phase de fluage et de recouvrance en

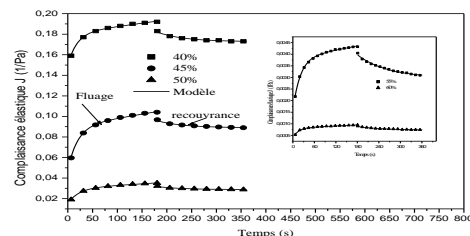


Figure.2: complaisance élastique pendant la phase

L'augmentation du temps de fluage-recouvrance montre une augmentation lente de la viscosité newtonienne correspondant au régime permanent et de la complaisance élastique instantanée et retardée. En revanche l'augmentation de la concentration massique en argile provoque une augmentation rapide de la viscosité newtonienne correspondant au régime permanent et une diminution de la complaisance élastique instantanée et retardée.

Références

- [1] Kaci, A., Chaouche, M., P-A. Andréani, P.A., 2011. Influence of bentonite clay on the rheological behaviour of fresh mortars. *Cement and Concrete Research* (41), 373-379.
- [2] Gridi-Bennadj, F., Lecomte-Nana, G.L., Bonnet, J.P., Rossignol, S., 2011. Rheological properties of montmorillonitic clay suspensions: Effect of firing and interlayer cations. *Journal of the European Ceramic Society*.
- [3] Abu-Jdayil, B., 2011. Rheology of sodium and calcium bentonite-water dispersions: Effect of electrolytes and aging time. *International Journal of Mineral Processing*. (98), 208-213.
- [4] Merino, I., Arévalo, L.F., Romero, F., 2007. Preparation and characterization of ceramic products by thermal treatment of sewage sludge ashes mixed with different additives. *Waste Manag* (27), 1827-1844.
- [5] Nciri H., Benna-Zayani, M., Stambouli, M., Kbir-Arigoib, N., Trabelsi-Ayadi, M., Rosilio, V., Grossiord, J.-L., 2009. Influence of clay addition on the properties of olive oil in water emulsions. *Applied Clay Science* (43), 383-39.

SESSION

Synthèse de poudres

Pilot-scale platform for nanopowder synthesis by laser/plasma hybrid processes

Y. Leconte¹, A. Quinsac¹, D. Porterat¹, O. Sublemontier¹, N. Herlin-Boime¹, C. Reynaud¹, J-P. Dufour², F. Schuster³

¹ CEA – DSM/IRAMIS/SPAM, CEA Saclay, 91191, GIF SUR YVETTE

² CILAS, 8 av. Buffon, 45063, ORLEANS

³ CEA – DEN/EC/DIR, CEA Saclay, 91191, GIF SUR YVETTE

Résumé

In the growing field of nanosciences for energy, communication, environment or defence applications, the need for reliable and safe large scale production means of tailored nanoparticles is increasing exponentially.

Gas phase synthesis processes present several advantages: continuous flow production, high purity and narrow size distribution, large variety of materials, relevant control of size and composition, real-time in-situ production monitoring... Among these processes, laser pyrolysis (LP) and inductively coupled plasma (ICP) nanopowders synthesis combine most of these advantages.

In this context, CEA, University of Orleans and Cilas company develop a pilot-scale platform enabling the production of innovative nanomaterials to prepare demonstration samples for industrial evaluation. The Nanosynthese platform uses both LP and ICP processes coupled in a same production unit for the successful synthesis of any kind of materials (metals or ceramics, oxide or non oxide). Moreover, the specific design of the reactors offers the possibility to obtain advanced structures such as spheroidized particles or core-shell systems.

Safety issues will be addressed following two approaches in order to avoid any release of nanomaterials in the lab or in the environment: on the one hand specific working protocols (pressurized rooms, filtered and treated process and lab exhausts, specific personal safety equipment for maintenance phases...) coupled to working environment control by continuous analysis of atmosphere particle content, and on the second hand advanced process integration from the precursors to the products handling and storage (free standing nanopowders liquid conditioning, granulation processes, in-situ direct or coupled deposition for nanocomposite thin or thick layers elaboration).

Elaboration et caractérisation de poudre de verres métalliques base Zr

Lucas DEMBINSKI¹, Yannick CHAMPION², Patrick OCHIN²,

Loïc PERRIERE², Christian CODDET¹

¹ *IRTES_LERMPS, UTBM, Site de Sévenans 90010 BELFORT CEDEX*

² *ICMPE-CNRS équipe MCMC, Université Paris Est Créteil, 2 rue Henri DUNANT,*

Du fait de leurs propriétés mécaniques très particulières, module d'élasticité très élevé avec des déformations élastiques relativement importantes, les verres métalliques sont de bons candidats pour des pièces soumises à des sollicitations extrêmes. Cependant, leur mise en forme reste difficile afin de garder leur structure amorphe

Le procédé de compaction de poudre comme le frittage flash ou spark plasma sintering (procédé SPS) est un procédé novateur qui permet d'élaborer des ébauches tout en conservant une structure d'alliage amorphe au sein de la pièce. Bien entendu, ceci est possible à condition d'avoir le matériau précurseur sous forme de poudre. Cette présentation a donc pour objet de présenter l'élaboration et la caractérisation de poudre de verres métalliques base zirconium. Il sera également montrer quelques résultats de propriétés mécaniques en traction après un frittage de la poudre avec le procédé SPS

Synthèse de nanostructures poreuses d'oxyde de fer : mécanismes de synthèse, évaluation des propriétés structurales et électrochimiques

Olivier GERBER¹, B.P. PICHON, E. BARRAUD, S. LEMONNIER, D. BEGIN, S. PRONJIN, S. BEGIN-COLIN³

¹ ISL - IPCMS , 5 rue du Général Cassagnou, 68301, Saint-Louis

Résumé

"L'oxyde de fer nanostructuré présente des caractéristiques électrochimiques intéressantes et les études réalisées sur ce type de matériau en tant qu'électrode dans des super capacités ou dans des batteries ion-lithium ont donné des résultats prometteurs. Pour ces applications, la morphologie, la porosité et la surface spécifique des matériaux ont un rôle prépondérant sur les performances des dispositifs.

Dans le but d'élaborer un matériau d'électrode à hautes performances, une synthèse solvo-thermale permettant l'obtention de nanostructures poreuses d'oxyde de fer avec une morphologie de type «framboise» a été développée. Ces nanostructures ont des tailles facilement ajustables comprises entre 100 nm et 500 nm et sont composées de nanocristaux ayant des tailles paramétrables comprises entre 2 nm et 30 nm.

Ces travaux se concentrent sur le contrôle de la morphologie, des dimensions et de la porosité des particules synthétisées en faisant varier différents paramètres de synthèse tels que la durée de réaction ou la concentration des différents réactifs entrant en jeu dans la synthèse. Pour cela, différents lots de poudres ont été synthétisés puis caractérisés en faisant varier les conditions de synthèse. En parallèle, l'autoclave a été instrumenté afin d'acquérir la pression et la température durant les synthèses. Ces informations ainsi que les observations faites sur la dépendance des propriétés structurales des nanostructures avec les paramètres variés ont permis de mettre en évidence les mécanismes originaux de cette synthèse.

Pour finir, des caractérisations électrochimiques ont été effectuées sur des électrodes élaborées avec les nanostructures synthétisées et des résultats prometteurs ont été obtenus."

Elaboration d'aciers renforcés par dispersion de nano-oxydes en tant que matériaux de structure pour les réacteurs nucléaires de Génération IV

Marie Loyer-Prost¹, Fabrice Legendre¹, Laurent Chaffron²

¹ CEA-DEN, Service de Recherches de Métallurgie Physique, F-91191 Gif-Sur-Yvette

² CEA-DEN, Laboratoire d'étude des Matériaux Extrêmes, F-91191 Gif-Sur-Yvette

Résumé

Les aciers renforcés par dispersion d'oxydes dits ODS sont des matériaux prometteurs pour les gaines de réacteurs nucléaires de génération future. Ils se composent d'une matrice FeCrW de structure cubique centrée qui leur confère une bonne résistance au gonflement sous irradiation [1] et de nanoparticules d'oxydes de titane et yttrium finement dispersées qui améliorent leurs propriétés mécaniques à hautes températures [2] et sous irradiation [1]. Ces aciers sont classiquement élaborés par broyage d'une poudre de FeCrWTi et d'oxyde d'yttrium Y_2O_3 puis mis en forme par des procédés thermomécaniques. Ce procédé d'élaboration est difficile à maîtriser au vue des propriétés mécaniques très variables des matériaux synthétisés dans la littérature.

Lors de la thèse de M. Brocq, une nouvelle voie de synthèse inspirée du broyage réactif a été développée sur un broyeur instrumenté de faible capacité [3]. L'yttrium et le titane sont alors introduits sous la forme d'intermétalliques YFe_3 et Fe_2Ti , tandis que l'apport d'oxygène se fait par ajout de Fe_2O_3 . Ainsi, le taux d'oxygène est plus facilement contrôlé et n'est plus corrélé à l'ajout d'yttrium. Cette étude a mis en lumière l'importance de contrôler les paramètres de broyage puisque des poudres différentes après broyage le restent après recuit [4].

Cette prometteuse voie de synthèse n'a néanmoins jamais été testée à large échelle et aucun matériau massif n'a encore été produit. Le travail actuel a pour objectifs d'élaborer des aciers ODS par ce nouveau procédé et de faire le lien entre les conditions de broyage, la composition des poudres et la microstructure des aciers élaborés.

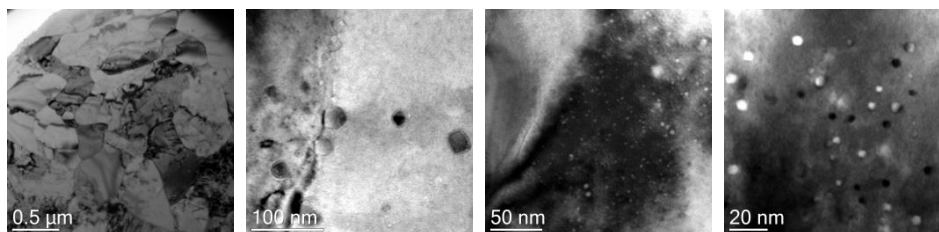


Figure 1 : Images de microscopie électronique à transmission à différents grossissements d'un acier ODS élaboré par broyage réactif sur un attréteur pour une durée de 10h.

