



HAL
open science

**Spark Plasma Sintering de carbure de bore nano et
micro-structure correlations microstructure
comportement au frittage proprietes mecaniques**

L. Roumiguier, M. Stubner, G. Gutierrez, N. Pradeilles, A. Jankowiak, G.
Antou, A. Maître

► **To cite this version:**

L. Roumiguier, M. Stubner, G. Gutierrez, N. Pradeilles, A. Jankowiak, et al.. Spark Plasma Sintering de carbure de bore nano et micro-structure correlations microstructure comportement au frittage proprietes mecaniques. Workshop SPS 2017 journees nationales sur le frittage par courant pulse, Oct 2017, Villetaneuse, France. Workshop SPS 2017 journees nationales sur le frittage par courant pulse, 2017. hal-02417346

HAL Id: hal-02417346

<https://hal.science/hal-02417346>

Submitted on 18 Dec 2019

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Spark Plasma Sintering de carbure de bore nano et micro-structuré : corrélations microstructure – comportement au frittage – propriétés mécaniques

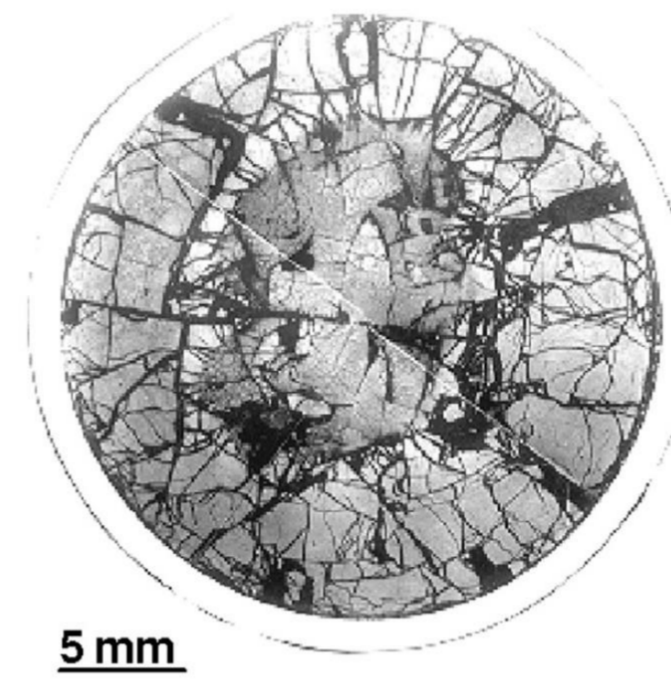
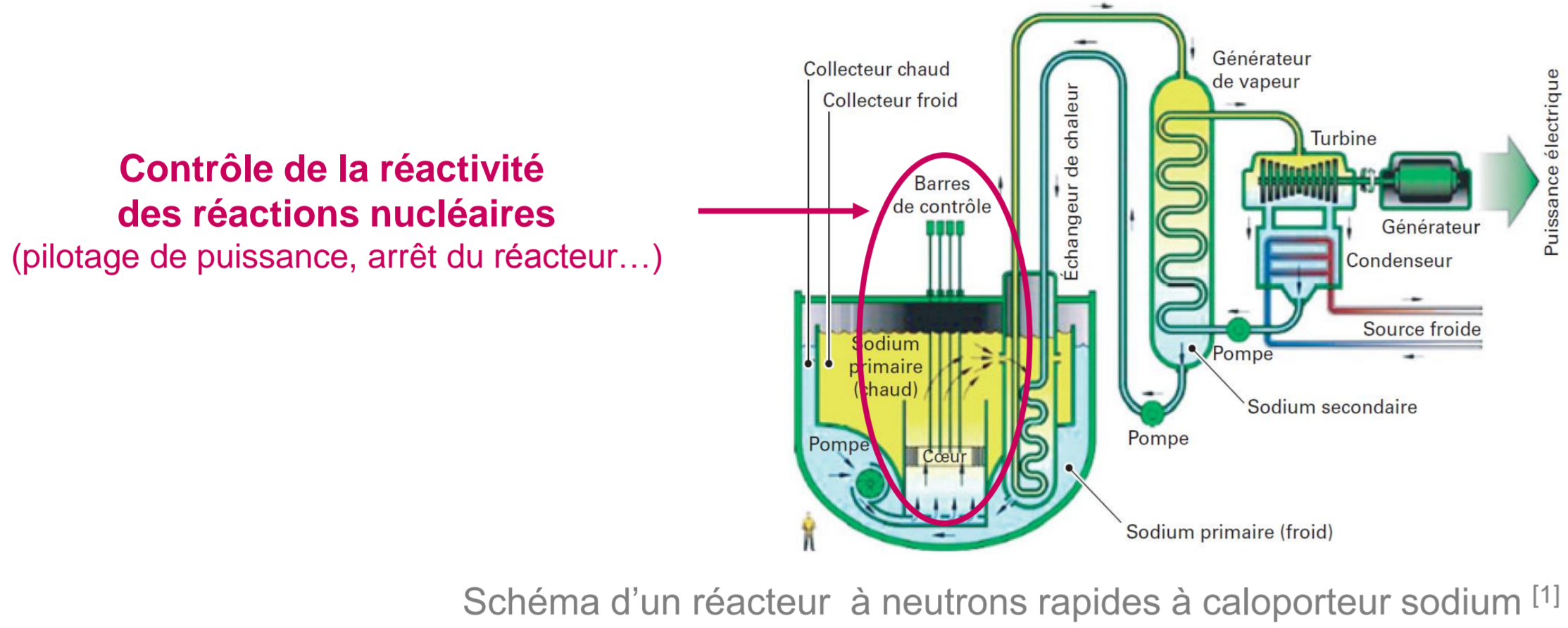
Léna ROUMIGUIER ^{1,2}, Mathilde STÜBNER ¹, Gaëlle GUTIERREZ ³, Nicolas PRADEILLES ², Aurélien JANKOWIAK ¹, Guy ANTOU ², Alexandre MAÎTRE ²

