



**HAL**  
open science

## Rôle des caractéristiques (micro-)structurales des poudres de BP et B 12 P 2 sur leur stabilité et leur aptitude au frittage SPS

Yves Tahan, Olivier Rapaud, Nicolas Pradeilles, Alexandre Maitre, Sarah Dine, Dominique Vrel, Hicham Moutaabbid, Yann Le Godec

### ► To cite this version:

Yves Tahan, Olivier Rapaud, Nicolas Pradeilles, Alexandre Maitre, Sarah Dine, et al.. Rôle des caractéristiques (micro-)structurales des poudres de BP et B 12 P 2 sur leur stabilité et leur aptitude au frittage SPS. Journées annuelles 2023 du GFC, Mar 2023, Limoges, France. hal-04299693

**HAL Id: hal-04299693**

**<https://hal.science/hal-04299693>**

Submitted on 22 Nov 2023

**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.

## Rôle des caractéristiques (micro-)structurales des poudres de BP et $B_{12}P_2$ sur leur stabilité et leur aptitude au frittage SPS

Yves TAHAN<sup>1</sup>, Olivier RAPAUD<sup>1</sup>, Nicolas PRADEILLES<sup>1</sup>, Alexandre MAITRE<sup>1</sup>, Sarah DINE<sup>2</sup>, Dominique VREL<sup>2</sup>  
Hicham MOUTAABBID<sup>3</sup>, Yann LE GODEC<sup>3</sup>

<sup>1</sup>IR CER, UMR CNRS 7315, 12 rue Atlantis, 87068 Limoges Cedex, <sup>2</sup>LSPM, UPR CNRS 3407, 99 Av. Jean Baptiste Clément, 93430 Villetaneuse, <sup>3</sup>IMPMC, UMR CNRS 7590, 4 place Jussieu, 75005 Paris

### Contexte

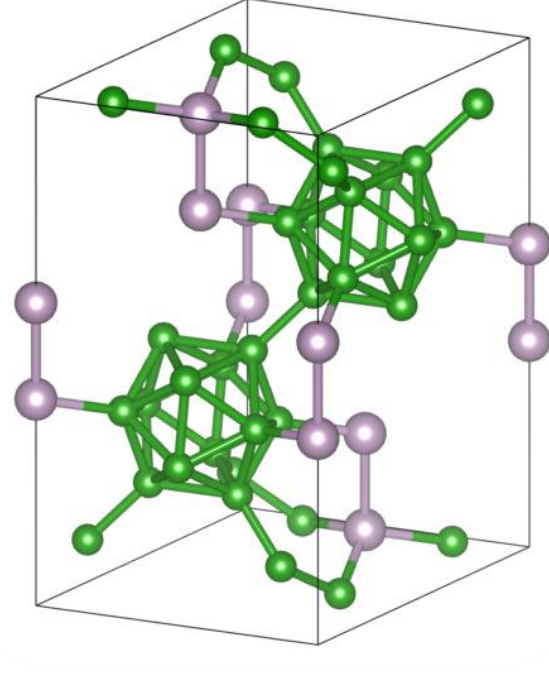
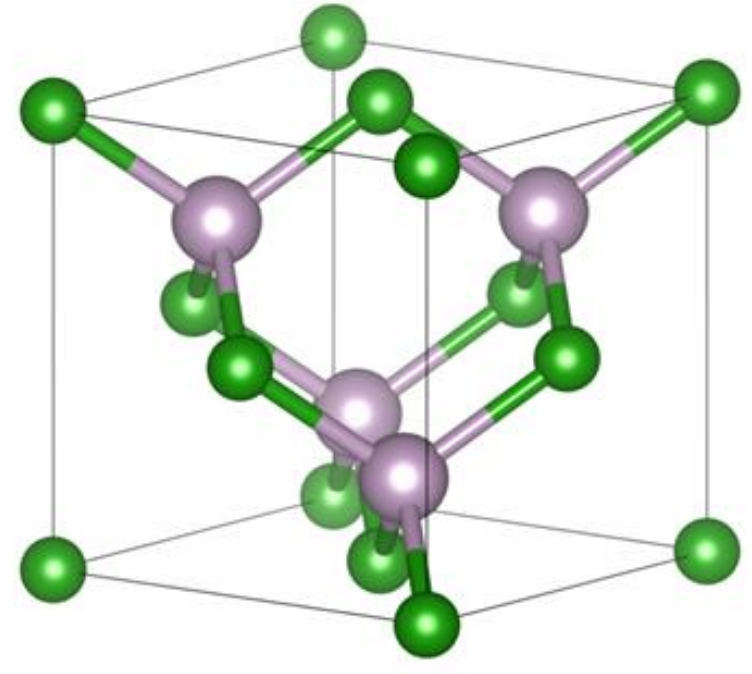
Système B-P peu connu dans la littérature. Deux phases identifiées et caractérisées : le phosphore de bore BP et le sous-phosphore de bore  $B_{12}P_2$ .  
Peu de travaux concernant le domaine de stabilité thermique de ces phases → Etude de stabilité en vue du frittage SPS de BP et  $B_{12}P_2$ .

