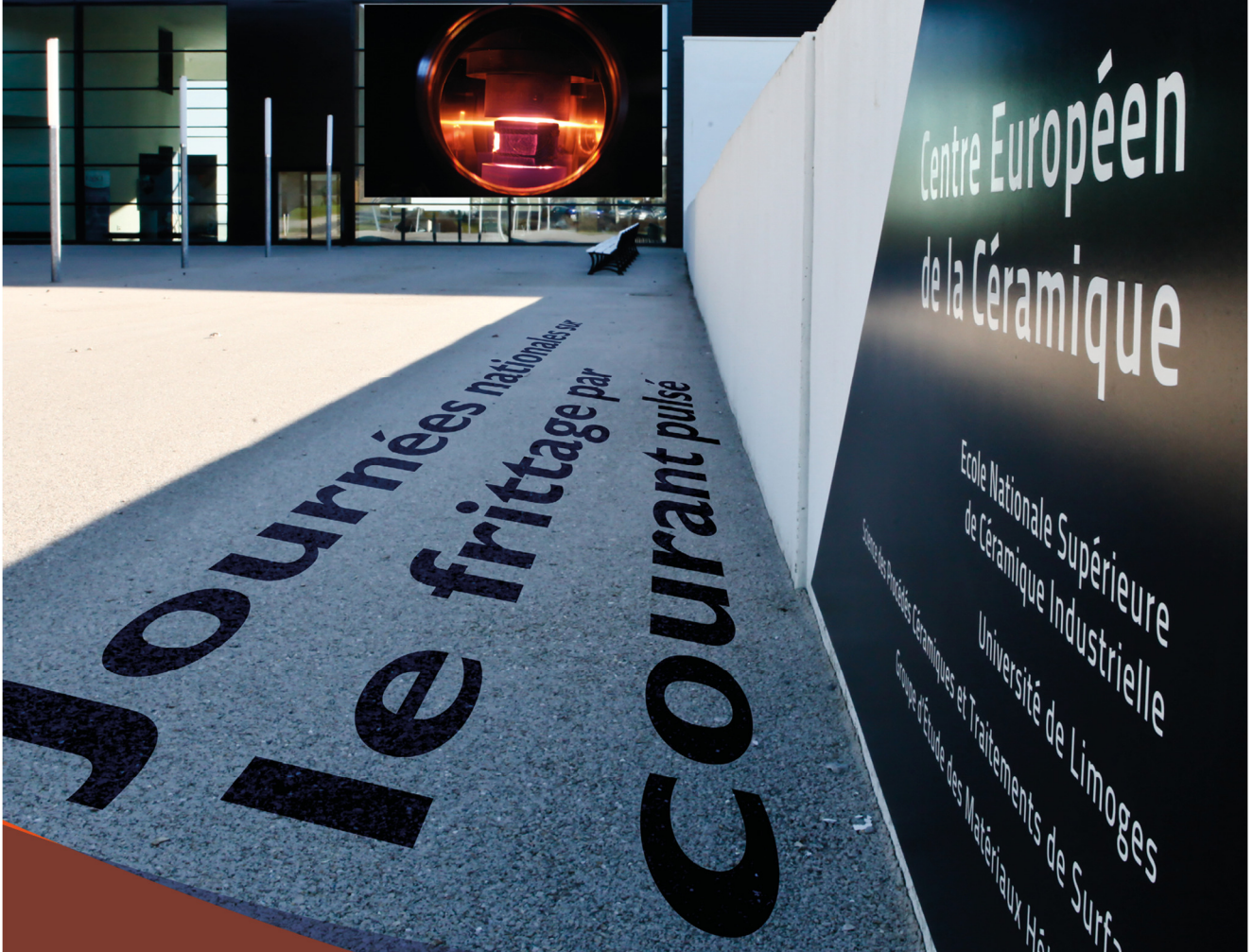




# PROGRAMME

17 - 18 octobre 2019



Limoges





# Introduction

---

Après le succès des journées SPS 2017 à Villeteuse, le laboratoire IRCER organise les Journées Nationales sur le Frittage par Courant Pulsé.

Ces journées se déroulent au Centre Européen de la Céramique où auront lieu l'accueil, les conférences, les buffets et les sessions poster.

## Objectifs scientifiques

- Rassembler la communauté française travaillant sur la thématique du frittage SPS.
- Faciliter les discussions entre les membres de cette communauté.
- Faire le point sur les différents sujets de recherche menés autour de cette thématique selon 2 axes de travail :
  - Avancées des connaissances sur la technique en elle-même (modélisation, compréhension des mécanismes),
  - Approches plus orientées sur les matériaux et les propriétés (relation paramètres de frittage, microstructure et propriétés).
- Première assemblée générale de l'association GDM-FACE (Groupement Francophone de densification de matériaux par frittage assisté sous champ électromagnétique).



