

# Analyse du frittage de poudres céramiques par nano-tomographie aux rayons X in-situ

**Aatreya Manjulagiri VENKATESH**

Sous la direction de Didier Bouvard, Pierre Lhuissier et Julie Villanova

**Vendredi 7 juillet 2023 – 13h30**

Amphithéâtre Besson (Phelma Campus)

## **Jury :**

- Elisabeth DJURADO, PROFESSEUR DES UNIVERSITES Grenoble INP	Examineur
-Sabine ROLLAND DU ROSCOAT, PROFESSEUR DES UNIVERSITES UGA	Examineur
-Fumihiko WAKAI, PROFESSEUR EMERITE Tokyo Institute of Technology	Examineur
-François VALDIVIESO, PROFESSEUR DES UNIVERSITES Mines de Saint-Etienne	Rapporteur
-Dominique BERNARD, DIRECTEUR DE RECHERCHE EMERITE CNRS	Rapporteur

**Résumé :** Les nouvelles performances d'ultra-haute résolution de la ligne de nano-tomographie X du synchrotron européen - ESRF permettent désormais d'étudier les poudres céramiques à l'échelle de longueur des particules individuelles. Ces caractéristiques ont été mises à profit pour étudier et améliorer la compréhension du frittage dans deux systèmes de poudres céramiques. Des images 3D avec une taille de voxel de 25 nm ont été obtenues à différents moments des cycles thermiques pour chaque système.

Les premiers matériaux examinés étaient deux poudres d'alumine de taille micronique. La résolution atteinte a permis de visualiser les particules et les pores avec suffisamment de détails pour des analyses quantitatives ultérieures. Des analyses post-mortem ont d'abord été effectuées sur ces poudres frittées à 1500°C pendant différents temps. La technique de nano-holotomographie à contraste de phase employée à la ligne de l'ESRF nous a permis d'inclure de grands volumes d'intérêt et d'examiner les différentes étapes du frittage.

En outre, pour suivre l'évolution du frittage en temps réel, des expériences de nanotomographie ont été tentées in situ, directement à l'intérieur de la du synchrotron 'hutch'. Un four compact à haute température a été conçu et fabriqué à cet effet, ce qui nous a permis d'obtenir pour la première fois des images de l'évolution du frittage à l'échelle nanométrique. Les données résultant de l'analyse quantitative des images ont été utilisées pour explorer les phénomènes de densification et de croissance des grains tout au long du cycle de frittage. Plusieurs phénomènes contribuant au comportement collectif des particules ont été observés avec précision à l'échelle locale. Ces analyses ont concerné la taille et de la forme des grains, la taille des pores, le nombre de coordination des particules, la taille des cols interparticulaires et, tout particulièrement, la courbure des pores permettant de suivre les étapes du frittage.

Les données expérimentales ont également été confrontées à une simulation par éléments discrets afin de comparer et de valider les principaux paramètres de frittage.

Le deuxième matériau étudié était une poudre d'oxyde de zinc submicronique mélangée à 20 % d'inclusions d'alumine de plus grande taille. Dans ce cas de frittage contraint, les images 3D ont permis de suivre l'évolution des défauts induits par les agrégats d'oxyde de zinc et par les inclusions d'alumine tout au long du frittage.