### Système Bore - Phosphore

Deux phases **stables** identifiées et caractérisées avec des propriétés mécaniques prometteuses :

Phosphore de bore : BP

Sous-Phosphore de bore :  $B_{12}P_2$



Masse volumique faible

Grande dureté Vickers

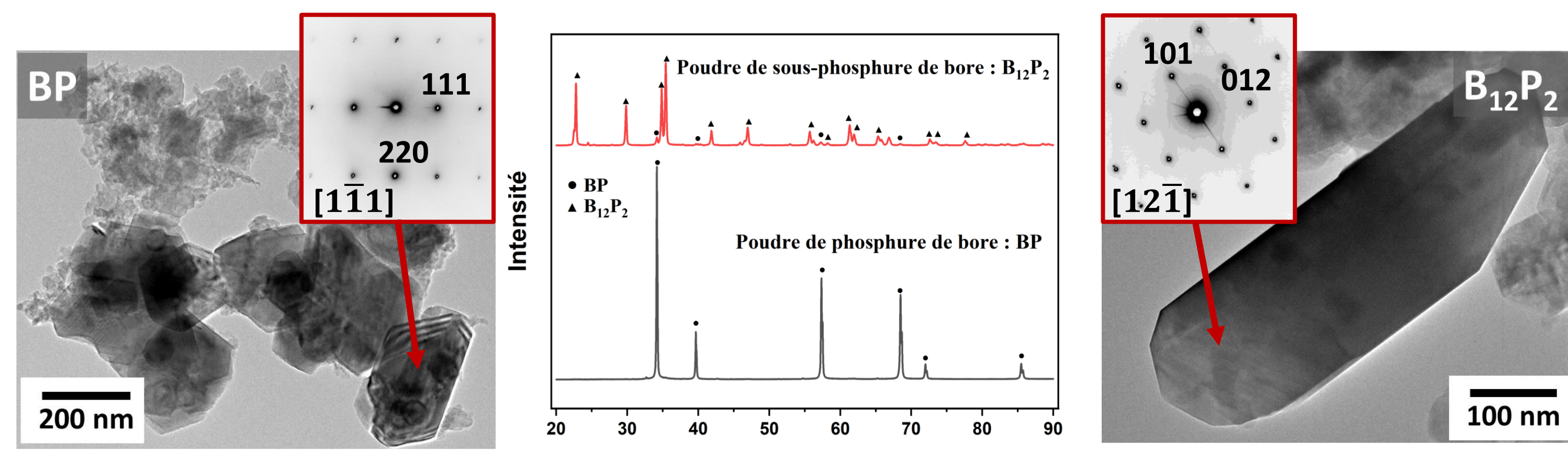
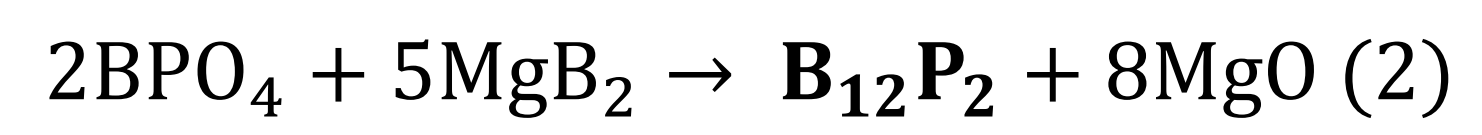
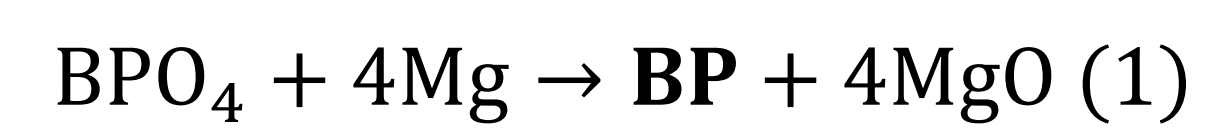
$B_{12}P_2$	2,5 g/cm <sup>3</sup> [1]
BP	2,9 g/cm <sup>3</sup> [2]