# Comités d'organisation et scientifique

---

## Comité d'organisation :

**Guy ANTOU**

(Maitre de Conférences, IRCER)

**Rémy BOULESTEIX**

(Maitre de Conférences, IRCER)

**Julie CARREAUD**

(Chercheur IRCER)

**Sébastien CHENU**

(Maitre de Conférences, IRCER)

**Gaëlle DELAIZIR**

(Maitre de Conférences, IRCER)

**Béatrice DERORY**

(Responsable administrative, IRCER)

**Alexandre MAITRE**

(Professeur, IRCER)

**Hélène MEMY**

(Gestionnaire, IRCER)

**Pascal MUNSCH**

(Ingénieur de Recherche, IRCER)

**Nicolas PRADEILLES**

(Maitre de Conférences, IRCER)

**Vincent RAT**

(Directeur de Recherche, IRCER)

**Virginie REYTIER**

(Responsable administrative, IRCER)

**Nadine TCHEFRANOFF**

(Responsable administrative, IRCER)

**Marion VANDENHENDE**

(Ingénieur, IRCER)

## Comité scientifique :

**Jacques NOUDEM**

(CRISMAT, UMR CNRS / ENSICAEN)

**Claude ESTOURNES**

(CIRIMAT, UMR CNRS / Univ. Toulouse III Paul Sabatier)

**Judith MONNIER**

(ICMPE, UMR CNRS / UPEC)

**Frédéric SCHOENSTEIN**

(LSPM, UPR CNRS / Univ. Paris 13)

**Sébastien LEMONNIER**

(ISL, Saint-Louis)

**Vincent GARNIER**

(MATEIS, UMR CNRS / INSA Lyon)

**U-Chan CHUNG**

(ICMCB, UMR CNRS / Univ. Bordeaux)

**Alexandre MAITRE**

(IRCER, UMR CNRS / Univ. Limoges)

**Guy ANTOU**

(IRCER, UMR CNRS / Univ. Limoges)

**Gaëlle DELAIZIR**

(IRCER, UMR CNRS / Univ. Limoges)

**Rémy BOULESTEIX**

(IRCER, UMR CNRS / Univ. Limoges)

**Nicolas PRADEILLES**

(IRCER, UMR CNRS / Univ. Limoges)

**Vincent RAT**

(IRCER, UMR CNRS / Univ. Limoges)

**Sébastien CHENU**

(IRCER, UMR CNRS / Univ. Limoges)

# Informations pratiques

---

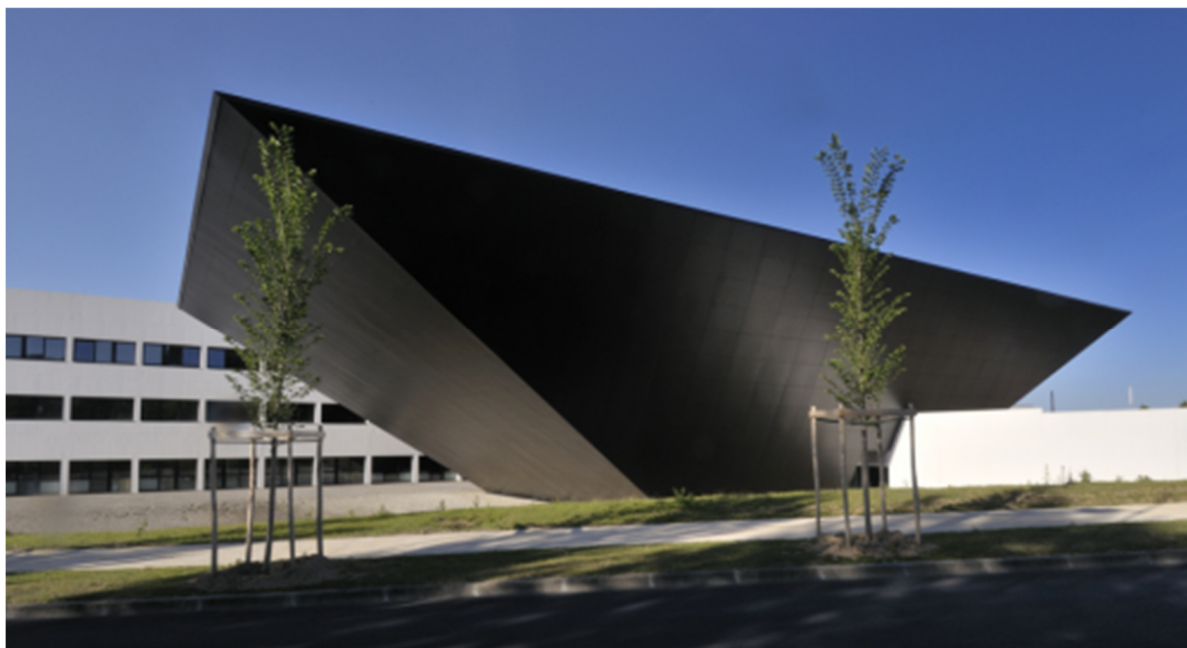
**Pour venir à l'IRCER,  
Centre Européen de la Céramique - 12 Rue Atlantis, 87068 Limoges**

