



**HAL**  
open science

## Observation in-situ du frittage SPS de nanodiamants sous hautes pressions, hautes températures

Thomas Gaudisson, Yann Le Godec, V. Pishedda, Marc Dubois, Nicolas  
Guignot, Laura Henry, Sylvie Le Floch

### ► To cite this version:

Thomas Gaudisson, Yann Le Godec, V. Pishedda, Marc Dubois, Nicolas Guignot, et al.. Observation in-situ du frittage SPS de nanodiamants sous hautes pressions, hautes températures. 13e Forum de technologie des hautes pressions: Nouveaux outils, nouvelles méthodes et nouvelles applications en haute pression, Réseau technologique des hautes pressions sous la tutelle de la Mission pour les Initiatives Transverses et Interdisciplinaires (MITI) du CNRS, Jun 2022, Blériot-Plage, France. hal-04652587

**HAL Id: hal-04652587**

**<https://hal.science/hal-04652587v1>**

Submitted on 18 Jul 2024

**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.

Public Domain

# Observation *in-situ* du frittage SPS de nanodiamants sous hautes pressions, hautes températures

T. Gaudisson<sup>a</sup>, Y. Le Godec<sup>b</sup>, V. Pischedda<sup>a</sup>, M. Dubois<sup>c</sup>, N. Guignot<sup>d</sup>,  
L. Henry<sup>d</sup>, S. Le Floch<sup>a</sup>

<sup>a</sup> ILM, Univ. Claude Bernard Lyon 1, UMR CNRS 5306, 10 rue Ada Byron, 69622, Villeurbanne

<sup>b</sup> IMPMC, Sorbonne Université, UPMC, UMR CNRS 75090, 4, Place Jussieu, 75005 Paris

<sup>c</sup> Université Clermont Auvergne, CNRS, SIGMA Clermont, Institut de Chimie de Clermont-Ferrand, 63000, Clermont-Ferrand

<sup>d</sup> Synchrotron Soleil, BP 48, 91192 Gif-sur-Yvette Cedex, France

Le frittage flash, *Spark Plasma Sintering* (SPS), est un procédé de densification des matériaux qui se différencie des méthodes conventionnelles de part le mode de chauffage. Classiquement, l'énergie thermique est apportée par rayonnement et convection, alors que pour le frittage SPS, un courant pulsé traverse les pistons et le creuset contenant la poudre. L'utilisation d'un tel courant, avec des valeurs pouvant atteindre plusieurs milliers d'ampères, permet d'augmenter la cinétique de montée en température jusqu'à 1 000 °C/min. Il est alors possible d'obtenir une densification des matériaux plus rapide et efficace en début de frittage. Les temps nécessaires sont alors plus courts et les températures plus basses pour obtenir une céramique dense.

Une force uniaxiale communément de l'ordre de 50 à 250 kN est appliquée pendant le frittage. Les moules conducteurs en graphite utilisés ne pouvant supporter que 150 MPa sans se briser, il est possible d'augmenter cette limite en utilisant des moules en carbure de tungstène et ainsi atteindre 400 MPa. Dans la littérature, il a été montré qu'une augmentation de la pression lors du processus de chauffage diminuait la température de frittage [1]

L'utilisation de la forte cinétique de chauffage, apportée par le frittage SPS, combinée à de fortes pressions permet une limitation de la croissance de grain lors du frittage et d'obtenir des céramiques denses, nanostructurées, améliorant les propriétés physiques du matériaux (optiques, magnétiques, mécaniques, etc.)

Afin d'atteindre les très hautes pressions, nous nous sommes basés sur une architecture de presse Paris-Edimbourg, permettant d'atteindre 10 GPa [2]. Cette presse a été couplée à un générateur de courant pulsé (pouvant générer jusqu'à 1 000 A), développé au laboratoire, piloté par une interface LabVIEW. Ce dispositif unique SPS-HP est capable de réguler une augmentation de température jusqu'à 1 000 °C/min et atteindre 1 800 °C. La dilatométrie au court du frittage est enregistrée grâce à des capteurs de déplacement solidaires des enclumes.

Les appareils de frittage SPS industriels actuels sont massifs et l'enceinte de frittage est un système fermé, sous vide, ce qui ne permet pas le suivi facile du processus de frittage, hors observation de la dilatométrie. De plus, peu de liberté est laissée à l'utilisateur sur les réglages des paramètres de chauffage par courant pulsé. Les conditions de frittages optimales (pression, température, vitesse de chauffe, temps de palier) sont obtenues par la méthode d'essai-erreur.