$B_{12}P_2$	35 GPa [3]
BP	34 GPa [3]

[1] U. Nwagwu, Thesis, Kansas State University, (2013)  
[2] Yang et T. L. Aselage, Powder Diffraction, 10, (1995), 263-265.  
[3] V. L. Solozhenko et V. A. Mukhanov, J. Superhard Mater., 37 (2015), 438-439.

### Méthode de synthèse

Réactions par **magnésiothermie** [4]



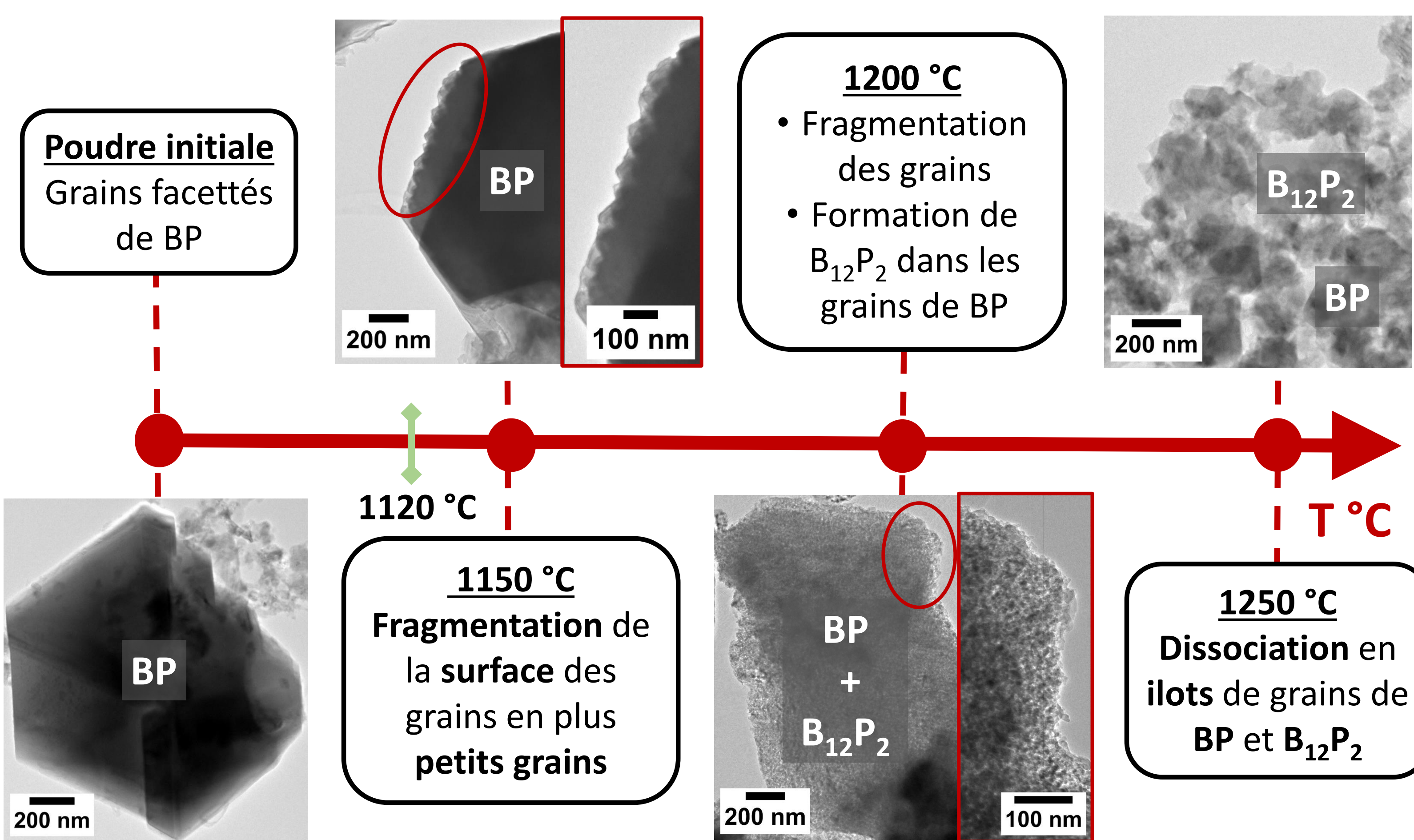
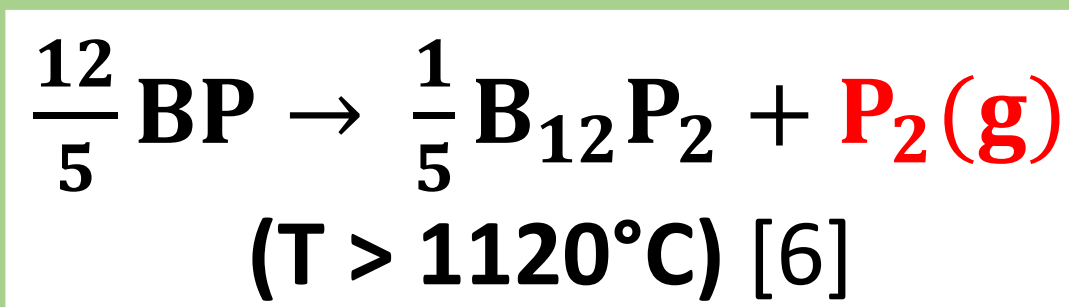
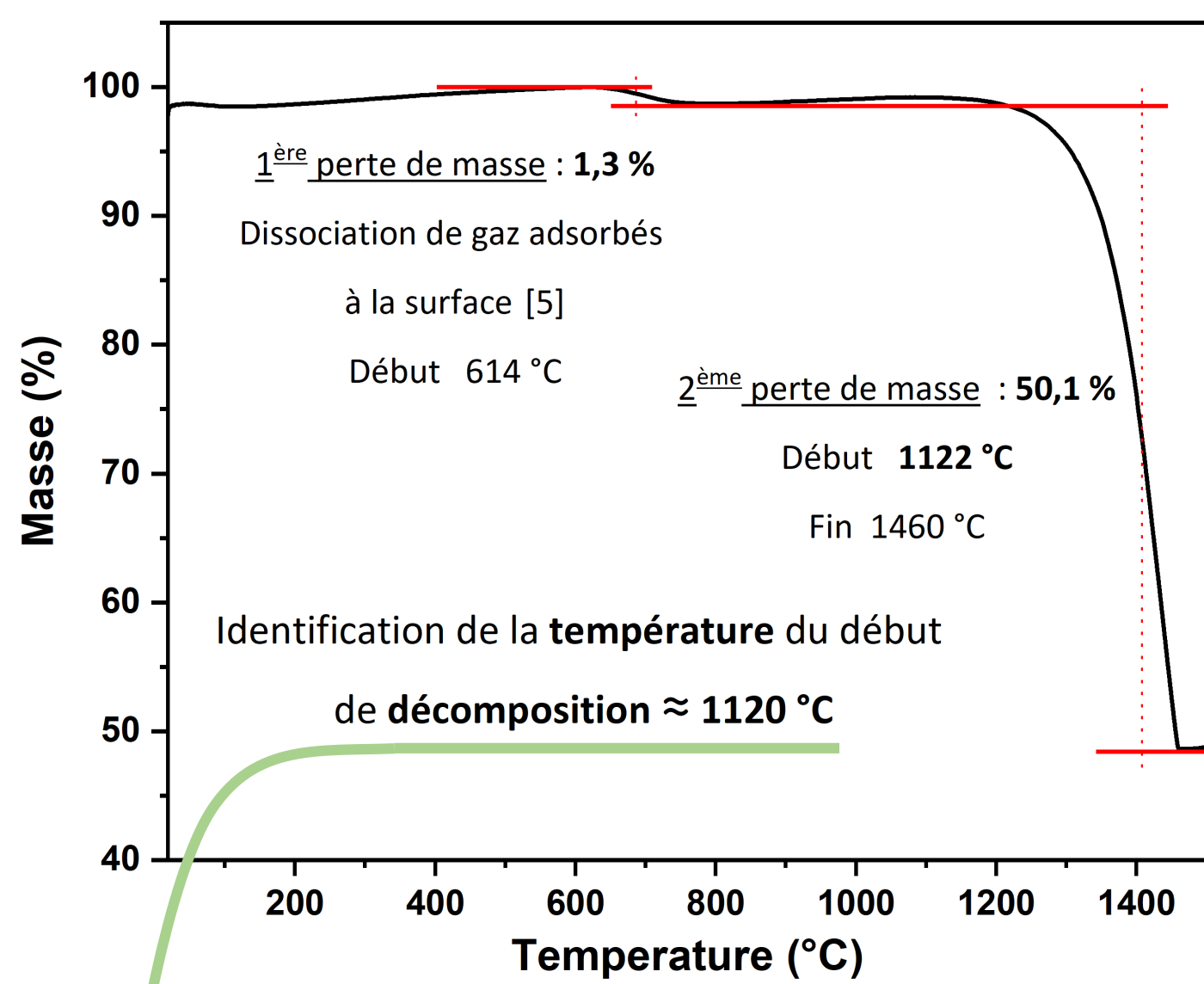
Images MET de grains de BP (à gauche) et de  $B_{12}P_2$  (à droite) avec la DRX des poudres associée (milieu)