1 DEN-Service de Recherches Métallurgiques Appliquées, CEA, Université Paris-Saclay, F-91191, GIF-SUR-YVETTE
2 Laboratoire Science des Procédés Céramiques et de Traitements de Surface -SPCTS, UMR CNRS 7315, LIMOGES, France
3 DEN- Service de Recherches en Métallurgie Physique, CEA, Université Paris-Saclay, F-91191, Gif-sur-Yvette, France

Contexte et objectifs

Projet français pour les réacteurs nucléaires de génération IV

Utilisation en conditions de service :



Coupe d'un crayon absorbant irradié dans le réacteur Phénix [3]

• Fritté par **hot pressing** à partir de poudre **micrométrique** [2]

- densité \approx 96%
- taille de grains \approx 5 μ m

• Exposé à de **fortes contraintes**

- fort gradient de température
- rétention d'hélium sous irradiation



Réaction principale d'absorption neutronique

Absorbant neutronique choisi : **carbure de bore**

- propriété d'absorption de l'isotope ^{10}B , présent à 20% dans le bore naturel
- coût et disponibilité (par rapport aux terres rares)
- faible activation sous irradiation
- température de fusion élevée



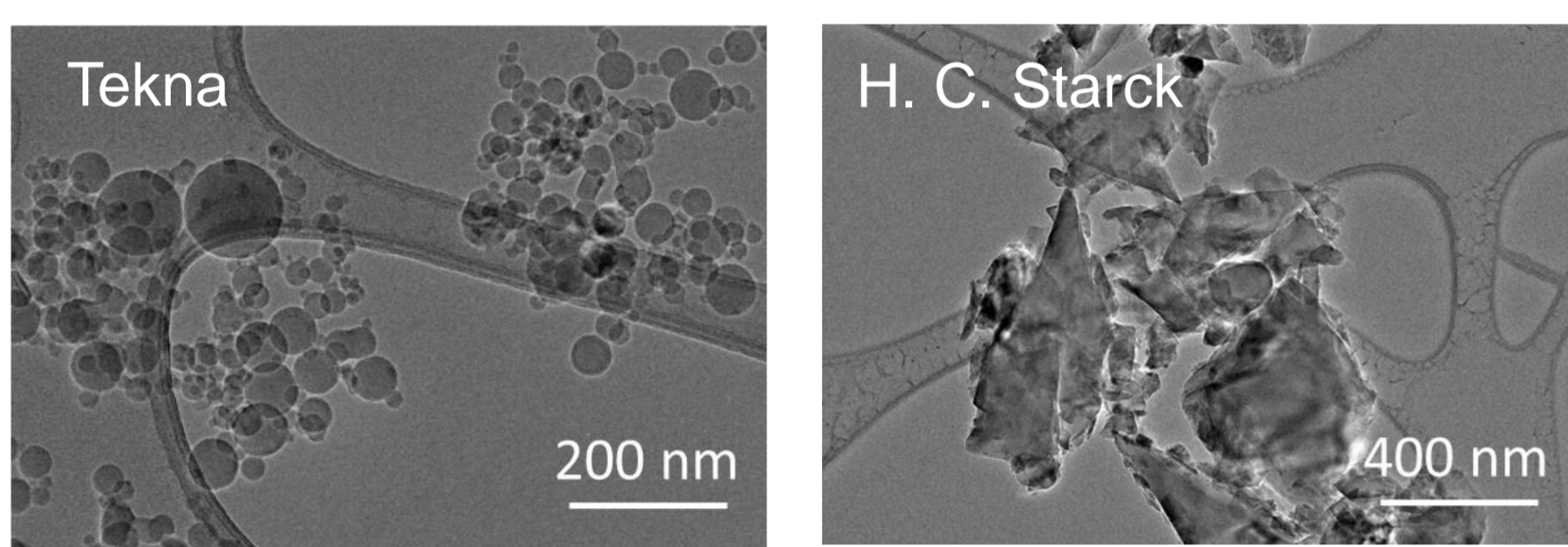
Besoin : améliorer le comportement thermomécanique des pastilles sous **gradient thermique** et sous **irradiation**

Objectif : élaborer des matériaux denses à **microstructure plus fine**

[1] Monographie DEN, CEA Saclay et Groupe Moniteur, 2014. [2] K. Froment, D. Gosset, M. Guery, B. Kryger, C. Verdeau, J. Nucl. Mater. 188 (1992). [3] D. Gosset, Neutron absorber materials, in: Handb. Nucl. Eng., 2010.

Démarche

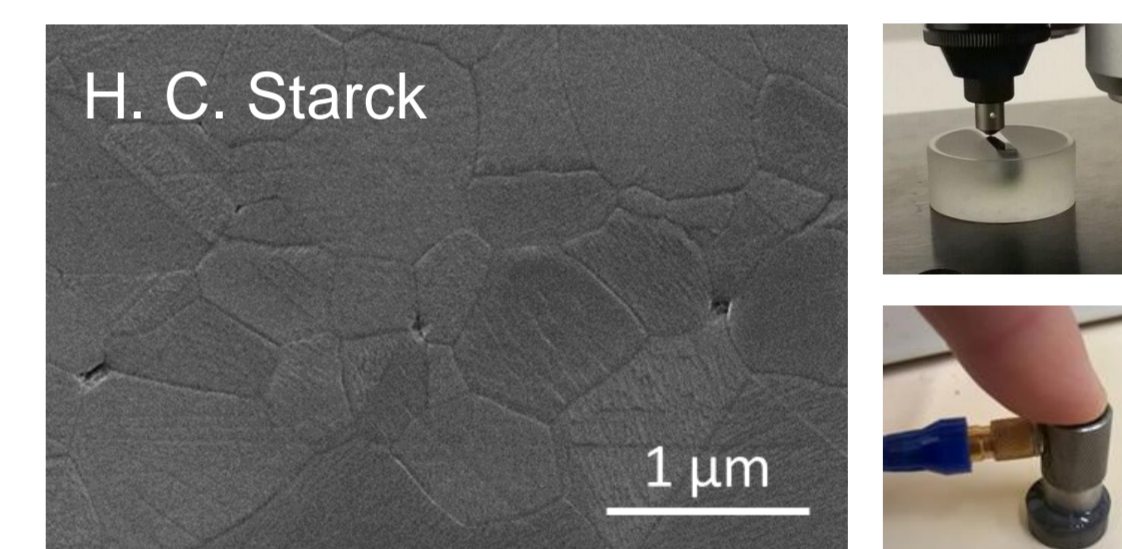
Sélection de poudres nanométriques / submicroniques



