



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-04299693v1>

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 B₁₂P₂ sur leur stabilité et leur aptitude au frittage SPS

Yves TAHAN¹, Olivier RAPAUD¹, Nicolas PRADEILLES¹, Alexandre MAITRE¹, Sarah DINE², Dominique VREL²
Hicham MOUTAABBID³, Yann LE GODEC³

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

Contexte

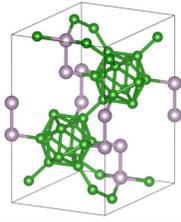
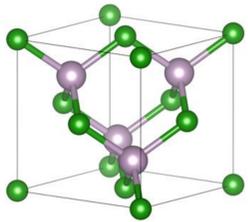
Système B-P peu connu dans la littérature. Deux phases identifiées et caractérisées : le phosphore de bore BP et le sous-phosphore de bore B₁₂P₂.
Peu de travaux concernant le domaine de stabilité thermique de ces phases → Etude de stabilité en vue du frittage SPS de BP et B₁₂P₂.

Système Bore - Phosphore

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

Phosphure de bore : BP

Sous-Phosphure de bore : B₁₂P₂



Masse volumique faible

Grande dureté Vickers

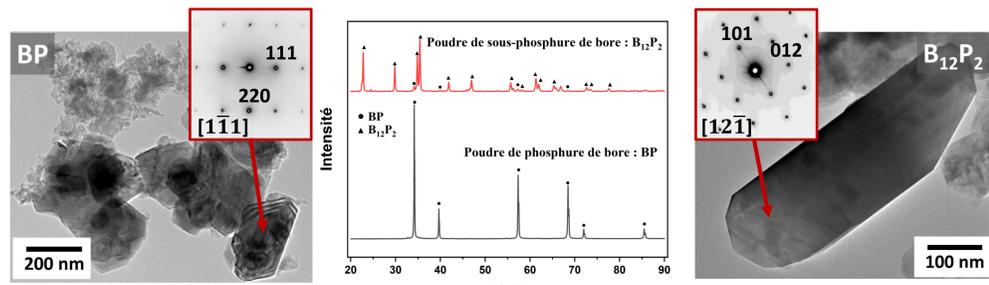
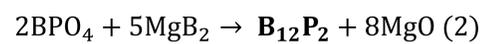
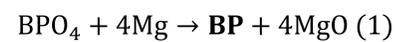
B ₁₂ P ₂	2,5 g/cm ³ [1]
BP	2,9 g/cm ³ [2]

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]



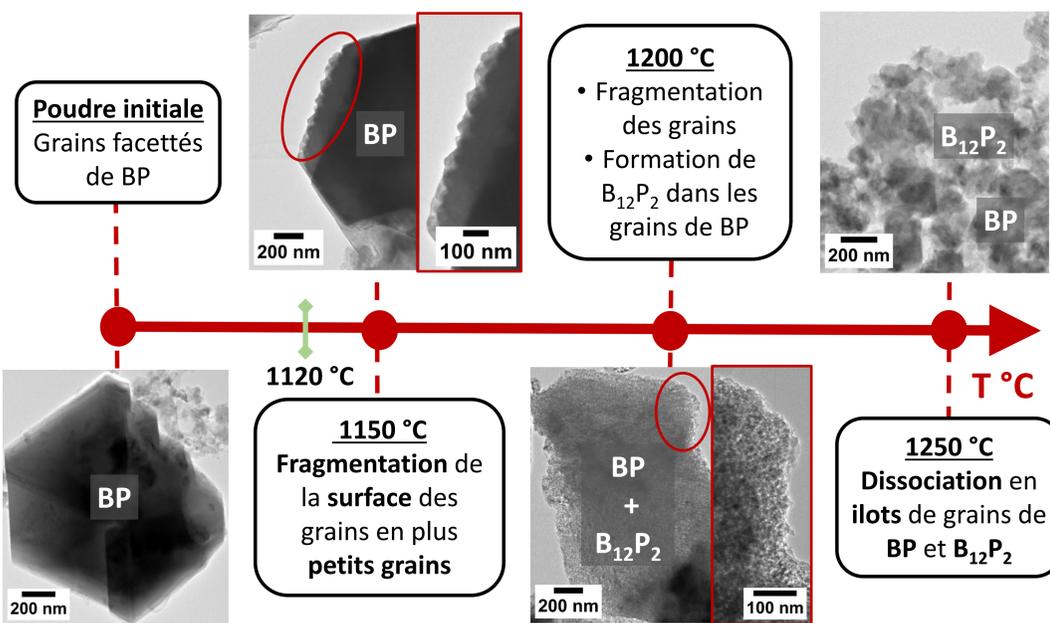
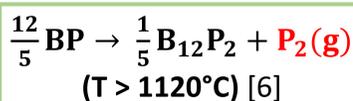
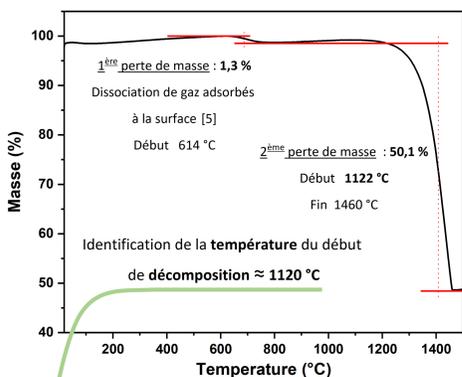
Images MET de grains de BP (à gauche) et de B₁₂P₂ (à droite) avec la DRX des poudres associée (milieu)