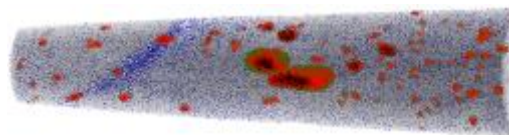


Fig. 2 : Reconstruction 3D (longueur = 216 nm) obtenue par SAT de l'acier ODS élaboré avec un broyage de 10 h. Sont représentés le carbone (bleu), les espèces $Ti^{2+}/O^{2+}/YO_2^{+}/TiO_2^{+}$ (rouge), l'aluminium (noir), les espèces TiN^{+}/Ni^{2+} (vert) tandis que les points gris correspondent au Fer (Résultats en collaboration avec C. Hatzoglou et B. Radiguet du GPM de Rouen)

Références

- [1] R. L. Klueh et al., J. Nucl. Mater. 341 (2005) 103
- [2] T. R. Allen et al., J. Nucl. Mater. 375 (2008) 26
- [3] M. Brocq et al., Journal of Nuclear Materials. **409** (2011) 80.
- [4] M. Laurent-Brocq et al., Acta Mater. **60** (2012) 7150.

Synthèse de nanoparticules de silicium enrobées de carbone par un nouveau procédé : la pyrolyse laser à double étage

A. Quinsac¹, J. Sourice¹, M. Brestaz³, X. Portier², D. Porterat¹, O. Sublemontier¹, N. Herlin-Boime¹, S. Jouanneau³, W. Porcher³, Y. Leconte¹, C. Reynaud¹

¹CEA/IRAMIS/SPAM/LFP, Bât. 522 – CEA Saclay 91191 Gif sur Yvette

²ENSICAEN-CIMAP, 6 boulevard du Maréchal Juin- CS 45053 - 14050 Caen Cedex 4

³CEA-DRT/LITEN/DEHT/LCPB, Bât. C2 – CEA Grenoble, 17 rue des Martyrs 38054 Grenoble Cedex 9

Résumé

Afin d'améliorer les propriétés des matériaux, les structures de type cœur-coquille intéressent de plus en plus les chercheurs. Plusieurs méthodes de synthèse ont déjà été décrites dans la littérature pour l'élaboration de telles particules. Pour la plupart d'entre elles il s'agit de synthèses par voies chimiques, nécessitant plusieurs étapes^[1,2]. Des voies de synthèse physiques permettent également l'obtention de telles particules, en une seule étape, comme par exemple la spray-pyrolyse ou la pyrolyse laser classique^[3]. Cependant dans les deux cas, ces procédés impliquent de mélanger les précurseurs de cœur et de coquille afin de les injecter ensemble dans un réacteur. Survient alors le problème du choix du matériau de cœur ou de coquille, qui sera alors imposé par la thermodynamique seule. De plus, en fonction des diagrammes de phase des espèces chimiques mises en présence, certains mélanges de précurseurs conduiront toujours à la formation d'alliages ou de phases complexes au lieu d'un système cœur-coquille.

Dans ce contexte nous avons développé un nouveau type de réacteur de pyrolyse laser double étage. Ce procédé innovant permet la synthèse de particules cœur-coquille, en une seule étape, avec un contrôle indépendant sur la nature et la structure des matériaux de cœur et de coquille. De plus, il s'agit d'un procédé « safe-by-design » puisqu'aucune manipulation de poudre entre la synthèse du cœur et de la coquille n'est nécessaire. Ce procédé sera décrit dans le cas de nanoparticules cœur-coquille Si@C utilisées comme matériau d'anode innovant dans les batteries au lithium.

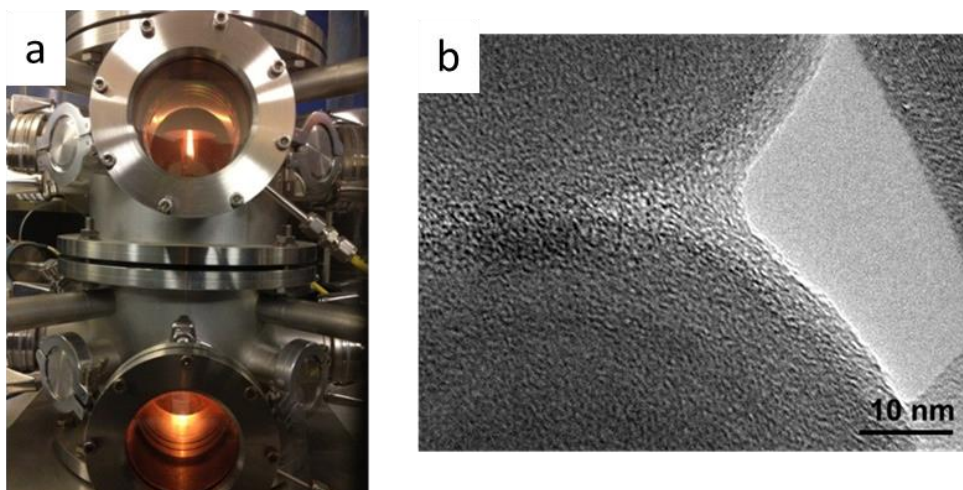


Figure 1 : a) Photo du réacteur de pyrolyse laser double étage ; b) Image METHR de nanoparticules Si@C synthétisées par le réacteur de pyrolyse

laser double étage

Références

- [1] Yoon Hwa, Won-Sik Kim, Seong-Hyeon Hong, Hun-Joon Sohn, *Electrochimica Acta* 71 (2012) 201-205
- [2] Jing Zhai, Xia Tao, Yuan Pu, Xiao-Fei Zeng, Jian-Feng Chen, *Materials Research Bulletin* 46 (2011) 865-870
- [3] Sabino Veintemillas-Verdaguer, Yann Leconte, Rocio Costo, Oscar Bomati-Miguel, Brigitte Bouchet-Fabre, M. Puerto Morales, Pierre Bonville, Sandra Perez-Rial, Ignacio Rodriguez, Nathalie Herlin-Boime, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 311 (2007) 120-124

Synthèse de poudres de zircone yttrée nanométriques par voie sol-gel assistée par CO₂ supercritique et comportement au frittage

Audrey HERTZ¹, Martin DROBEK², Michaela KLOTZ³, Jean-Christophe RUIZ¹, Frédéric CHARTON¹, Stéphane SARRADE⁴, Christian GUIZARD², Anne JULBE²

¹ CEA, DEN, Marcoule, Laboratoire des Procédés Supercritiques et de Décontamination (LPSD)- BP17171, 30200, BAGNOLS SUR CEZE - FRANCE

² Institut Européen des Membranes, ENSCM-UM2-CNRS UMR5635 – Place Eugène Bataillon, 34095, MONTPELLIER Cedex 5 – France

³ Laboratoire de Synthèse et Fonctionnalisation des Céramiques, CNRS/ Saint-Gobain C.R.E.E. UMR3080 – 550 Avenue Alphonse Jauffret BP20224, 84306, CAVAILLON - FRANCE

⁴ CEA, DEN, SACLAY, Département de Physico-Chimie (DPC), 91191, GIF-SUR-YVETTE - FRANCE

Résumé

L'intérêt grandissant pour l'utilisation des fluides supercritiques appliqués à la synthèse de matériaux inorganique repose sur la volonté de développer de nouveaux procédés continus pour la production de nanopoudres. Le procédé semi-continu PCA (Precipitation with Compressed Anti-solvent) couplant l'utilisation du CO₂ supercritique (CO₂SC) comme antisolvant avec des réactions chimiques de type sol-gel (hydrolyse/condensation) a été développé dans notre équipe.

La mise en œuvre de ce procédé pour la synthèse de zircone yttrée, stabilisée en phase tétragonale (SC-3Y-TZP) ou cubique (SC-YSZ), a rendu possible le contrôle de la morphologie, ainsi que de la structure et de la microstructure de ces poudres. L'influence des paramètres de préparation des sols et d'hydrodynamique du réacteur sur les caractéristiques des poudres a notamment été mise en évidence. Les poudres aux caractéristiques optimisées, obtenues à 350°C et 30MPa, sont constituées de particules de taille nanométriques (50 à 130 nm de diamètre – Figure 1A) présentant une sous structure nanophasée (cristallites de 5-7 nm). Ces caractéristiques ont pour conséquence une densité apparente très faible (~0.1g/cm³) et une surface spécifique élevée (jusqu'à 195 m²/g).

Le comportement au frittage de ces poudres a été caractérisé. Un frittage multi-étapes, commençant à basse température (400°C), due à la structure multi-échelles et mésoporeuse des particules, a été mis en évidence. La densification de ces poudres a été étudiée par frittage SPS (Spark Plasma Sintering – Figure 1B). Cette étude a montré une très grande réactivité au frittage des poudres nanométriques préparées par voie sol-gel assistée CO₂SC, qui se traduit par une densification élevée du matériau céramique final (99.9%), tout en maintenant une taille de grain nanométrique (80nm)

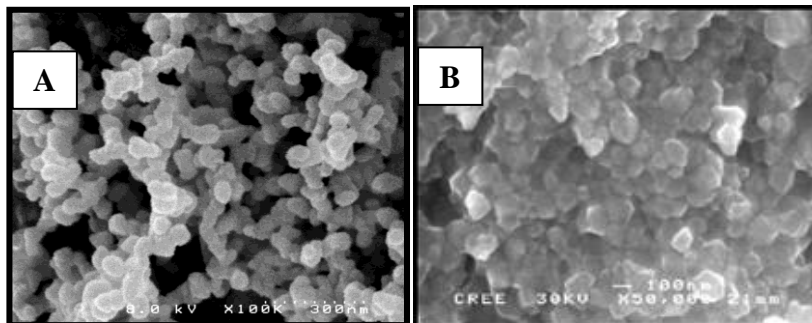


Figure 1 : Observations au MEB (A) d'une poudre SC-3Y-TZP synthétisée par voie CO₂ supercritique et (B) frittée par spark plasma sintering (SPS) pour la préparation de pastilles denses.

Correlation of nucleation-growth steps of Zinc Oxide nanoparticles versus the supercritical water conditions (P,T)

Romain PIOLET, Frédéric DEMOISSON, Moustapha ARIANE, Frédéric BERNARD

Laboratoire ICB - UMR 6303 Université de Bourgogne/CNRS, 9 Avenue Alain Savary BP47870, 21078 DIJON Cedex

Résumé

Different technological applications used metal oxide nanoparticles as main components like sensors, varistors, pigments, fillers, electrography and medical materials. Many different methods are currently used to prepare those particles but hydrothermal techniques are of great interest for the elaboration of oxide particles. However, some applications require a perfect control of particle properties like size, shape and distribution. Hence, authors have reported the use of surfactants to help controlling these parameters. But those chemicals may have an impact on powder behavior or reactivity as well as on the environment. Thus, the need to develop a greener, safer and direct synthesis of metal oxide is essential.