[4] V. A. Mukhanov et al., J. Superhard Mater., 36, (2014), 18-22.

### Étude de la stabilité thermique de BP

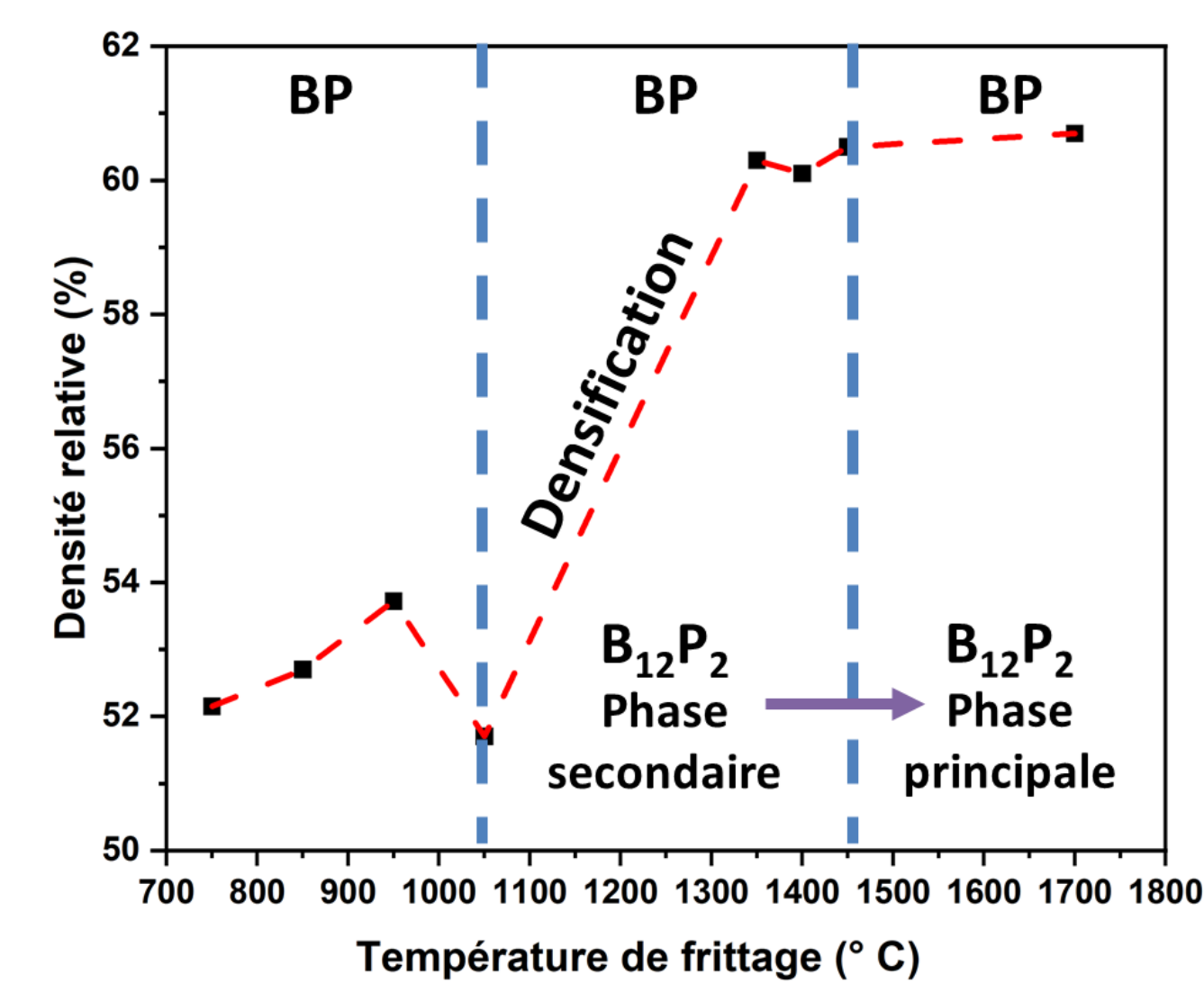
Quelle est le mécanisme de **décomposition** de BP en  $B_{12}P_2$  ?