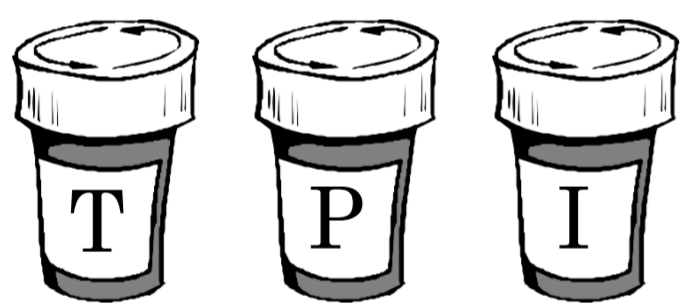
Frittage par Spark Plasma Sintering



Caractérisation des frittés



Résultats



Tekna, Plasmachem, Iolitec
3 poudres nanométriques



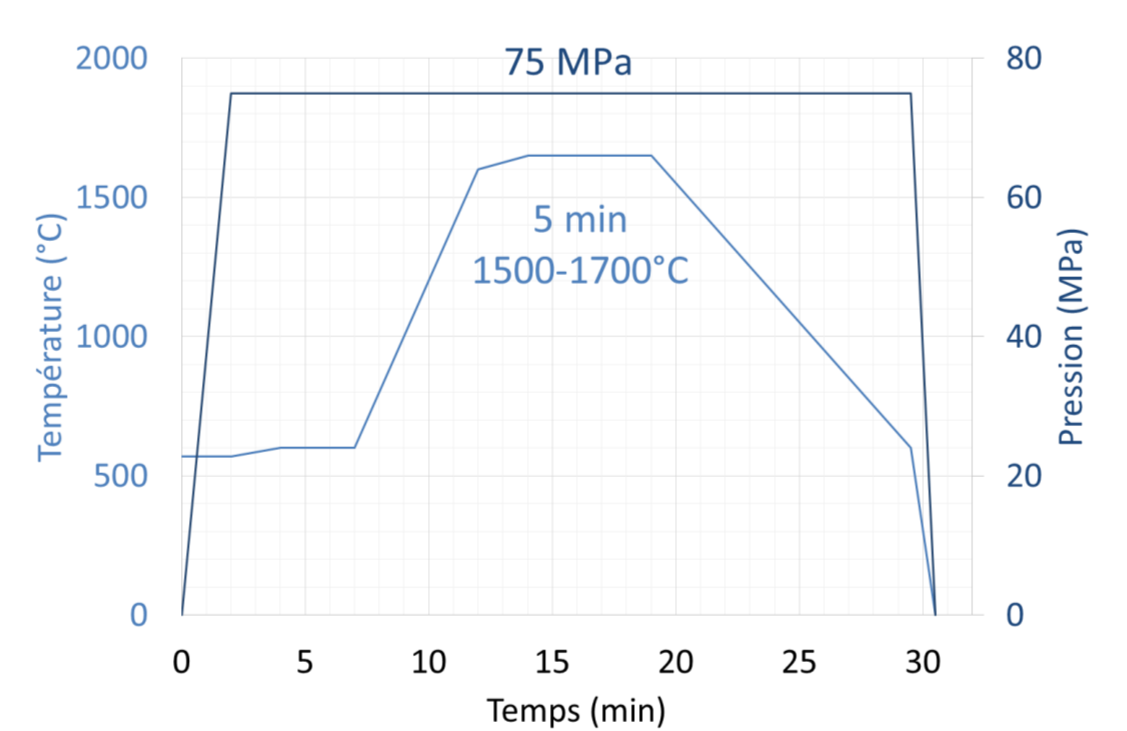
H. C. Starck
1 poudre submicronique

Intérêt du SPS :