Supercritical Water (SCW) Synthesis is an eco-friendly process for the production of metal oxide nanoparticles. Its principle is based on the modification of the water properties above its critical point (22.1MPa, 647K). The changes in the dielectric constant and the density lead to a modification of the solubility of inorganic (and organic) compounds in water as metal oxides. Thus a higher supersaturation rate is achieved yielding to a faster nucleation kinetic and the formation of nanoparticles. To better control the particle distribution of powder with this process, a rapid and homogeneous heating of the solution has to be performed. Also a short residence time is necessary to obtain nanoparticles.

In this prospect, our team has developed a continuous hydrothermal production process of nano-oxides in sub- and supercritical conditions since 2001 [1]. It consists in a counter-current flow reactor fed with 3 high-pressure pumps that allow bringing the hot water, metal salt(s) and alkali (or acidic) solutions separately [2]. The pressure is maintained in the system thanks to a back pressure regulator. The suspension is rapidly quenched with the help of a cooling bath. A productivity of 10g/h can be obtained with this process. Many metal oxides can be prepared with this apparatus as simple oxides (ZnO, TiO₂...) [3-5] and polycationic oxides (Ce_xZr_{1-x}O₂...).

Nevertheless, to favor the transfer of this equipment into the industry, it is essential to control all steps (nucleation, growth and agglomeration) in SCW medium. Consequently, ZnO is used as a model material to understand the metal oxide nanoparticles synthesis in SCW. The structural chemistry of ZnO is known and the synthesis conditions are well documented. Moreover, the zinc oxide is a simple mono cationic oxide which presents only one stable phase at room temperature, the wurtzite hexagonal structure with a space group P6₃mc.

To investigate the ZnO nucleation and growth phenomena under pressure and temperature, the evolution of particle morphology and size has been observed over a wide range of pressure (0.1-30MPa) and temperature (293-673K). The reactor has been designed so that fluid temperatures can be monitored. Three thermocouples measure the fluid temperature in the mixing zone, near the outlet of the reactor and between these two points. The temperature, used as reference for its influence on particle morphology, is measured halfway through the reactor. For the experiments presented here, flow rates were kept constant at 20mL.min⁻¹ with a concentration ratio of hydroxide ions over zinc ions maintained at 4. After synthesis, recovered suspensions were centrifuged, washed with deionised water and then freeze-dried.

The crystalline phases were identified by X-Ray powder Diffraction (XRD) using a D8 Advance diffractometer equipped with a Vantec linear detector. X-Ray energy corresponds to the copper K α wavelength. Post-analytic treatment involving the K α_2 lines withdrawal (K α_2 /K α_1 =0.504) was realized using Eva software. Each line of the XRD pattern was assigned to its corresponding diffracting plane and ZnO crystallite sizes were determined by means of X-Ray diffraction line broadening analysis. Assuming a cylindrical shape of ZnO crystallites based on the hexagonal crystal structure, the height and diameter were determined by XRD pattern decomposition method and compared to Transmission Electron Microscopy (TEM) observations.

The formation of crystalline zinc hydroxide under 293K and 30MPa has been noticed while zinc oxide nanoparticles have been obtained at much higher temperature.

This preliminary study to understand nucleation-growth phenomena, in the case of ZnO according to the temperature and the pressure shows the interest of supercritical water compared to classical hydrothermal synthesis for the preparation of metal oxide nanoparticles with a size and a shape perfectly controlled.

The authors acknowledge the support of the LABEX ACTION facilities. R.Piolet is financially supported by the Conseil Regional de Bourgogne.

[1] F. Demoisson, M. Ariane, R. Piolet, F. Bernard, *Advanced Engineering Materials*, 13 (2011) 487-493. [2] D. Aymes, M. Ariane, F. Bernard, H. Muhr, F. Demoisson, 2011, WO 2011010056 A1. [3] F. Demoisson, M. Ariane, A. Leybros, H. Muhr, F. Bernard, *The Journal of Supercritical Fluids*, 58 (2011) 371-377. [4] A. Leybros, R. Piolet, M. Ariane, H. Muhr, F. Bernard, F. Demoisson, *The Journal of Supercritical Fluids*, 70 (2012) 17-26. [5] L. Saviot, D. Machon, A. Mermet, D.B. Murray, S. Adichtchev, J. Margueritat, F. Demoisson, M. Ariane, M.D.M. de Lucas, *Journal of Physical Chemistry C*, 116 (2012) 22043-22050.

Vendredi 24 mai 2013

Conférence invitée :

La technologie poudre au service de l'économie de matière : quelques
exemples dans le domaine de l'énergie

BURLET Hélène

CEA LITEN

SESSION

Mise en forme

Mise en forme par laser de céramiques à l'état cru

Nicolas PREUX, Fabrice PETIT, Véronique LARDOT & Francis CAMBIER

Belgium Ceramic Research Centre (Member of EMRA), Avenue gouverneur cornez, 4, B 7000 Mons (Belgium)

n.preux@bcrc.be

Résumé

La mise en forme de céramiques techniques par usinage de précision est difficile en raison de leur faible tenue mécanique et de leur grande dureté.

Etant une technologie sans contact, l'usinage laser permet de s'affranchir partiellement de ces inconvénients. Il combine de nombreux avantages: précision, flexibilité, reproductibilité, absence d'usure d'outils et de fluide de coupe... Malheureusement, l'usinage laser présente deux inconvénients : la présence d'une zone affectée thermiquement (ZAT) et des taux d'enlèvement de matière extrêmement faibles. Pour éviter l'endommagement dans la ZAT, l'approche mise en œuvre consiste à exploiter des lasers impulsionnels à très courte durée d'impulsion. Toutefois, l'usinage reste alors limité à des volumes de matière ablatés extrêmement réduits.

Pour résoudre le problème de la ZAT et des faibles taux d'enlèvement de matière, nous proposons de considérer l'usinage laser des céramiques à l'état cru. Le procédé développé (Hainolase) consiste à réaliser l'usinage au départ de blocs de céramiques crus contenant un additif qui accroît l'absorption du faisceau et l'efficacité de l'usinage, réalisé au départ de sources de type Nd-YAG. Nous présenterons l'influence de différents paramètres laser (puissance, vitesse, fréquence) ainsi que l'influence de la densité à cru et de la teneur en additif sur le taux d'ablation laser. Parallèlement, l'évolution de la densité frittée en fonction de la teneur en additif et de la densité à cru est évaluée. La possibilité de mettre en forme par usinage laser des objets céramiques de dimensions centimétriques est démontrée avec des temps d'usinage comparables voire inférieurs au fraisage de blocs pré-frittés.

Elaboration de dépôts nanocristallins d'oxyde de zinc à la surface des textiles pour applications à la fois photocatalytiques, auto-nettoyantes et anti-bactériennes

Philippe CHAMPAGNE^{1,2}, Munir ASHRAF^{1,2,3}, Christine CAMPAGNE^{1,3}, Anne PERWUELZ^{1,3}, Gerard MOREAU^{1,2}, Anne LERICHE^{1,2}

¹ Univ Lille Nord de France, F-59000 Lille, France

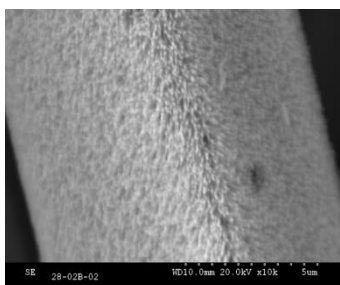
² UVHC, LMCPA, F-59600 Maubeuge, France, ³GEMTEX ENSAIT, F-59056 Roubaix

P. Champagne : philippe.champagne@univ-valenciennes.fr

Résumé

De nombreux travaux ont permis de développer des textiles auto-nettoyants en surface, sur des principes physique et/ou chimique. L'auto-nettoyant physique se rapporte au nettoyage des feuilles de lotus par l'eau de pluie. L'hydrophobicité de ces substrats naturels permet d'éliminer, par glissement des gouttes d'eau en surface, toutes les particules de poussière et de saletés présentes sur la feuille. Cet effet a été mimé sur différentes surfaces comprenant des textiles en employant des nanostructures sous forme de tiges. L'auto-nettoyant chimique se rapporte à la dégradation de différents produits chimiques organiques grâce à la propriété photocatalytique du TiO₂. Dans ce cas, le TiO₂ peut être déposé sur le coton, par méthode sol-gel ou par cationization du coton avec traitement plasma préalable sur des tissus en polyester ainsi dotés des groupes polaires, de sorte que, des cristallites puissent croître à la surface en vue de dégrader des taches de vin rouge par exemple. Actuellement, l'oxyde de zinc (ZnO) commence à être étudié dans ce contexte car possède des propriétés très semblables au TiO₂ [1-2]. Des morphologies cristallines très variées peuvent être obtenues chimiquement dont les nanotiges qui ont retenu notre attention.

Dans ce travail, nous exposerons dans un premier temps les méthodes chimiques idéales pour favoriser la colonisation de tissus en PET par des nanostructures de ZnO. Les micrographies (MEB) ci-dessous illustrent l'organisation des cristallites ("tapis de fakir") obtenus sur chacune des fibres du tissu de polyester étudié.



Nanoaiguilles de ZnO obtenues à la surface de fibres en PET

Dans un second temps, nous exposerons les propriétés physico-chimiques du tissu. *Les propriétés hydrophobes* [3]. observées par mesure d'angle de goutte ont pu être considérablement améliorée par l'application d'un gel de silice porteur de fonctions alkyles sur le tissu traité (angle de goutte moyen de 140°). *Les propriétés photocatalytiques* du tissu traité ont été étudiées sur le plan cinétique en comparant la dégradation sous Ultra-Violet (directe ou en solution) de trois types de colorants azoïques. Le substrat possède une capacité de régénération quasi-infinie en solution aqueuse avec moins 6% en masse de ZnO sur le tissu. Enfin, *les propriétés anti-bactériennes* [4] ont également été démontrées par des tests standards qualitatifs et quantitatifs.