Étude de la **stabilité thermique** de BP à partir d'une poudre issue de la **magnésiothermie (1)**



[5] R. Gui et al., Phys. Rev. B, 101, (2020)  
[6] A.S. Aikhanyan et al., Russ. J. Inorg. Chem, 49, (1975), 1846  
[7] M. Trujillo, stage de Master 2, (2016)

Frittage de **pastilles de BP** par SPS (ø 10 mm) [7]

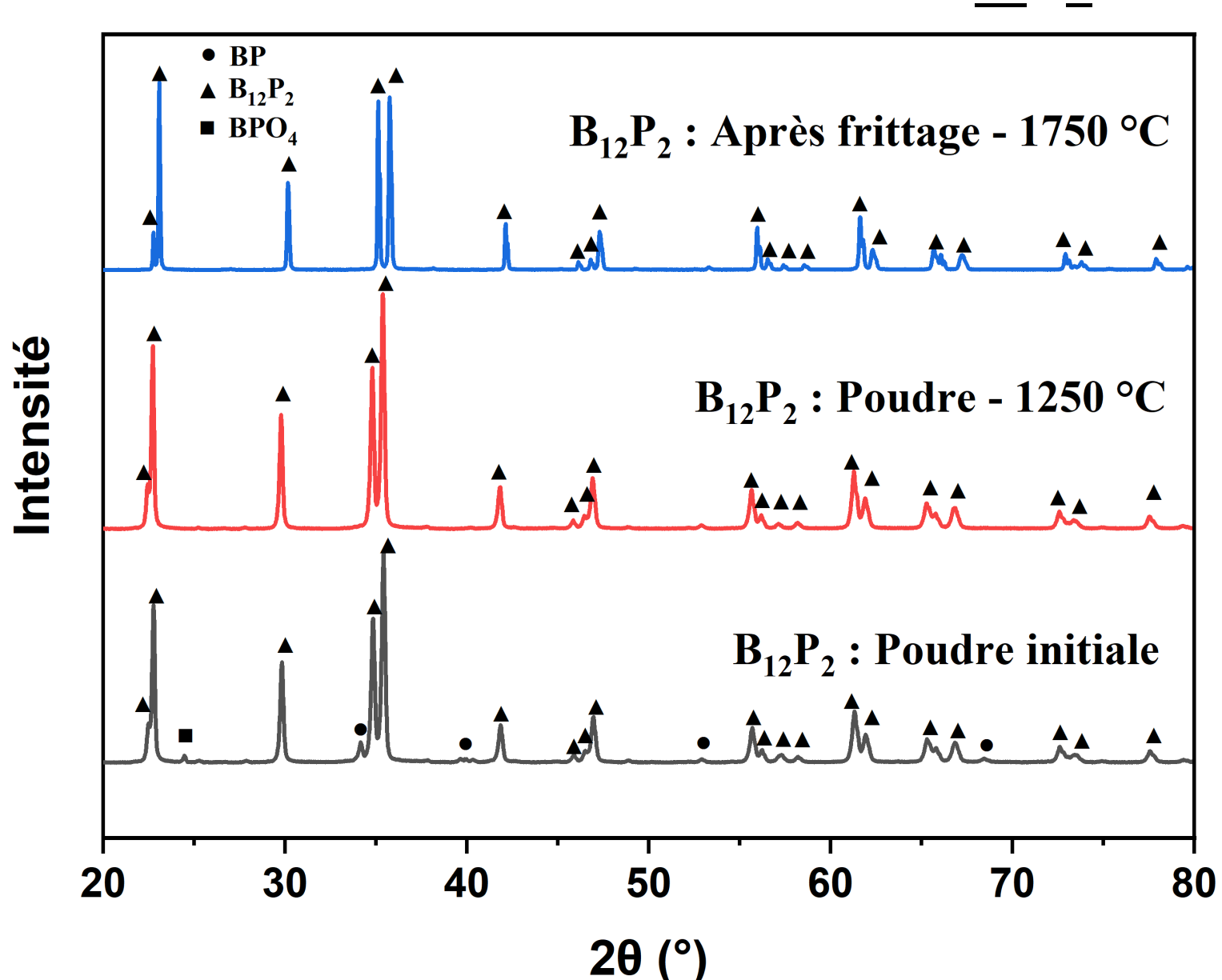