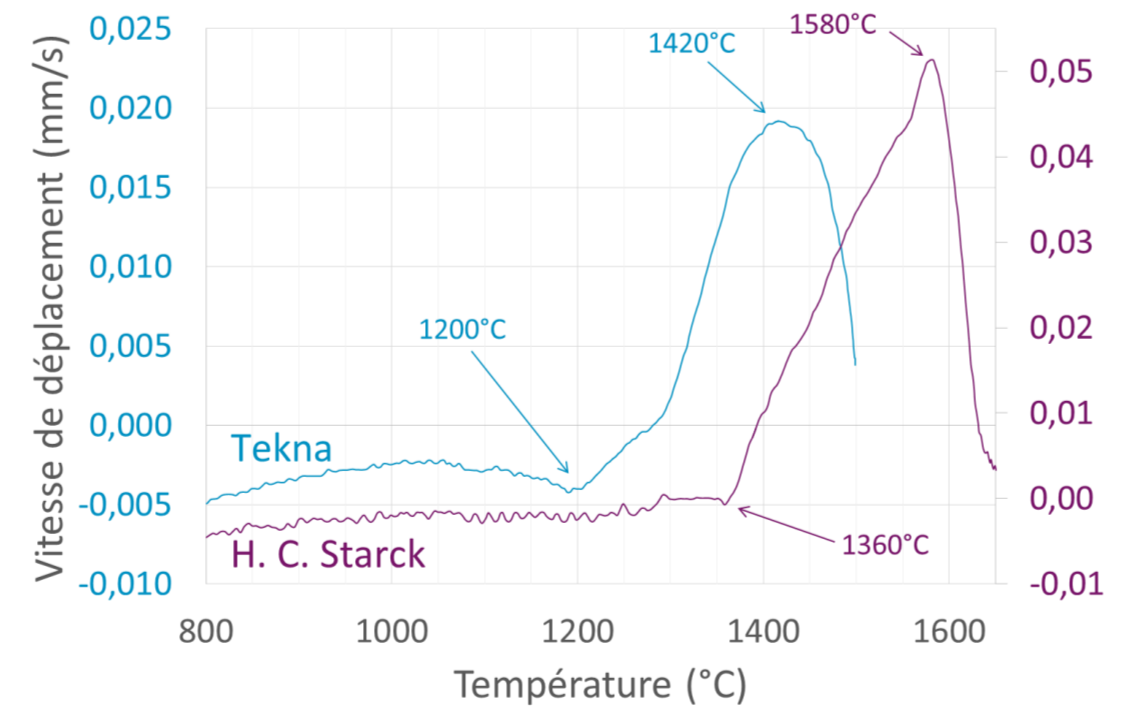
Temps de palier courts, densification rapide

→ Croissance granulaire limitée

Équipement : Dr. Sinter SPS 825 (Syntex Fuji)



Conditions de frittage

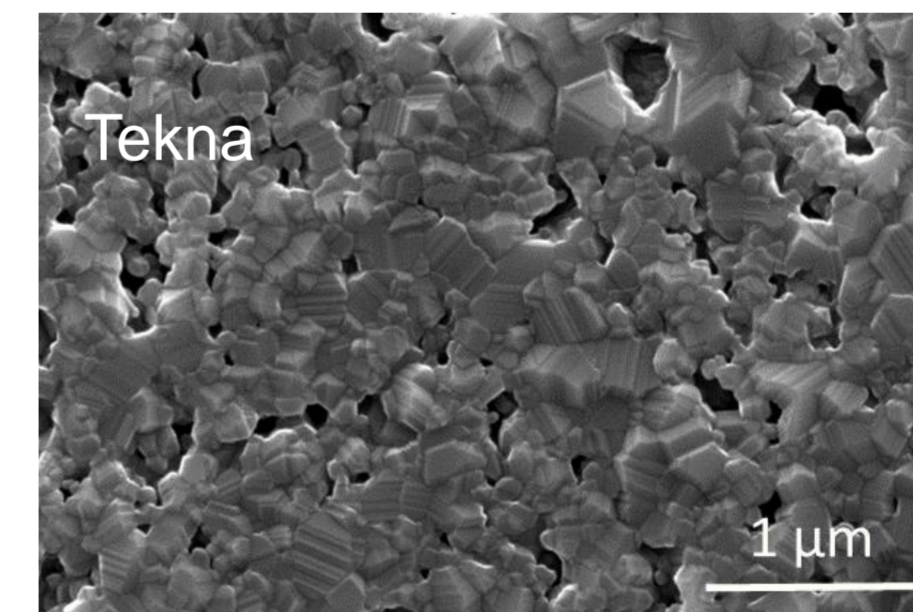
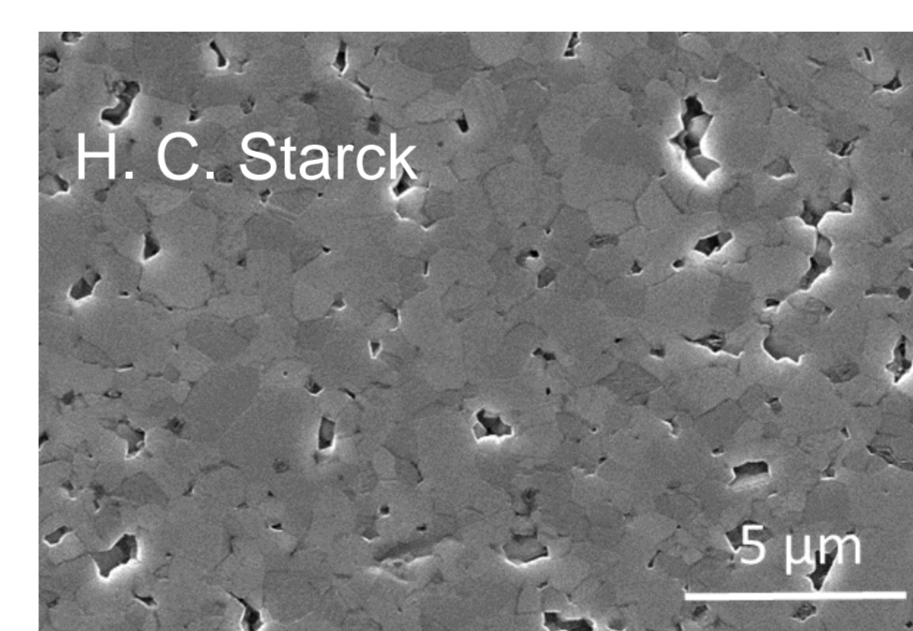