Références

1. Chao, C.-H., J.-S. Huang, and C.-F. Lin, *Low-Temperature Growth of Surface-Architecture-Controlled ZnO Nanorods on Si Substrates*. The Journal of Physical Chemistry C, 2008. **113**(2): p. 512-517.
2. Velmurugan, R. and M. Swaminathan, *An efficient nanostructured ZnO for dye sensitized degradation of Reactive Red 120 dye under solar light*. Solar Energy Materials and Solar Cells. **95**(3): p. 942-950.
3. Munir Ashraf, P. Champagne, *Development of Antibacterial Polyester Fabric By Growth Of ZnO Nanorods*, Journal of Engineered Fibers and Fabrics Ref.: Ms. No. JEFF-D-12-00123R1 Acceptée le 23 nov. 2012
4. A. Perwuelz, M. Ashraf, C. Campagne, P. Champagne, A. Leriche, C. Courtois, *Development of superhydrophilic and superhydrophobic polyester fabric by growing ZnO nano rods*, Journal of Colloid & Interface Science. No.: JCIS-12-2160R1 Acceptée le 12 nov. 2012

SESSION

Fabrication additive

Elaboration par projection à froid (Cold Spray) d'alliages de cuivre à hautes caractéristiques mécaniques

Pierre CODDET¹, Christophe VERDY², Christian CODDET², François DEBRAY³

¹LNCMI-CNRS, UPR 3228, 25 rue des Martyrs, 38 042, GRENOBLE, France

²IRTES-LERMPS / UTBM, Site de Sévenans, 90 010, BELFORT, FRANCE

Résumé

Dans ces travaux, la fabrication additive par Cold Spray a été utilisée pour l'élaboration d'alliages à base cuivre. Avec ce procédé les particules (dans un état solide) sont projetées à haute vitesse sur un support. Ceci permet l'élaboration de dépôts et de pièces « near net shape » avec des propriétés spécifiques. En effet, les particules fortement déformées après leur impact sur le substrat forment un dépôt qui peut présenter des propriétés mécaniques intéressantes par suite du travail d'écroutissage.

Les dépôts ainsi réalisés ont été caractérisés mécaniquement et structurellement afin de comprendre le rôle joué par les éléments d'addition (répartition, mode de précipitation, effet sur le durcissement) dans les alliages à base de cuivre. L'effet de traitements thermiques réalisés après dépôts a également été considéré.

Règles de Conception pour la Fabrication Additive de Matériaux Cellulaires en Titane par « Electron Beam Melting »

M. Suard¹, B. Vayre², P. Lhuissier¹, R. Dendievel¹, F. Vignat², J-J. Blandin¹, F. Villeneuve²

¹ SIMaP/GPM2, Université de Grenoble, CNRS, 101 rue de la piscine BP46 38402 Saint Martin d'Hères, France

² G-SCOP, Université de Grenoble, CNRS, 46 avenue Felix Viallet 38031 Grenoble, France

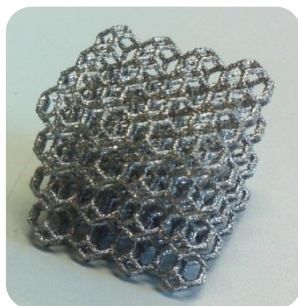
Mathieu.suard@simap.grenoble-inp.fr

Mots clés: Electron Beam Melting, Ti6Al4V, Structures cellulaires, Tomographie aux rayons X

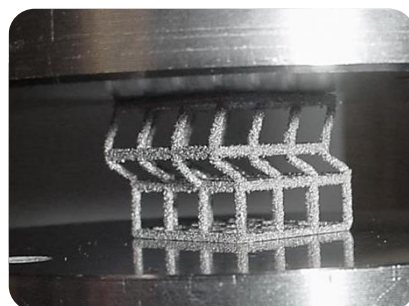
La fabrication additive, qui existe déjà depuis plus de 25 ans, prend actuellement un essor considérable car elle n'est plus limitée au prototypage rapide. Le développement de nouveaux procédés (notamment pour la fabrication de pièces métalliques) permet en effet la production de pièces directement utilisables à partir de modèles 3D¹. La technologie « Electron Beam Melting » (EBM) est l'un de ces procédés permettant la production de pièces par fusion sélective de poudre métallique couche par couche.

Ce procédé est particulièrement compétitif pour la fabrication de mousses métalliques de géométrie contrôlée. Cependant, des différences de géométrie au niveau de l'architecture sont observées entre le modèle 3D et la pièce finale ; ces différences peuvent affecter les propriétés mécaniques d'utilisation.

Cette étude s'intéresse à la détermination et à l'amélioration de paramètres qui pilotent la géométrie et la qualité de surface de structures cellulaires en TA6V, créées par EBM. Pour ce faire, différentes tailles, formes et orientations de poutres sont étudiés quantitativement par tomographie aux rayons X. Géométrie, rugosité de surface et porosité résiduelle sont analysées. Une section efficace est définie et comparée à la section désirée afin de prédire les propriétés mécaniques effectives (rigidité, résistance) des mousses. Ces propriétés sont comparées aux résultats de compression sur ces structures cellulaires. Les résultats montrent que pour certaines tailles de poutres, il est difficile de prédire les propriétés mécaniques uniquement à partir de la densité relative de l'échantillon. Les variations de dimensions pour des fines structures suggèrent d'adapter les lois de Gibson et Ashby² pour des mousses produites par EBM. A terme, la comparaison des essais mécaniques et des résultats de tomographie permettra de proposer un facteur correctif prenant en compte ces différences en fonction des paramètres du procédé.



Structure régulière de tétrakaïdécaèdres en Ti6Al4V



Compression uniaxiale d'une structure cellulaire régulière

Références

1. Murr, L. E. *et al.* Metal Fabrication by Additive Manufacturing Using Laser and Electron Beam Melting Technologies. *Journal of Material Science & Technology* **28**, 1–14 (2012).
2. Gibson, L. J. & Ashby, M. F. *Cellular Solids: Structure and properties*. 510 (Cambridge University Press: New York, 1997).

Développement d'alliage base aluminium avec le procédé de micro-fusion laser sur lit de poudre

Lucas DEMBINSKI¹, Christian CODDET¹, Philippe BAUER²

¹IRTES_LERMPS, UTBM, Site de Sévenans 90010 BELFORT CEDEX

²THALES AIR SYSTEMS, Voie Pierre Gilles de Gennes, 91470, LIMOURS

Les procédés de fabrication additive par micro-fusion laser de poudres ouvrent aujourd'hui la porte vers de nouveaux degrés de liberté tant au niveau de la conception des pièces qu'en terme de réduction des frais d'outillages ou de choix des matériaux.

Hors parmi les matériaux proposés, les conditions de mise en œuvre : granulométrie de la poudre, vitesse de balayage du faisceau laser, stratégie opératoire de fusion, etc. ont cependant une large influence sur les caractéristiques des pièces produites. Ces pièces peuvent être ensuite traitées thermiquement comme pour celles issus des procédés conventionnels. Cette présentation a donc pour objet de préciser l'influence de ces paramètres sur la microstructure et les propriétés mécaniques des pièces réalisées alliage d'aluminium 6061. Il est à noter toutefois qu'une comparaison sera faite avec les propriétés du même matériau élaboré avec les procédés conventionnels

La fabrication additive par fusion laser d'un lit de poudre : Déclencheur de ruptures technologiques et moteur d'innovations

Philippe BAUER¹, Lucas DEMBINSKI²

¹ THALES AIR SYSTEMS , Voie Pierre Gilles de Gennes, 91470, LIMOURS

² IRTES-LERMPS EA7274 , UTBM site de Sevenans, 90010, BELFORT Cedex

Résumé

La fabrication additive est un déclencheur de ruptures technologiques en ce sens qu'elle libère les idées et les possibles. Elle arrive aujourd'hui en fin de cycle, pour la fabrication, mais son impact est rétroactif sur la conception et la modélisation, deux domaines jusqu'alors invariants, maintenant réveillés par les opportunités.

Les outils topologiques ayant déjà une bonne presse dans les technologies classiques, les outils de modélisation par forme libre étant tout juste en train de se faire comprendre et encore loin d'être adoptés dans le monde de la mécanique, ces deux domaines se voient offrir une opportunité rare et prometteuse.

La fabrication additive devient un moteur d'innovation car elle entraîne des réactions. Elle devient un démultiplicateur de ruptures technologiques et par la même fertilise l'innovation.

Ces nouvelles opportunités seront développées sur la base d'un exemple pratique.

1 Rupture dans les outils de conception

L'approche dite de modélisation topologique permet d'optimiser la distribution de matière en fonction des contraintes mécaniques appliquées et de réduire la masse des équipements. Le dessinateur conçoit une version fonctionnelle simplifiée de sa pièce, capable de vivre au sein de son avant-projet. Il fixe ce que l'on nommera l'espace de conception ou « Design Space » en identifiant les interfaces et formes mécaniques obligatoires, les volumes maximum acceptés dans le contexte de l'étude. A cette étape, aucun mode d'élaboration ne contraint la forme simplifiée.

L'optimisation se fera sur la pièce et en parallèle de l'étude d'ensemble, dans le but de ne pas interrompre le processus global d'étude. L'optimisation topologique délivrera une proposition de forme pour la distribution de matière dite « libre » en reliant les zones imposées du design space. Ce résultat est souvent de forme organique par opposition aux formes orthogonale et réglées de la mécanique classique. Le modèle 3d optimisé est au format facettisé .stl .

Le concepteur utilisera l'information d'optimisation pour en reporter les idées majeures sur sa pièce, en fonction du mode d'élaboration qu'il a choisis pour son design final.

Le concepteur peut aussi vouloir intégrer les formes organiques et les formes mécaniques dans une approche biomimétique de la conception. Il va falloir dans ce cas disposer des moyens de modéliser ces formes autrement qu'en polygones et trouver le moyen de fabriquer cette pièce hybride mécano organique.

2 Rupture dans les outils de modélisation

Le résultat d'une optimisation topologique est obtenu sous la forme d'un modèle 3d facettisé de milliers de polygones. La CAO classique gère des modèles 3D en géométrie exacte, faite de formes définies par des équations mathématiques de surfaces réglées ou polynomiales (NURBS). Les modèles 3d en polygones ne sont pas exploitables directement en CAO, les deux mondes ne se parlent pas bien. Pour contourner ce problème, des fonction dites de retroconception existent dans nos logiciels 3D (Catia, CREO, Solidworks etc...) mais elle sont souvent complexes d'utilisation et chronophages. L'arrivée sur le marché des fonctions de « formes libres » permet au concepteur de reproduire très facilement et rapidement les formes organiques les plus complexes sans sacrifier à la qualité puisque délivrant des surfaces nurbs continues en courbure (continuité C2). Ces formes, manipulées plutôt que dessinées, seront complétées par les formes mécaniques orthogonales classiques.

Arrivé à ce terme, il faut disposer du mode d'élaboration capable de gérer la réalisation des formes organiques.

