

## Comportement à l'oxydation des composites ultra-réfractaires (Hf/Zr)B<sub>2</sub>-SiC à très haute température et au cyclage

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

<sup>1</sup> IRCER-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-ROMEUE ODEILLO

### Résumé

Les céramiques ultra-réfractaires (UHTCs), plus particulièrement les diborures du groupe IVb, sont des matériaux prometteurs pour une grande variété d'applications, notamment dans le domaine de l'aéronautique. En effet, ils sont des candidats potentiels pour certains éléments de chambre à combustion des moteurs pouvant atteindre des températures de l'ordre de 1700-1800 K et fonctionnant sous air, à pression atmosphérique.

L'objectif principal de ce travail réside dans la compréhension des mécanismes d'oxydation de différentes nuances de composites (Hf/Zr)B<sub>2</sub>-SiC sous des conditions environnementales et de température très sévères. Pour cela, des matériaux homogènes en termes de microstructure et de densité relative ont été élaborés par Spark Plasma Sintering (SPS). Ce procédé est généralement utilisé pour l'obtention de matériaux ayant une microstructure fine, présentant des taux de densification élevés (> 98 %) à des températures plus faibles et des temps de traitement plus courts qu'avec des techniques de frittage conventionnelles (frittage naturel, pressage à chaud) [1]. Une optimisation des paramètres de frittage a été entreprise pour chacune des compositions des deux systèmes.

L'oxydation de ces céramiques a constitué la seconde étape de ce travail. Pour cela, les matériaux ont été placés dans un four solaire et, à l'aide du montage REHPTS (REacteur Haute Pression et Température Solaire) [2] du laboratoire PROMES, ils ont été exposés à des températures élevées (jusqu'à 1900 K) sous air stagnant. Ce dispositif permet de s'approcher des conditions réelles aéronautiques dans la mesure où les températures sont atteintes en quelques dizaines de secondes seulement. L'étude des mécanismes d'oxydation associés a été menée sur les mêmes matériaux par analyse thermogravimétrique (ATG) avec introduction à chaud des échantillons. Ces derniers ont été testés en température jusqu'à 1900 K et leur résistance au cyclage a été suivie par analyse des cinétiques d'oxydation. Cette étude a été appuyée par la caractérisation des surfaces et sections oxydées en combinant la diffraction des rayons X (DRX), la microscopie électronique à balayage (MEB), la spectroscopie photoélectronique X (XPS) et la spectroscopie Raman.

### Références

- [1] D. Sciti, G. Bonnefont, G. Fantozzi, and L. Silvestroni, "Spark plasma sintering of HfB<sub>2</sub> with low additions of silicides of molybdenum and tantalum," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 30, no. 15, pp. 3253–3258, 2010.
- [2] L. Charpentier, K. Dawi, J. Eck, B. Pierrat, J.-L. Sans, and M. Balat-Pichelin, "Concentrated Solar Energy to Study High Temperature Materials for Space and Energy," *J. Sol. Energy Eng.*, vol. 133, no. 3, p. 031005, 2011.