

DEMANDE D'AUTORISATION N° 35
EN VUE D'UNE PUBLICATION OU D'UNE COMMUNICATION

Direction : D.T.A.
 Centre : SACLAY
 Réf émetteur : 34/059

341002484

NIG n° 316

Titre original du document : FRITTAGE PAR COMPRESSION ISOSTATIQUE A CHAUD (HIP) D'UN MELANGE DE POUDRES DE TANTALE Ta ET DE CARBURE TaC : RELATIONS MICROSTRUCTURE-PROPRIETES.

Titre traduit en anglais :

Titre traduit en français :

AB 1731N. FR 910 2072

AUTEURS	AFFILIATION ¹	DEPT/SERV/SECT	VISA (d'un des auteurs)	DATE
N. ALEXANDRE	LMCTS - Limoges		<i>[Signature]</i>	
M. DESMAISON-BRUT	LMCTS - Limoges			
F. VALIN	C.E.A	CE2M/LECMA		8/8/94
G. SCHNEDECKER	C.E.A	CE2M/LECMA		8/8/94

Nature du document² :

CEA-CONF-- 12047

PERIODIQUE
 CONF/CONGRÈS
 POSTER
 RAPPORT
 THESE
 COURS
 MÉMOIRE DE STAGE
 Chapitre d'OUVRAGE

Pièces jointes :
 RÉSUMÉ
 TEXTE

CONGRES CONFERENCE

Nom : Journées d'automne "SF2M"
 Ville : PARIS Pays : F Date du : 18 / 10 / 94 au 20 / 10 / 94
 Organisateur : S.F.2.M

PERIODIQUE

Titre :
 Comité de lecture : oui non

DOMAINES : | 0 | 3 | 1 | 0 |
 | | | | |
 | | | | |

OUVRAGE

Titre :
 Éditeur :

LANGUE : Français

THESE MEMOIRE DE STAGE COURS

Université / Établissement d'enseignement :

N° EPAC : | 17 | 6 | 1 | 1 |

SUPPORT : Disquette Papier

ARRIVEE LE
 14 MAR 1995
 SBDS / SPR

MOTS-CLES : HIP - Tantale - Carbure de tantale - caractérisations

Les visas portés ci-dessous attestent que la qualité scientifique et technique de la publication proposée a été vérifiée et que la présente publication ne divulgue pas d'information brevetable, commercialement utilisable ou classée.

SIGLE	NOM	DATE	VISA	OBSERVATIONS	REF
-------	-----	------	------	--------------	-----

CHEF DE SERVICE	CE2M/LECMA	SCHNEDECKER	9/8/94	<i>[Signature]</i>	
CHEF DE DEPARTEMENT	CE2M/DIR	M. CALVET	27/9/94	<i>[Signature]</i>	

ARRIVEE - CIRIST
 Date limite d'envoi du résumé : .../.../... Date limite d'envoi du texte : .../.../...
 Date limite d'envoi du poster : 005770
 Les correspondants publication des départements se chargent de transmettre à l'INSTN/MIST/CIRST (Saclay) copie des demandes autorisation de publication, du résumé et du texte définitif.
[Signature]

Frittage par compression isostatique à chaud (HIP) d'un mélange de poudres de tantale Ta et de carbure TaC : relations microstructure-propriétés.

N. Alexandre*, M. Desmaison-Brut*, F. Valin**, M. Schnedecker**

* Laboratoire de Matériaux Céramiques et Traitements de Surface, Equipe Céramiques Nouvelles - 123, Avenue A. Thomas - 87060 LIMOGES Cedex, France

** CEA/CEREM/CE2M CE-Saclay - 91191 GIF SUR YVETTE Cedex, France

1. Introduction

L'optimisation des caractéristiques de matériaux denses polycristallins à usages thermomécaniques passent par la maîtrise de leur élaboration et une meilleure compréhension de leur microstructure.

Le carbure de tantale TaC possède un haut point de fusion ($T_f \approx 3985^\circ\text{C}$), une grande dureté et une bonne résistance à la corrosion, toutes ces qualités lui valent d'être utilisé dans des domaines aussi divers que l'usinage, le nucléaire ou l'industrie chimique.

Afin d'améliorer les propriétés de ce carbure, nous avons envisagé de modifier sa composition et sa microstructure par un ajout métallique de tantale.

2. Elaboration

Des mélanges de poudres commerciales de carbure de tantale et de tantale (Ta : 2,5 à 60 % en mole) (diamètre moyen respectif des grains ~ 2 et $4 \mu\text{m}$), ont été homogénéisés au turbulatur pendant 72 heures.