3 Rupture dans les processus de fabrication

Le modèle CAO idéal, optimisé en forme et en masse, est mécano organique. La fabrication additive métallique, en alliage d'aluminium, titane ou acier inox est capable de gérer la réalisation de ces pièces. Dans le cadre d'une réalisation en petite série, cette technologie prendra toute sa mesure quand elle rendra possible l'impensable. C'est en terme de différenciation et de potentiel d'innovation que le produit trouvera une place unique sur le marché, gage d'une victoire autant commerciale que technologique.

POSTERS

Nanotubes de carbone fonctionnalisés : caractérisation physico-chimique et toxicité in vitro

Agathe FIGAROL ^{1,2}, Jérémie POURCHEZ ², Delphine BOUDARD ^{3,4}, Valérie FOREST ², Jean-Marc TULLIANI ⁵, Jean-Pierre LECOMPTE ⁶, Bernard PATEYRON ⁶, Didier BERNACHE ², Michèle COTTIER ^{3,4}, Philippe GROSSEAU ¹

¹ ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES, CNRS-UMR 5307, LGF, 158 cours Fauriel, 42023, SAINT-ETIENNE

² ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES, CNRS-EA 4624, LINA, 158 cours Fauriel, 42023, SAINT-ETIENNE

³ UNIVERSITE JEAN MONNET, EA 4624, LINA, 42023, SAINT-ETIENNE

⁴ CHU DE SAINT-ETIENNE, Laboratoire d'histologie, 42055 SAINT-ETIENNE

⁵ POLITECNICO DI TORINO, Material Science and Chemical Engineering Department, Corso Duca degli Abruzzi 24, 10129, TURIN

⁶ CNRS, SPCTS CEC, 12 rue Atlantis, 87068, LIMOGES

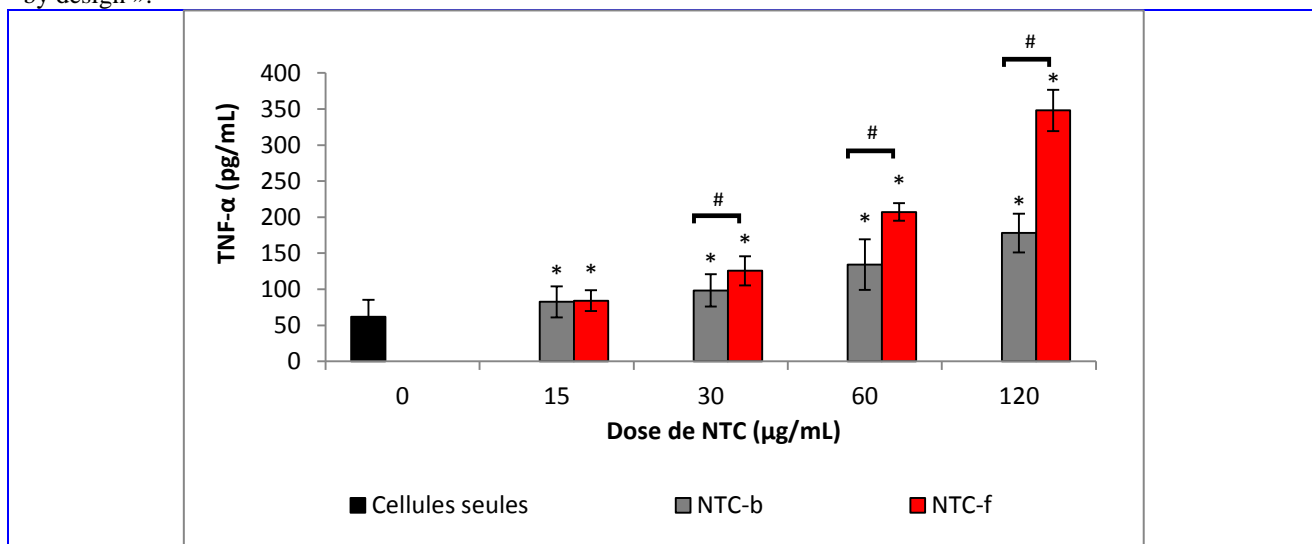
Résumé

Les caractéristiques mécaniques et électroniques remarquables des nanotubes de carbone (NTC) attirent de nombreux industriels. Cependant, leur faible rayon hydrodynamique les classe en tant que fibres inhalables, avec une activité biologique déterminée par leurs propriétés physico-chimiques. Cette étude évalue l'impact d'une fonctionnalisation acide de NTC multi-feuillets sur la réponse cellulaire de macrophages murins (RAW 264.7).

Une caractérisation physico-chimique exhaustive a été réalisée sur des nanotubes de carbone bruts (NTC-b) et fonctionnalisés à l'acide (NTC-f). La présence de groupements carboxyliques en surface des NTC-f a été confirmée par thermodésorption et mesure du potentiel zêta. Il a été observé que l'attaque acide subie par les NTC-f augmente le désordre structural, diminue le diamètre des tubes, réduit fortement la teneur en impuretés métalliques catalytiques (Al, et Fe principalement). Il diminue de plus la nature hydrophobe des NTC, permettant une meilleure dispersion dans l'eau et le milieu de culture cellulaire après un traitement optimisé aux ultrasons.

L'interaction des NTC avec les macrophages principalement par phagocytose a été mise en évidence par microscopie optique. L'intégrité membranaire n'a pas été compromise après 24h d'exposition aux NTC, alors qu'une réponse pro-inflammatoire dose-dépendante a été induite. Cette dernière est significativement plus élevée pour les NTC-f que pour les NTC-b, contrairement au stress oxydant observé dès 1h30 de contact.

La fonctionnalisation acide des NTC semble donc diminuer le stress oxydant vraisemblablement par la réduction des impuretés métalliques, et d'autre part, augmenter la réponse pro-inflammatoire. Les mécanismes de toxicité mis en jeu sont donc différents après fonctionnalisation. Ceci confirme l'importance de l'évaluation des caractéristiques physico-chimiques des NTC et particulièrement de leur chimie de surface. Comprendre l'impact de ces paramètres permettrait de produire des NTC avec des caractéristiques adaptées pour réduire leurs effets sur la santé, via une approche « safer by design ».



Influence de la teneur en aluminium sur la microstructure et la tenue à l'oxydation des cupro-aluminium élaborés par frittage

Kahina KHELOUI , Abdellah AHMED ALI , Said AZEM

LABORATOIRE ELABORATION ET CARACTERISATION DES MATERIAUX ET MODELISATION

UNIVERSITE Mouloud MAMMERI, BP 17 Tizi-Ouzou (Algérie)

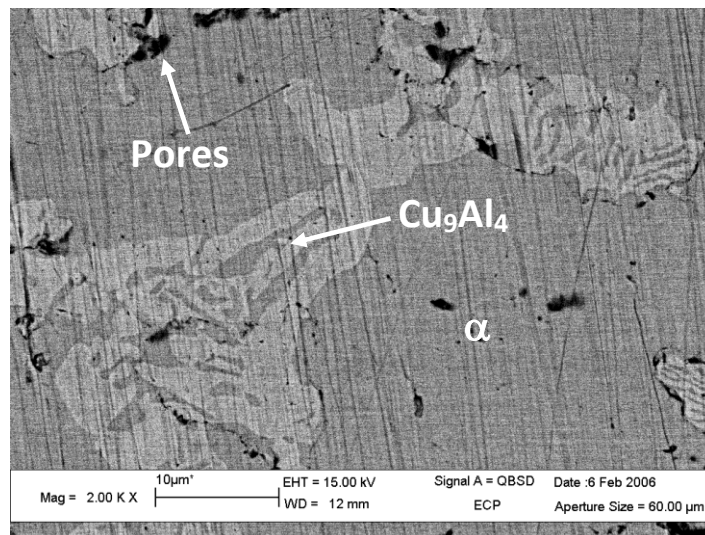
Résumé

Ce présent travail consiste en l'élaboration, par frittage classique sous atmosphère neutre, des alliages Cu-X% Al (cupro-aluminium). Une étude a été menée sur l'influence de l'ajout d'aluminium (X=2, 5, 8, 10, 12 et 15% en masse), sur la microstructure, la densification et le comportement du matériau à l'oxydation à température.

La solubilité de l'aluminium dans le cuivre est observée jusqu'à 10% en masse d'aluminium avec la formation d'une solution solide α dont le paramètre de maille croît avec la teneur en aluminium. Pour des teneurs supérieures à 10% d'aluminium, une combinaison intermétallique de type Cu_9Al_4 a été identifiée par diffraction des rayons X et sa quantité évolue avec la teneur en aluminium au détriment de la solution solide α .

La formation de ce composé engendre un gonflement brutal mis en évidence par dilatométrie. La microstructure montre un taux de porosité d'autant plus important que la teneur en aluminium est plus élevée. Les échantillons ont été oxydés dans l'intervalle de température 600 à 800 °C sous air pendant 10 heures. Les cinétiques d'oxydation et le calcul des énergies d'activation mettent en évidence l'influence de l'aluminium sur la résistance à l'oxydation du matériau fritté.

Mots clés : cupro-aluminium, frittage, composé intermétallique, oxydation.



Microstructure du mélange Cu-15%Al fritté à 950°C

Rôle de la composition de la poudre dans l'élaboration de pièces médicales par fabrication additive

Lucas DEMBINSKI¹, Christian CODDET

¹IRTES_LERMPS, UTBM, Site de Sévenans 90010 BELFORT CEDEX

"Les alliages à base cobalt de type CoCrMo sont couramment utilisés dans le domaine du biomédical et plus particulièrement au domaine de la dentisterie. Leur mise en œuvre traditionnelle (fonderie à cire perdue, usinage) qui nécessite toutefois des outillages souvent complexes engendrant une perte de matière élevée.

Dans ce contexte, les technologies de fabrication rapide comme la micro-fusion laser de poudres présente donc un intérêt évident. L'obtention de propriétés mécaniques ad hoc ainsi que la conservation de la biocompatibilité du matériau restent cependant des challenges important.

Dans cette présentation, il sera montrer la composition fine du précurseur a une influence sur la santé métallurgique des pièces et sur les propriétés mécaniques associées. "

Etude de caractérisation des multi-matériaux W₂C-WC-Ni-Fe obtenues par compactage frittage

Nassima FOUCHAL¹, M.TATA S.LEBAILI

¹ USTHB, LSGM, USTHB/FGMGP BP : 32, ELALIA 16311 BAB EZZOUAR - Algérie

Résumé

Généralement, la fabrication des outils de coupes et les outils diamantés nécessitent des alliages durs à base de poudres de carbure de tungstène. Ces poudres industrielles sont difficilement compactées à vert. Elles sont utilisées comme matrice pour les outils diamantés infiltrées par l'écoulement d'un liant métallique en fusion généralement, à base de cuivre, remplissant ainsi, les vides permettant d'avoir une meilleure densification.