Notre dispositif SPS-HP présente l'avantage d'un faible encombrement, permettant l'itinérance du système et l'installation sur des lignes synchrotrons pour des caractérisations *in situ* (Diffraction des rayons X, neutron, tomographie X) afin d'observer les transformations du matériau pendant le processus de frittage.

Le montage consiste à disposer le matériau à étudier, sous forme de poudre, dans un four en graphite, lui-même inséré dans un joint transmetteur de pression en bore-époxy, transparent aux rayons X.

Du temps de faisceau sur la ligne PSICHE du synchrotron SOLEIL, a été consacré au frittage de matériaux non stables à haute température et pression modérée, qui ne peuvent donc pas être frittés dans des conditions classiques SPS. C'est le cas des matériaux ultra durs, comme le diamant qui nécessite une pression supérieure à 5 GPa pour éviter la graphitisation du matériau.

L'échantillon diamant, sans liant, a été chauffé à bas voltage et haute intensité de courant. Avec un contrôle et une optimisation des trains de pulses de courant, il a été possible de chauffer très rapidement (500 °C/min). Le chauffage étant régulé en puissance, nos calibrations température vs puissance ont été vérifiées par l'insertion d'un thermocouple au cœur d'un échantillon pendant les mesures *in situ*. L'utilisation d'un faisceau de lumière blanche à fort flux concentré (20  $\mu\text{m}$  \* 100  $\mu\text{m}$ ) couplé avec le nouveau générateur Ge à 7 éléments de la ligne PSICHE a permis de suivre la croissance de la taille des grains de nanodiamants à grande cadence d'enregistrement (10 diffractogrammes par seconde) et de détecter une éventuelle graphitisation du matériau.

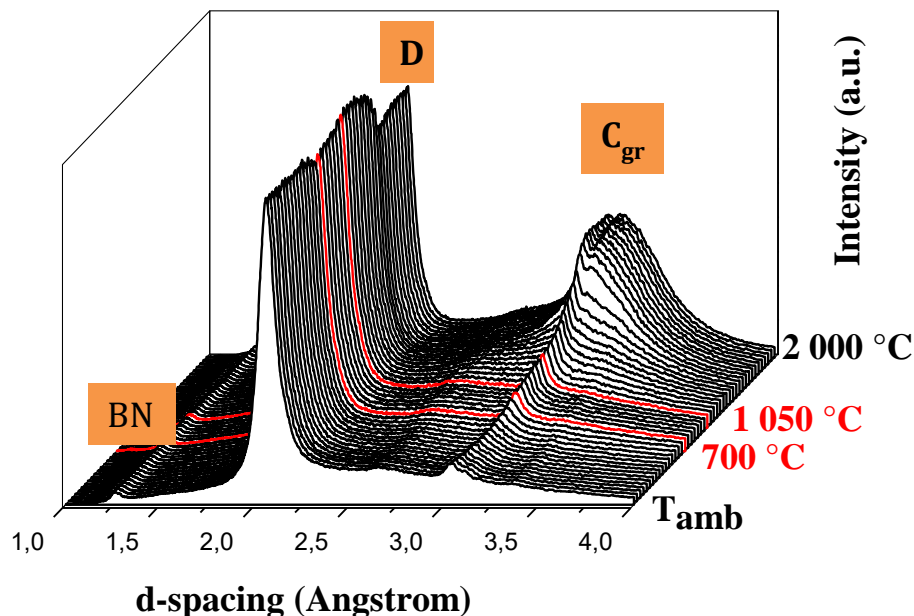


Figure 1. Suivi *in situ* de la diffraction des rayons X pendant le chauffage d'une nanopoudre de diamant sous 5 GPa (D, diamant ; C<sub>gr</sub> graphite ; BN, nitrure de bore).

- [1] A. Verchère, et al., "Effect of High Pressure Spark Plasma Sintering on the Densification of a Nb-Doped TiO<sub>2</sub> Nanopowder," *Ceramics*, **3**, 507–520 (2020).
- [2] Y. Le Godec, et al., Device for sintering by pulsating current and associated method, **WO 2018/083325 A1**, (2018).