Une compaction isostatique à froid sous une pression de 250 MPa permet d'obtenir des précompacts denses à 65%, qui, protégés par un film de graphite, sont introduits dans une gaine de titane. Le container, scellé sous vide après un dégazage de 12 heures à 600°C , est alors soumis à un cycle de compression isostatique à chaud dont le palier est de deux heures à 1630°C , sous une pression de 195 MPa.

La microdureté Vickers est mesurée en utilisant une charge de 5 N pendant 10 secondes. La résistance à la rupture en flexion trois points est déterminée à l'aide d'une machine de traction-compression (vitesse d'application de charge de $0,2 \text{ mm/min.}$, distance entre appuis de 19 mm). La ténacité est déterminée selon la méthode de la poutre entaillée (S.E.N.B.) en réalisant, préalablement à l'essai de flexion, une entaille de 1 mm sur une face de l'éprouvette.

3. Résultats et discussion

La densité finale des échantillons traités par compression isostatique à chaud est supérieure à 98%.

Les poudres commerciales de carbure TaC et de tantale présentent un taux important d'oxygène, respectivement 0,26 et 0,35% en masse. Après frittage cet oxygène se retrouve sous la forme d'inclusions.

Selon la composition initiale du mélange, le frittage conduit à la formation de matériaux polycristallins, de microstructure et de propriétés mécaniques différentes.

Le carbure de tantale cristallise selon la structure cubique à faces centrées de type NaCl, et admet un large domaine d'homogénéité qui s'étend de la composition TaC_{0,74} à TaC_{0,99}.

* Pour de faibles taux de tantale introduits initialement dans la poudre de carbure TaC ($\leq 20\%$), les matériaux obtenus après frittage sont monophasés et présentent la structure du monocarbure. La microdureté évolue fortement avec la composition. Une valeur maximum de $23,5 \pm 2$ GPa, est obtenue pour la composition TaC_{0,80}. La structure du carbure TaC se décrit comme un empilement compact de plans métalliques denses, les atomes de carbone occupant les sites interstitiels octaédriques. L'augmentation de la concentration en lacunes dans le sous-réseau carboné se traduit par l'apparition d'un ordre conduisant à la formation d'une surstructure de composition M₆C₅ (rapport carbone/métal = 0,83) [1].

La valeur du module de rupture, en flexion trois points, évolue selon la composition de 250 ± 50 à 345 ± 60 MPa (figure 1). La résistance à la rupture, pour une contrainte donnée, est contrôlée par la taille des défauts présents (pores, microfissures, ségrégations d'oxydes). Dans cet intervalle de composition, la microstructure est homogène à l'exception de quelques nodules à base d'oxydes et la taille moyenne des grains est de 2 μm .

En ce qui concerne la ténacité de ces matériaux, une même loi d'évolution est observée. La ténacité de 3,2 MPa $\sqrt{\text{m}}$ pour la nuance TaC_{0,99} atteint 4,7 MPa $\sqrt{\text{m}}$ pour un rapport carbone/métal de 0,85 (figure 2).

De façon générale, les déviations à la stoechiométrie et la génération de défauts ponctuels tendent à augmenter la résistance à la rupture car les défauts ponctuels contrôlent la mobilité des dislocations. L'apparition d'un ordre lacunaire pour une composition C/M = 0,83 freine le glissement des dislocations.

* Lorsque la quantité initiale de tantale introduite dans TaC augmente ($\geq 25\%$), les matériaux denses sont biphasés. L'hémi-carbure de tantale Ta₂C qui apparaît se présente sous la forme d'agglomérats de gros grains d'environ 5 μm , répartis dans la matrice de monocarbure dont la taille des grains est de 2 μm environ. Les propriétés de ces matériaux biphasés sont fonction de la quantité de Ta₂C formé. Plus le matériau est pauvre en carbone, plus la phase Ta₂C est importante. Augmenter le taux initial de tantale se traduit par une diminution de la microdureté du matériau fritté, mais une forte amélioration

de sa ténacité. Lors de la rupture, il y a décohé- sion des agglomérats de Ta₂C de la matrice en carbure TaC. La dissipation d'énergie qui en résulte, induit un ralentissement de la propagation de la fissure.

* Pour des taux initiaux en tantale compris entre 50 et 60%, seul l'hémicarbure est présent. Le "frittage-réaction" a provoqué un grossissement des grains (diamètre moyen observé ~ 5-10 µm). Dans ce domaine de composition, des hétérogénéités de microstructure sont observées. Elles se présentent dans la matrice à grains fins, sous forme d'amas de gros grains dont la proportion varie en fonction du taux de tantale présent.