Un pressage accompagné de frittage représente une bonne méthode pour élever la densité de ces poudres industrielles et d'atteindre une densité théorique maximale.

Notre objectif est d'élaborer des multi-matériaux par compactage et frittage. Contrairement au procédé d'infiltration, le liant métallique est mélangé à la matrice dès le départ sous forme de poudre qui subira des efforts de pressage et des cycles thermiques prés définis permettront d'obtenir leur consolidation.

Ce travail a été réalisé sur des mélanges constitués de poudre à base de WC-W₂C-W-Ni-Fe et 15% en alliage métallique à base de cuivre ont subi au cours de l'étape préalable de compaction uni-axiale à froid plusieurs efforts pour des durées de compressions de 30 et 60minutes. L'étape de frittage correspond à un traitement thermique d'une durée de 30 minutes à la température 980°C.

Dans cette étude nous mettons en évidence l'effet de l'application des pressions et chauffage sur la densification et leurs l'influence sur la microstructure. Une identification des phases présentes dans les alliages frittés est faite par l'utilisation de la microscopie électronique.

Généralement, la fabrication des outils de coupes et les outils diamantés nécessitent des alliages durs à base de poudres de carbure de tungstène. Ces poudres industrielles sont difficilement compactées à vert. Elles sont utilisées comme matrice pour les outils diamantés infiltrées par l'écoulement d'un liant métallique en fusion généralement, à base de cuivre, remplissant ainsi, les vides permettant d'avoir une meilleure densification.

Un pressage accompagné de frittage représente une bonne méthode pour élever la densité de ces poudres industrielles et d'atteindre une densité théorique maximale.

Notre objectif est d'élaborer des multi-matériaux par compactage et frittage. Contrairement au procédé d'infiltration, le liant métallique est mélangé à la matrice dès le départ sous forme de poudre qui subira des efforts de pressage et des cycles thermiques prés définis permettront d'obtenir leur consolidation.

Ce travail a été réalisé sur des mélanges constitués de poudre à base de WC-W₂C-W-Ni-Fe et 15% en alliage métallique à base de cuivre ont subi au cours de l'étape préalable de compaction uni-axiale à froid plusieurs efforts pour des durées de compressions de 30 et 60minutes. L'étape de frittage correspond à un traitement thermique d'une durée de 30 minutes à la température 980°C.

Dans cette étude nous mettons en évidence l'effet de l'application des pressions et chauffage sur la densification et leurs l'influence sur la microstructure. Une identification des phases présentes dans les alliages frittés est faite par l'utilisation de la microscopie électronique.

Généralement, la fabrication des outils de coupes et les outils diamantés nécessitent des alliages durs à base de poudres de carbure de tungstène. Ces poudres industrielles sont difficilement compactées à vert. Elles sont utilisées comme matrice pour les outils diamantés infiltrées par l'écoulement d'un liant métallique en fusion généralement, à base de cuivre, remplissant ainsi, les vides permettant d'avoir une meilleure densification.

Un pressage accompagné de frittage représente une bonne méthode pour élever la densité de ces poudres industrielles et d'atteindre une densité théorique maximale.

Notre objectif est d'élaborer des multi-matériaux par compactage et frittage. Contrairement au procédé d'infiltration, le liant métallique est mélangé à la matrice dès le départ sous forme de poudre qui subira des efforts de pressage et des cycles thermiques prés définis permettront d'obtenir leur consolidation.

Ce travail a été réalisé sur des mélanges constitués de poudre à base de WC-W₂C-W-Ni-Fe et 15% en alliage métallique à base de cuivre ont subi au cours de l'étape préalable de compaction uni-axiale à froid plusieurs efforts pour des durées de compressions de 30 et 60minutes. L'étape de frittage correspond à un traitement thermique d'une durée de 30 minutes à la température 980°C.

Dans cette étude nous mettons en évidence l'effet de l'application des pressions et chauffage sur la densification et leurs l'influence sur la microstructure. Une identification des phases présentes dans les alliages frittés est faite par l'utilisation de la microscopie électronique.

Optimisation of the $\text{Ga}(2-x)\text{FexO}_3$ ceramic processing towards Magnetoelectric Applications

François ROULLAND¹, LEFEVRE, THOMASSON, VIART

¹Laboratoire IPCMS , 23 rue du Loess BP43 67034, STRASBOURG

Résumé

"Magnetoelectric materials are experiencing a renewal of interest in the recent years. This kind of materials can find some industrial applications such as new generation of RAMs. The MeRAMs (Magnetoelectric Random Access Memories), used as data storage applications, can combine the advantages of the magnetic random access memories (MRAMs) in terms of access time and endurance with those of the ferroelectric random access memories (FeRAMs) in terms of writing energy.

In this way, the $\text{Ga}_{2-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ (GFO) represents a good alternative to the perovskites usually studied for most of the magnetoelectric materials. Bulk GFO is known to be polar, ferrimagnetic above room temperature for $x \geq 1.4$, and magnetoelectric.

The proposed work is to establish a complete study on the GFO elaboration for each $\text{Ga}_{2-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ composition. The ceramic processing has been investigated with respect to milling conditions and calcination parameters to optimise each fabrication step in order to obtain pure and high quality powder materials.

The ceramics obtained have been analysed using X-Ray diffraction and observed by SEM coupled with EDX analyses. This study lead to the establishment of a diagram highlighting the opposing compounds in GFO solid solution depending on both the Fe/Ga ratio and the calcination temperature. Moreover the optimised ceramics exhibit significant improvements of the magnetic order temperatures.

Production d'un Composite à Matrice Métallique par la technologie PIM dans le but d'obtenir un effet de synergie

Florimonde LEBEL¹, Delphine AUZENE¹, Jacques HALLEUX², Guy LAGAYESSE², Jean-Marc POPOT¹, Umberto BARALDI²

¹ CRITT-MDTS, 3 bd Jean Delautre, 08000 CHARLEVILLE-MEZIERES (France)

² SIRIS, 12 rue du Bois Saint-Jean, 4102 SERAING (Belgique)

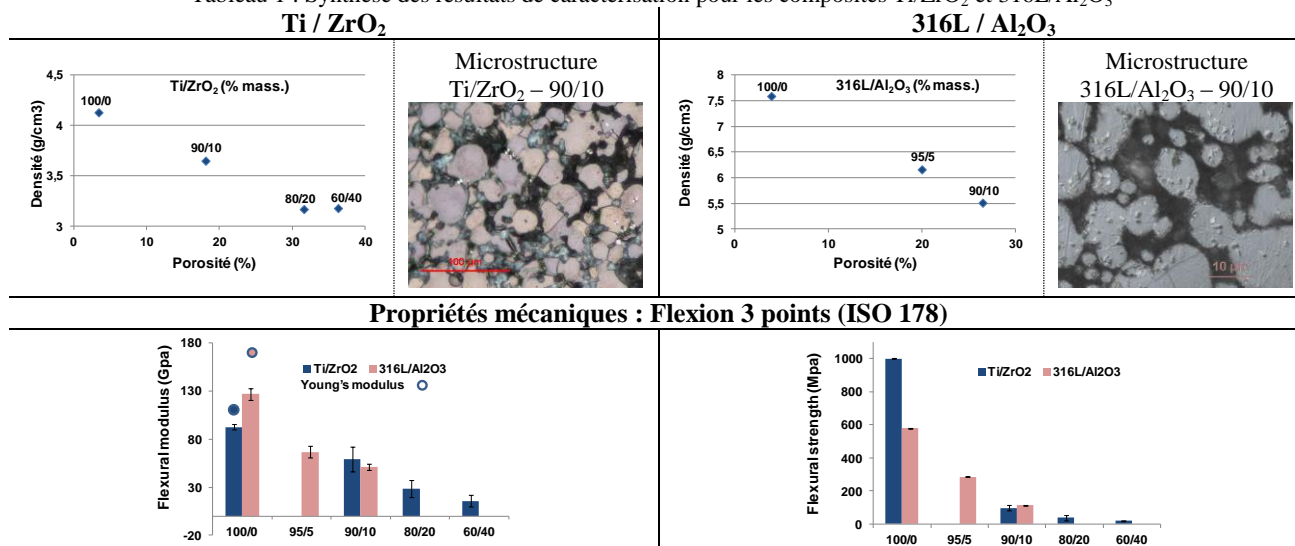
Résumé

La technologie PIM (Powder Injection Moulding) est un procédé de fabrication « Near net Shape » permettant la production de pièces de petites tailles et de formes complexes. En raison de ses atouts, cette technologie présente un large potentiel innovant pour la mise en forme des matériaux.

L'innovation dans cette étude repose sur le mélange de feedstocks commerciaux (Catamold®), métalliques et céramiques, pour développer des feedstocks Composites à Matrice Métallique (CMM). Ainsi, les composites titane/zircone et 316L/alumine à différents teneurs ont été réalisés.

Après avoir suivi les étapes du procédé PIM (injection, déliantage puis frittage), les pièces CMM ont été caractérisées : évaluation de la densité/porosité, observations métallographiques et imageries au MEB, estimation des propriétés mécaniques (Tableau 1).

Tableau 1 : Synthèse des résultats de caractérisation pour les composites Ti/ZrO₂ et 316L/Al₂O₃



Afin de limiter la fusion des métaux, les températures de frittage des composites ont été choisies entre celles du métal et de la céramique : $T^{\circ}\text{C}_{\text{frittage métal}} < T^{\circ}\text{C}_{\text{frittage composite}} < T^{\circ}\text{C}_{\text{frittage céramique}}$. Par conséquent, la présence de particules céramiques non frittées au sein de la matrice métallique conduit à une densification incomplète du matériau, générant ainsi de la porosité. L'effet de synergie obtenu est donc la création d'un réseau de pores interconnectés, et le matériau CMM ainsi produit s'apparente à une mousse dont la porosité peut être contrôlée. Comme ces matériaux composites PIM ont été réalisés à partir de matériaux biocompatibles, ils peuvent se présenter comme des matériaux particulièrement attrayants pour les dispositifs médicaux implantables. En effet, comme la porosité des matériaux permet aux cellules osseuses et aux vaisseaux sanguins de se développer, l'ostéointégration y est favorisée.