Décomposition partielle  $BP \rightarrow B_{12}P_2 \approx 1050^\circ C (T_{SPS})$

La **décomposition** de BP en  $B_{12}P_2$  est un grand **frein** au frittage de BP

### Stabilité thermique et frittage du $B_{12}P_2$ par SPS

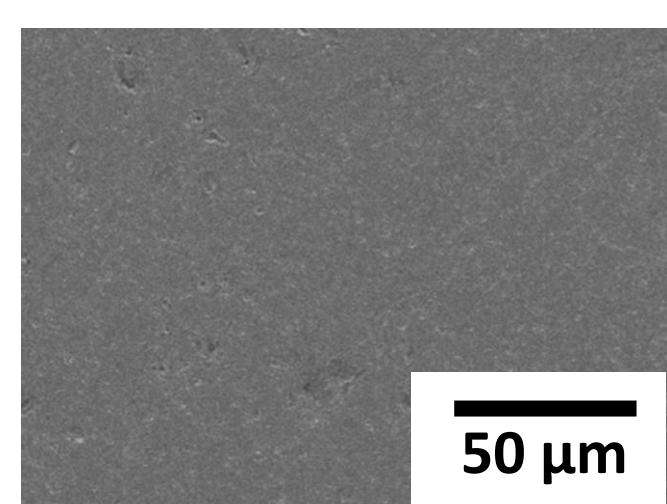
Stabilité thermique du  $B_{12}P_2$



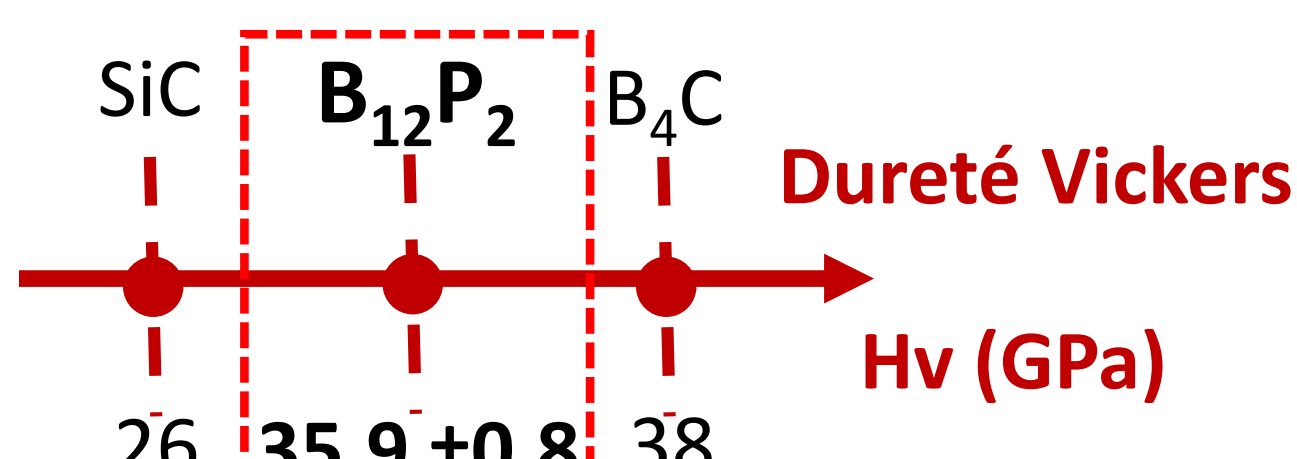
Frittage de pastilles de  $B_{12}P_2$  (ø 20 mm)