Courbes de retrait brutes des essais de frittage

→ La taille des particules influence les températures de frittage

Échantillon	H. C. Starck	Tekna
Densité relative du fritté (%)	99,0	96,3
Taille des particules de poudre (nm)	60-700	50
Taille des grains (nm)		
Plage	100 – 2000	40-400
D[50]	450	95

→ L'échelle de taille des particules des poudres initiales quasiment conservée après frittage



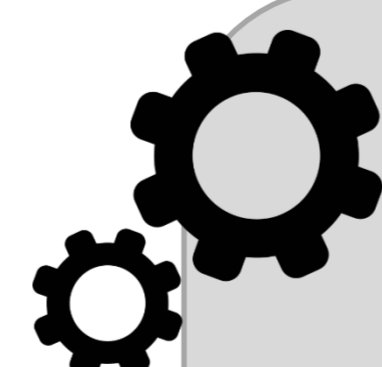
Propriétés	H. C. Starck	Tekna
À l'échelle du grain		
Dureté (GPa)	42 ± 4	35 ± 5 *
Nano-indentation		
Module d'Young intrinsèque (GPa)	452 ± 40	367 ± 40 *
Nano-indentation		
À l'échelle du massif		
Dureté (GPa)	32 ± 2	23 ± 2
Microdureté		
Module d'Young apparent (GPa)	420 ± 6	375 ± 15
Echographie US		
Module de cisaillement apparent (GPa)	180 ± 1	155 ± 2
Echographie US		

* Pour ces faibles profondeurs d'indentation, on peut considérer que l'effet des joints de grains est mineur

- Nombreux pores ≠ densité mesurée : arrachement de grains
- Plus rigide à l'échelle du grain que pour l'ensemble grains + joints de grains
- Fritté H. C. Stark plus dur (+28%) et plus rigide (+11%) mais ≠ densités

Conclusions et perspectives

- **Sélection** de deux poudres commerciales de **granulométries plus fines** que celles utilisées actuellement
- **Frittage** de ces poudres sans additifs par le procédé **Spark Plasma Sintering** et obtention de frittés denses
- **Conservation des échelles de tailles de particules** des poudres initiales
- **Caractérisation des propriétés mécaniques** des frittés à l'échelle du grain et du massif



- **Améliorer la densification** de la poudre Tekna
- **Détermination des mécanismes de densification** du carbure de bore
- **Augmenter la hauteur des pastilles** d'un facteur 6 : optimisation des conditions de frittage et adaptation de l'outillage
 - Développement d'un modèle numérique du procédé SPS au moyen du logiciel Comsol Multiphysics
 - Validation par confrontation à des essais instrumentés