De plus, cette porosité fragilise ces matériaux CMM diminuant, de ce fait, leurs propriétés mécaniques et notamment leur module de Young qui se rapproche ainsi de celui de l'os humain (10-30 GPa), ce qui peut conduire à une amélioration de la connexion entre l'implant et l'os.

En conséquence, la technologie PIM, en alliant les avantages de l'injection plastique, permettant la production de pièces complexes en grande série, à la métallurgie des poudres, apparaît comme un moyen de production de ces pièces CMM flexible, rentable et prometteur.

Cependant, pour palier les problèmes de densité/porosité responsables de propriétés mécaniques moindres par rapport aux métaux purs, et ce d'autant plus que la teneur en céramique est importante, il est possible de réaliser des traitements post-HIP, d'ajouter des activateurs de frittage ou encore de réduire la teneur en céramique au sein de ces CMM.

D'autre part, la caractérisation de ces composites mériteraient d'être poursuivie (évaluation de la résistance à la corrosion, de la résistance à l'usure par frottement, des propriétés électriques et thermiques...) en vue d'élargir les domaines d'applications de ces matériaux CMM à d'autres secteurs comme l'aéronautique, l'automobile,...

Effet des défloculants sur le Comportement rhéologique de trois argiles utilisées dans la céramique

1BOUDJENANE N, 1GHELAIMI A, 1RAHMANI Y, 2BOUHACINA M, 1HAMMADI L,

Résumé

Dans cette étude, l'effet de deux défloculants et de la concentration massique sur le comportement rhéologique des argiles utilisées dans la fabrication de la céramique se trouvant dans l'Ouest Algérien a été étudié. Le modèle de Bingham a été choisi pour modéliser la dépendance de la contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement pour des concentrations variant de 30 % à 60 % en particules solides à température ambiante.

La variation de la concentration de 30% à 50% montre une augmentation du seuil d'écoulement et de la viscosité plastique des argiles. Cette augmentation est très accentuée à partir d'une concentration de 45%.

L'ajout des défloculants dont la concentrations varie de 0,2 à 1% aux argiles de concentrations 40 et 60% montre que la viscosité plastique diminue et se stabilise à 0,8%, en revanche le seuil diminue et aucune stabilisation n'est observée.

Mots clés : Argiles, céramique , viscosité plastique, seuil, contrainte, concentration massiq

Etude du fluage et de la recouvrance des argiles utilisée dans la fabrication de la céramique

L HAMMADI², N BOUDJENANE², M MEKKAOUI², M BELHADR², M BOUHACINA³, A Sirat²

¹ Faculté des Sciences et de la Technologie, Université de Mascara, B.P. 763, Route de Mamounia, Mascara 29000, Algérie

² Laboratoire de Rhéologie, Transport et Traitement des Fluides Complexes (LRTTFC), Faculté d'Architecture et de Génie civil, Département d'Hydraulique, Université des Sciences et de la Technologie d'Oran (USTO) B.P. 1505 Oran-EL-M'naour 31000, Algérie

³ Société nouvelle de carreaux céramique (CERAMIR) R.N 22 Route de Sidi Hassini-Remchi B.P 312 Remchi, Algérie

Résumé

Les argiles sont couramment utilisées dans nombreuses application industrielle, notamment dans la fabrication de la céramique [1,2], la fabrication des médicaments [3], le traitement des eaux polluées, par exemple dans l'adsorption de composés organiques toxique [4] et la stabilisation des émulsions des huiles-eau [5]. L'étude des propriétés rhéologiques des argiles est importante dans l'application industrielle telle que dans une usine de construction de la céramique dans le but de déterminé des bons conditions de fonctionnement des pompes pendant l'opération de réalisation de la céramique. Ces propriétés rhéologiques dépendantes de la concentration en matière sèche [6], la taille des particules solides et la température des argiles [7] et temps d'agitation et leurs pH [8]. Dans cet article, nous avons étudié l'effet du temps et de la concentration massique sur le comportement viscoélastique d'une argile et d'une barbotine utilisée dans la fabrication de la céramique de la société CERAMIR, Algérie afin de fournir des informations sur leurs durée vie. Le comportement viscoélastique des matériaux étudiés durant la phase de fluage et de recouvrance (Figure 1 et 2) en fonction du temps de la concentration massique est modélisé par le modèle de Kelvin-Voigt [7].

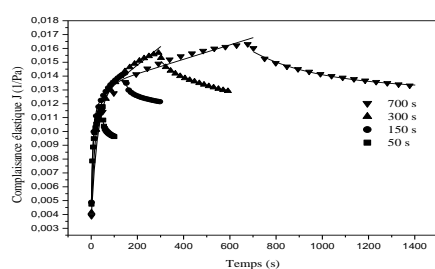


Figure.1 : complaisance élastique pendant la phase de fluage et de recouvrance en

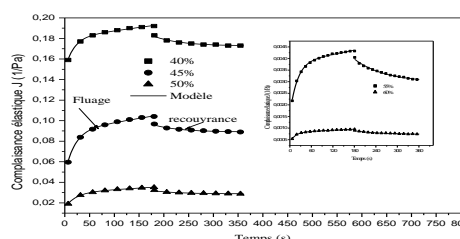


Figure.2: complaisance élastique pendant la phase

L'augmentation du temps de fluage-recouvrance montre une augmentation lente de la viscosité newtonienne correspondant au régime permanent et de la complaisance élastique instantanée et retardée. En revanche l'augmentation de la concentration massique en argile provoque une augmentation rapide de la viscosité newtonienne correspondant au régime permanent et une diminution de la complaisance élastique instantanée et retardée.

Références

- [1] Kaci, A., Chaouche, M., P-A. Andréani, P.A., 2011. Influence of bentonite clay on the rheological behaviour of fresh mortars. Cement and Concrete Research (41), 373-379.
- [2] Gridi-Bennadj, F., Lecomte-Nana, G.L., Bonnet, J.P., Rossignol, S., 2011. Rheological properties of montmorillonitic clay suspensions: Effect of firing and interlayer cations. Journal of the European Ceramic Society.
- [3] Abu-Jdayil, B., 2011. Rheology of sodium and calcium bentonite-water dispersions: Effect of electrolytes and aging time. International Journal of Mineral Processing. (98), 208-213.
- [4] Merino, I., Arévalo, L.F., Romero, F., 2007. Preparation and characterization of ceramic products by thermal treatment of sewage sludge ashes mixed with different additives. Waste Manag (27), 1827-1844.

Projection thermique des poudres fonctionnalisées pour des application en aéronautique

Constantin IACOB¹, BUCHER Sébastien, SPILERS Philippe

¹ LIFCO Industrie , Parc d'Activités du Moulin d'Ecalles, 76750, Buchy

Résumé

Spécialisée dans le traitement des poudres par enrobage, LIFCO Industrie propose une large gamme de produits grâce à la maîtrise de la technologie à lit fluidisé couplée aux procédés de dépôts de type CVD, PVD et voie humide. Ces poudres revêtues trouvent des applications dans de nombreux domaines, comme l'élaboration de pièces par frittage, la réalisation de revêtements par les procédés de projection (plasma, cold spray, HVOF...), ou leurs utilisations comme charges fonctionnelles dans les matériaux composites et les revêtements organiques (peinture en poudre par exemple). Les avantages liés à l'utilisation de ces poudres revêtues comparativement à des mélanges équivalents sont nombreux. La projection de poudres enrobées permet d'obtenir des revêtements composites homogènes dans la masse. Les propriétés des revêtements obtenus sont une combinaison des propriétés des deux composants (dureté et lubrification par exemple). Par ailleurs la processabilité des poudres enrobées est plus simple que pour un mélange de poudres. En association avec des partenaires industriels comme la société APS, quelques exemples d'applications de ces poudres dans le domaine des procédés de projection sont présentés, et les bénéfices liés à l'utilisation de poudres modifiées en surface y sont exposés.

Mécanismes de consolidation et de densification du cuivre lors du frittage SPS

Romarc COLLET¹, Foad NAIMI¹, Sophie LE GALLET¹, Jean-marc CHAIX²

¹ CNRS/Université de Bourgogne - 9 Avenue Alain Savary - BP 47 870 21078 DIJON Cedex (France)

² SIMAP, Université de Grenoble-CNRS, 38402, Saint Martin d'Hères

Résumé

Le frittage SPS assure une densité élevée, une taille de grain limitée et des températures relativement basses par rapport aux techniques classiques telles que le « hot pressing » (HP). Les mécanismes qui conduisent à ces résultats restent sujets à controverse et difficilement maîtrisés. Ceci a motivé une approche fondamentale des mécanismes SPS dans le cuivre, qui s'inscrit dans le cadre du projet ANR « MF2 » (Mécanismes de Frittage Flash dans les matériaux métalliques).

Ce travail vise à analyser les mécanismes de frittage par SPS d'une poudre de cuivre, depuis la formation des ponts jusqu'à la densification. Le cuivre est un matériau conducteur avec un comportement au frittage relativement connu, mais dépendant d'un certain nombre de facteurs : la taille des particules, leur morphologie, la présence d'oxyde en surface, l'atmosphère de frittage...

Une poudre de cuivre (Alfa Aesar réf. 42689, diamètre moyen 10 μ m, pureté 99.9%) a été choisie. Elle a été caractérisée : les particules sont lisses, sphériques et présentent, en surface, deux types d'oxyde (CuO et Cu₂O).

Des essais SPS ont été réalisés à vitesse de chauffage constante (50°C.min⁻¹) en limitant la pression (20kN) et en faisant le choix d'un courant continu. Le cycle a été interrompu à différentes températures pour observer les échantillons. Dès 300°C, le frittage se manifeste par une consolidation des échantillons, puis la densité augmente avec la température. L'observation par MEB des frittés après fracture a permis de mettre en évidence la formation progressive et l'évolution des ponts entre les grains de la poudre (Figure 1).