Cycle de frittage :

- Palier de 10 min à 1750 °C
- 100 MPa sous vide



$d_{relative} > 99\%$   
 $E = 436 \text{ GPa}$   
 $B = 190 \text{ GPa}$

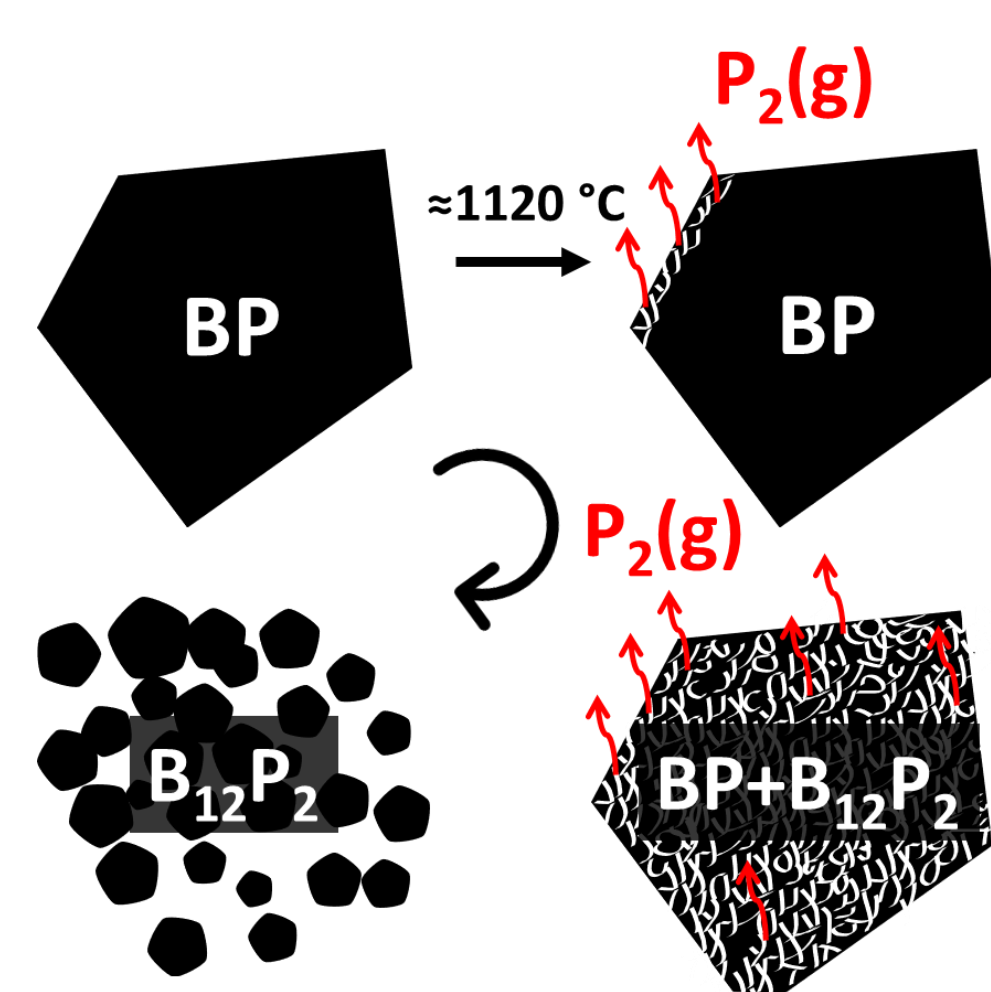


$B_{12}P_2$  stable à haute température  
Transition de phase du BP résiduel en  $B_{12}P_2$

### Conclusion

Mécanisme de décomposition de BP

- Vaporisation d'une partie du phosphore ( $\approx 1120^\circ C$ )
- Fragmentation des grains de BP sous l'effet des contraintes liée au départ de gaz :  $P_2(g)$
- Amplifiée par changement de système cristallin : BP cubique  $\rightarrow B_{12}P_2$  rhomboédrique



Stabilité thermique de  $B_{12}P_2$  : **résultats prometteurs** pour le frittage

Obtention d'une céramique polycristalline de  $B_{12}P_2$  de très grande dureté