

Oral

## Contribution à l'étude thermodynamique et comportement à l'oxydation de céramiques ultra-réfractaires à base de diborure d'hafnium et de carbure de silicium.

Cassandra PIRIOU<sup>1</sup> ; Sylvie FOUCAUD<sup>1</sup> ; Olivier RAPAUD<sup>1</sup> ;  
Ludovic CHARPENTIER<sup>2</sup> ; Marianne BALAT-PICHELIN<sup>2</sup>

<sup>1</sup> SPCTS-CNRS, UMR 7315, Centre Européen de la Céramique (CEC), 12 rue Atlantis, F-87068 Limoges Cedex

<sup>2</sup> PROMES-CNRS, UPR 8521, 7 rue du four solaire, F-66120 Font-Romeu Odeillo, France

### Résumé

Les céramiques ultra-réfractaires (UHTCs), plus particulièrement les diborures du groupe IVb, sont des candidats potentiels pour une grande variété d'applications, notamment en tant que matériaux structuraux pour la protection thermique des véhicules hypersoniques exposés à des températures très élevées (>1800°C) ainsi qu'à l'oxydation [1].

L'objectif premier de ce travail consiste à élaborer des composites à base de céramiques ultra-réfractaires HfB<sub>2</sub>-SiC utilisés comme matériaux structuraux dans les domaines de l'aéronautique et l'aérospatial. Le second réside dans la compréhension des mécanismes d'oxydation mis en jeu lors de l'entrée des véhicules spatiaux dans l'atmosphère.

Le frittage de ces matériaux, à différentes compositions, a été entrepris par Spark Plasma Sintering (SPS). Ce procédé est généralement utilisé pour l'obtention de matériaux très denses (>98% densité relative) à la microstructure fine, à des températures plus faibles et des temps plus courts qu'avec des techniques de frittage conventionnelles (frittage naturel, pressage à chaud) [2]. Afin de favoriser la densification et d'obtenir une distribution homogène des phases dans le matériau final, une étude sur la granulométrie des poudres de départ a été nécessaire. Une optimisation des conditions de frittage (pression appliquée, température et temps de maintien, vitesse de chauffage) a ensuite été menée dans le but d'élaborer des échantillons très denses en utilisant des paramètres adaptés à leur environnement. Les matériaux obtenus ont été oxydés à plusieurs températures dans un four solaire afin de se rapprocher des conditions auxquelles sont soumis les véhicules hypersoniques.

Les mécanismes d'oxydation ont été mis en évidence à travers l'étude des couches oxydées en combinant la diffraction des rayons X (DRX), la microscopie électronique à balayage (MEB), la spectrométrie photoélectronique X (XPS) et la spectrométrie de masse d'ions secondaires à temps de vol (ToF-SIMS). Ce travail a été appuyé par l'obtention de données cinétiques lors des tests d'oxydation.

En parallèle, une première approche thermodynamique du système Hf-B-Si-C a été réalisée à travers la modélisation de diagrammes de phases ternaires, le but étant de constituer une base de données cohérente de ce système quaternaire.

### Références

[1] F. Monteverde, & A. Belosi, « The resistance to oxidation of an HfB<sub>2</sub>-SiC composite », J. Eur. Ceram. Soc., 25 (2005) 1025-1031.

[2] D. Sciti, G. Bonnefont, G. Fantozzi, & L. Silvestroni, « Spark Plasma Sintering of HfB<sub>2</sub> with low additions of silicides of molybdenum and tantalum », J. Eur. Ceram. Soc., 30 (2010) 3253-3258.