Aucune loi d'évolution simple des caractéristiques mécaniques ne semble exister mais une composition présente des propriétés intéressantes. En effet, pour un taux initial de tantale de 55% en mole (TaC_{0,45}), la microstructure est totalement homogène, composée de grains de 6 à 8 µm. La microdureté maximale est plus faible (5 GPa) car l'indentation crée une zone d'endommagement importante. La résistance à la rupture en flexion atteint 550 MPa et la ténacité est excellente pour une céramique ($9,7 \pm 0,8 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$). L'hémicarbure de tantale présente une structure cristalline hexagonale compacte analogue à W₂C, mais il admet, en plus, un ordre d'occupation d'un plan sur deux des sites octaédriques [2]. Selon l'axe z, chaque plan d'atomes de tantale est entouré par un plan d'atomes de carbone en sites octaédriques, et par un plan d'atomes de tantale. Les liaisons Ta-C à caractère covalent sont fortes, mais les liaisons entre les plans métalliques consécutifs sont beaucoup plus faibles. Il apparaît donc une direction privilégiée de glissement de plans selon le plan de basc de la maille cristalline, correspondant au plan le plus dense. La déformation qui en résulte peut expliquer les fortes valeurs de la ténacité.

Conclusion

Le frittage par compression isostatique à chaud, à 1630°C, 195 MPa, pendant 2 heures, permet de densifier totalement des mélanges de poudres commerciales de carbure de tantale et de tantale. Les propriétés des matériaux hipés obtenus sont fonction des compositions initiales. Pour des rapports C/Ta ≤ 80%, la structure du monocarbure est conservée. Une mise en ordre partielle des lacunes de carbone se traduit pour la composition TaC_{0,80}, par un maximum au niveau de la microdureté. Par ailleurs, la nuance de composition TaC_{0,45} de microstructure homogène, présente une excellente ténacité.

Références

- [1] J.D. VENABLES, M.H. MEYERHOFF, Ordering effects in NbC and TaC, Solid State Chemistry, Proc. of 5th Mat. Res. Symp., Ed. R.S. Roth and S.J. Schneider, 364, 1972, 583-90.
- [2] A.L. BOWMAN, T.C. WALLACE, J.L. YARNELL, R.G. WENZEL, E.K. STORMS, The crystal structures of V₂C and Ta₂C, Acta. Cryst., 1965, 19, 6-9.

Figure 1 : Variation de la contrainte à la rupture en flexion en fonction du rapport C/Ta.

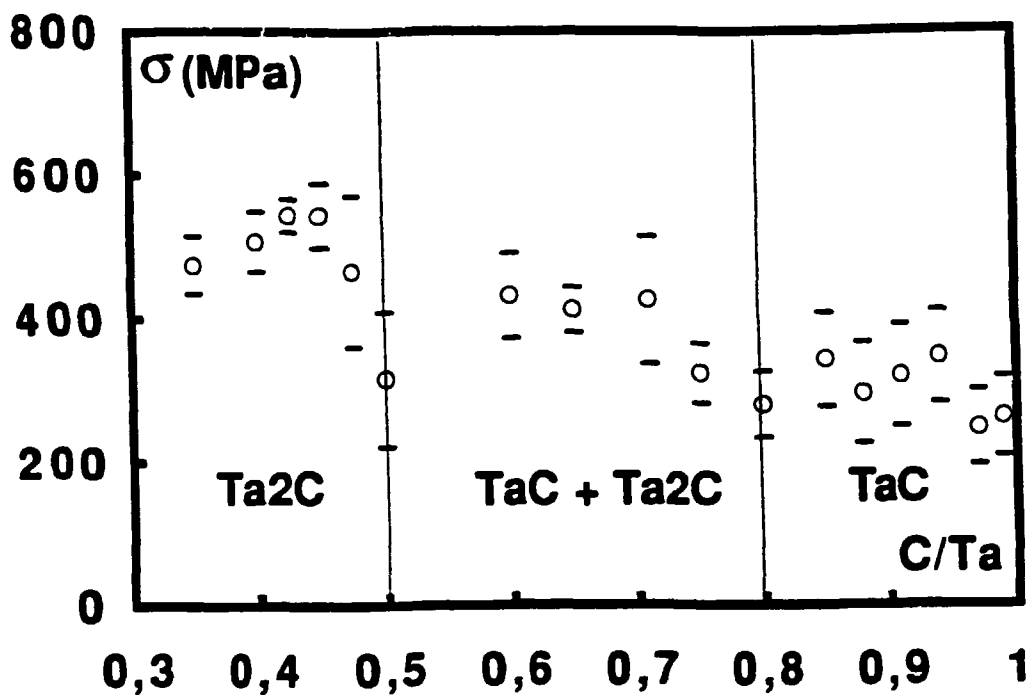


Figure 2 : Evolution de la ténacité en fonction du rapport C/Ta.