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

Étude de la stabilité thermique de BP

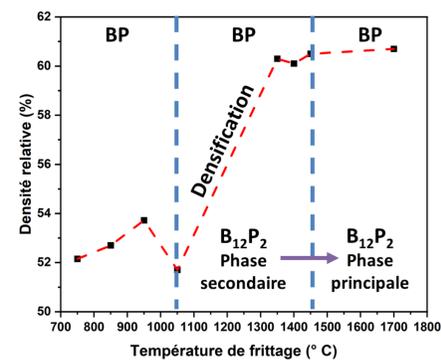
Quelle est le mécanisme de **décomposition** de BP en B₁₂P₂ ?

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. Alikhanyan 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]

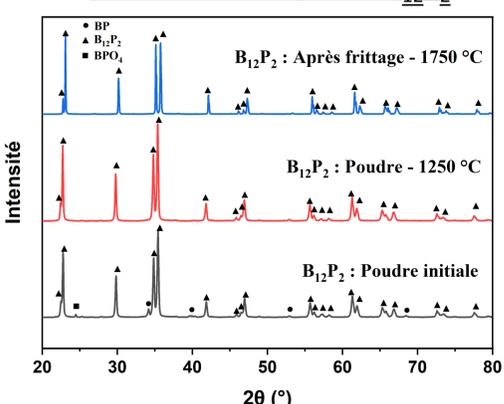


Décomposition partielle BP → B₁₂P₂ ≈ 1050 °C (T_{SPS})

La **décomposition** de BP en B₁₂P₂ est un grand **frein** au frittage de BP

Stabilité thermique et frittage du B₁₂P₂ par SPS

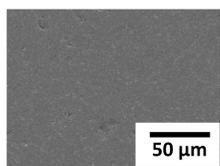
Stabilité thermique du B₁₂P₂



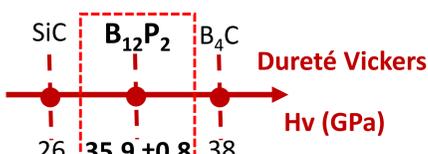
Frittage de pastilles de B₁₂P₂ (ø 20 mm)

Cycle de frittage :

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



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

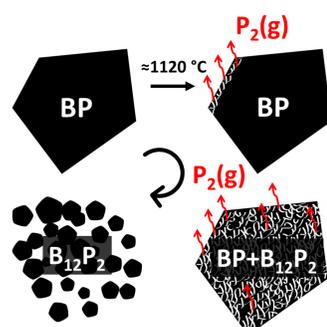


B₁₂P₂ stable à haute température
Transition de phase du BP résiduel en B₁₂P₂

Conclusion

Mécanisme de décomposition de BP

- Vaporisation d'une partie du phosphore (≈ 1120°C)
- Fragmentation des grains de BP sous l'effet des contraintes liées au départ de gaz : P₂ (g)
- Amplifiée par changement de système cristallin : BP cubique → B₁₂P₂ rhomboédrique



Stabilité thermique de B₁₂P₂ : **résultats prometteurs** pour le frittage

Obtention d'une céramique polycristalline de B₁₂P₂ de très grande dureté