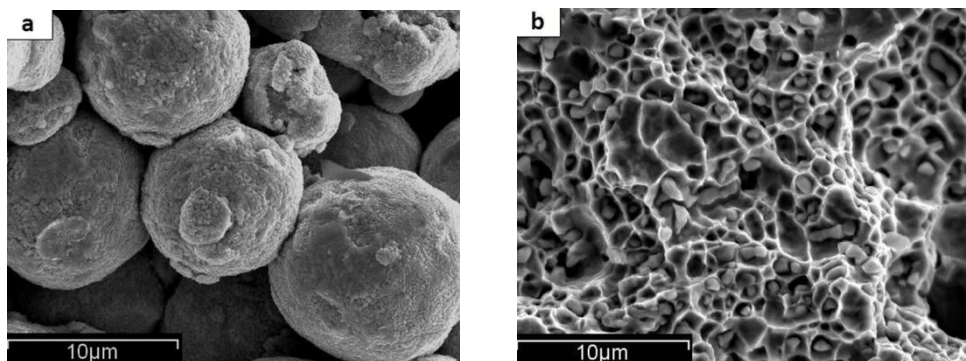


Figure 1 : Observation au MEB de la surface des particules après essai SPS interrompu à 300°C (a) et 700°C (b) A 300°C, la formation des ponts est à peine ébauchée (zone aplatie et rupture « fragile »), alors qu'à 700°C la formation des liaisons au joint conduit à une rupture ductile (cupules).

Influence de l'homogénéité cationique sur le frittage des oxydes Th_{1-x}U_xO₂

Nicolas Clavier¹, A. Mesbah, F. Tocino, J. Ravaux, N. Dacheux

¹ ICSM - UMR 5257 CEA/CNRS/UM2/ENSCM, Site de Marcoule - BP 17171 30207, Bagnols / Cèze

Résumé

Les oxydes mixtes d'actinides, tels que le MO_x (U,Pu)O₂, sont actuellement considérés en tant que combustibles de référence pour plusieurs concepts de réacteurs nucléaires de troisième et quatrième générations. A ce titre, le frittage constitue l'une des étapes clés de leur procédé de fabrication, destiné à la fois à assurer la densification du compact et la formation d'une solution solide à l'échelle du grain. Dans ces conditions, une étude a été entreprise afin d'évaluer l'impact de l'homogénéité cationique d'échantillons modèles de composition générale Th_{1-x}U_xO₂ sur leur température et leur cinétique de frittage. Cinq méthodes de préparation ont ainsi été développées de manière à disposer d'une gamme de composés présentant des distributions cationiques variées, les méthodes de précipitation par voie humide conduisant aux solides les plus homogènes, tandis que des échantillons volontairement hétérogènes ont pu être préparés par mélange de poudres. Par la suite, la densification des compacts pulvérulents associés a été suivie par dilatométrie avant que la répartition des cations au sein des solides ne soit finalement évaluée par analyse X-EDS. Il apparaît alors que la température pour laquelle la vitesse de densification maximale est enregistrée diminue lorsque le degré d'homogénéité augmente au sein des solides. Par conséquent, la microstructure observée à l'issue de traitement thermique présente également une porosité réduite. Sur la base de ces résultats, la dernière partie de ce travail a porté sur l'effet éventuel d'étapes de traitement mécanique sur l'homogénéité. L'ensemble des solides préparés a alors été soumis à plusieurs cycles de vibrobroyage préalablement à leur frittage.

Caractérisation de l'endommagement dans les matériaux composites amorphe/cristallin frittés au SPS

Antoine FERRÉ¹, Eric MAIRE¹, Sylvain DANCETTE¹

¹ LABORATOIRE MATEIS, INSA de Lyon, 69621, VILLEURBANNE

Résumé

Les matériaux composites amorphe/cristallin peuvent être trouvés dans les polymères, les céramiques et les systèmes métalliques. Les derniers matériaux produits dans ce domaine sont des métaux amorphes contenant des inclusions cristallines. Ils ont été produits pour surmonter les problèmes de ductilité en tension des verres monolithiques amorphes. Cette faible ductilité en traction étant due à un fort cisaillement plastique localisé, la présence d'inclusions métalliques modifie le comportement plastique et favorise le glissement multiple. Les propriétés mécaniques de ces nouveaux matériaux (et spécialement le processus de rupture) doivent encore être clarifiées. Les composites étudiés sont issus de poudres (Figure 1) et sont frittés au SPS. La matrice d'aluminium est sous forme cristalline et les inclusions de verre métallique (VM) sont sous forme amorphe.

L'imagerie rapide 3D est une méthode idéale pour caractériser de façon non destructive l'endommagement en 3D dans ces composites. Le contraste d'atténuation permet de distinguer facilement la phase amorphe de la phase cristalline (Figures 2 et 3). La tomographie rapide aux rayons X (Figures 2 et 3) durant un essai de traction continue ou interrompue permet d'obtenir une image précise du processus d'endommagement à un instant donné (initiation, croissance et coalescence).

La modélisation vise à mettre en place les outils des mécanismes d'endommagement observés. L'approche envisagée consiste à discrétiser la microstructure réelle, telle qu'obtenue par la tomographie, en éléments finis (Figure 4) avec les critères d'endommagement appropriés. La simulation directe des essais permet d'enrichir leur analyse et d'apporter des éléments de compréhension sur les mécanismes d'endommagement observés. Cette modélisation peut être approfondie en prenant en compte la nature cristalline de la matrice d'aluminium. Cela peut être réalisé à l'aide de cartographies des orientations cristallines obtenues en microscopie EBSD (Electron Back Scattered Diffraction, Figure 5) par exemple.

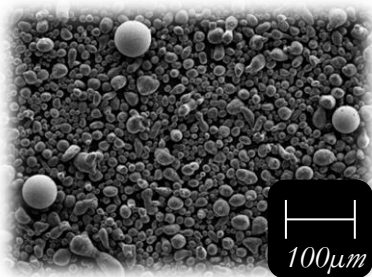


Figure 6 : Poudre aluminium et VM

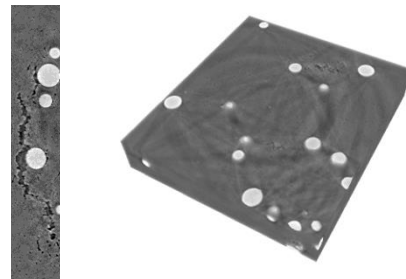


Figure 7 : Tomographie aux rayons X

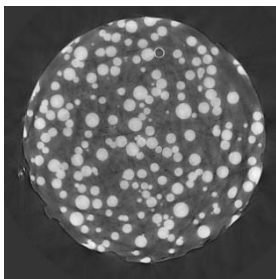


Figure 8 : Tomographie aux rayons X

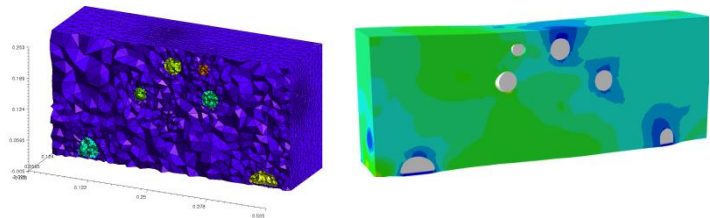


Figure 9 : Modélisation par éléments finis

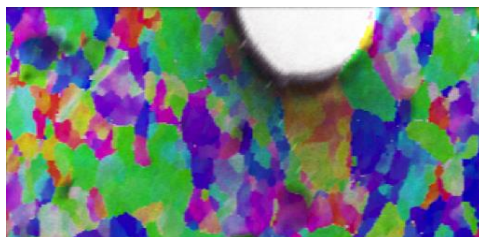


Figure 10 : Image EBSD

Comportement mécanique de fibres de SiC de dernière génération sous irradiation aux ions à haute température

Juan HUGUET GARCIA¹, J. Merigeon, A. Jankowiak, C. Grygiel, I. Monnet, Y. Serruys, S. Miro, J-M. Costantini

¹ ETABLISSEMENT, adresse, code postal, VILLE

Résumé

Dans le cadre de le Forum International Génération IV, la France se consacre en particulier à la filière des Réacteurs à Neutrons Rapides (RNR) et plus spécifiquement à deux d'entre eux, les RNR au sodium et à gaz. Pour ces réacteurs, les températures de fonctionnement visées sont plus élevées que celles des réacteurs actuels. Dans ce contexte, les composites SiCf/SiCm constituent une des voies envisagées comme matériau de structure et/ou de gainage pour le combustible nucléaire. A cet effet, de nombreux travaux ont déjà été menés sur les effets d'irradiation dans le SiC. L'objectif de l'étude a consisté à étudier le comportement mécanique de fibres de SiC dans des conditions expérimentales se rapprochant de celles rencontrées en réacteur. Pour cela, une machine de traction appelée Mini-MécaSiC a été développée au DMN (Département des Matériaux pour le Nucléaire) du CEA de Saclay. La spécificité de cet équipement réside dans la possibilité de caractériser le comportement mécanique in-situ de fibres de SiC pendant une irradiation aux ions. Son implantation a été effectuée sur la ligne d'irradiation IRRSUD (GANIL Caen) et Epiméthée E3 (JANNUS Saclay) ce qui a permis de suivre en temps réel la déformation de fibres de SiC sous flux d'ions, à 300 MPa et à 1000°C. Les fibres ont montré des déformations résiduelles nettement inférieures aux valeurs obtenues avec des irradiations à température ambiante et une augmentation significative de la vitesse de déformation des fibres avec le flux a été mise en évidence.

Observations microstructurales de matériaux métalliques en cours de densification par frittage flash

Zofia TRZASKA¹

¹ CEMES , 29 rue Jeanne Marvig, 31055 Toulouse

Résumé

Dans ce travail nous cherchons à identifier les mécanismes métallurgiques se produisant au cours du frittage flash de matériaux métalliques modèles (Ni, TiAl, Ni-Cu). La physique permettant d'expliquer les rapidités de frittage, au cours du frittage flash, est encore très mal connue. Nous allons donc essayer de comprendre comment la présence du courant électrique et les fortes vitesses de montée en température, influent sur les mécanismes de densification classiques.

Nous effectuons une comparaison entre le frittage flash et le pressage à chaud sur le Ni et le TiAl, de manière à comparer les cinétiques de frittage de ces deux techniques, en utilisant des conditions expérimentales aussi proches que possible.

Une part importante du travail consiste à étudier la déformation plastique microscopique des particules de poudres en cours de densification. Des observations métallographiques nous permettent de voir l'évolution de la taille des grains ainsi que l'évolution de la porosité. La préparation des surfaces pour cette étude s'est avérée difficile puisque le polissage tend à refermer la porosité et l'attaque chimique tend à l'exagérer.

On est confronté également à la difficulté de préparation d'échantillons MET de matériaux poreux. En effet, l'amincissement électrolytique ne permet pas d'obtenir des trous à bord mince avec ces échantillons. L'amincissement par bombardement ionique, quant à lui, introduit des dégâts d'irradiation. La préparation de lames minces par FIB introduit également des dégâts d'irradiation mais l'avantage de cette technique est qu'on puisse prélever la lame mince à la jonction entre particules ou au centre d'une particule."