**En voiture**, accès direct par l'autoroute A20 :

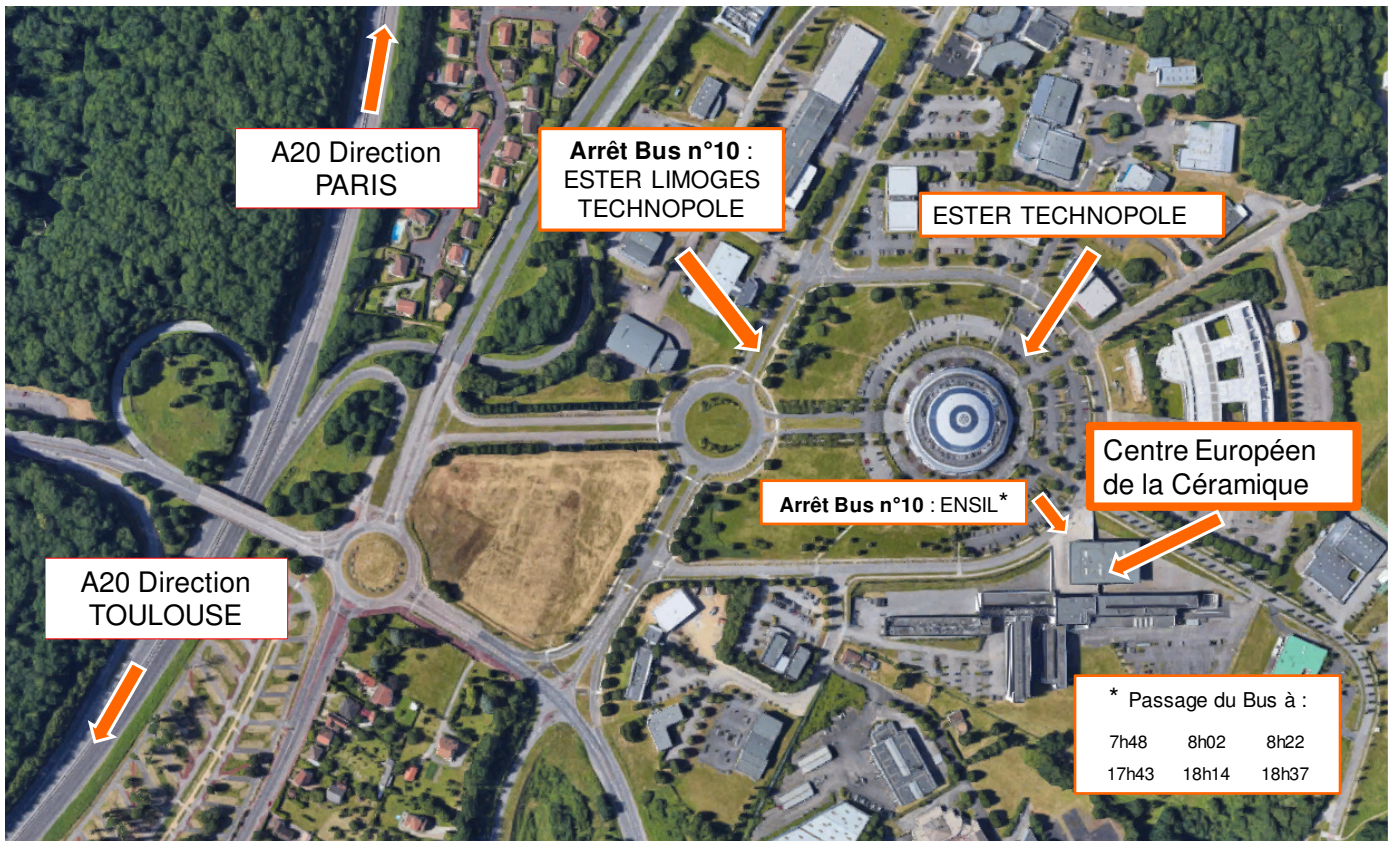
- Sortie 30 dans le sens Paris - Toulouse.
- Sortie 31 dans le sens Toulouse - Paris.

**Par avion**, le Centre Européen de la Céramique se situe à 15 minutes de l'aéroport de Limoges Bellegarde, relié directement par la D2000. Des taxis sont à votre disposition devant l'aéroport, ainsi que des sociétés de location de véhicules.

**En train**, la gare de Limoges Bénédicins se situe à 10 minutes. La ligne de **bus n°10** permet de rejoindre ensuite la technopole ESTER (fréquence d'environ 10 minutes).



# Plan du site



## Accès internet

---

Le WiFi est disponible dans les locaux du Centre Européen de la Céramique. Chaque participant possède au dos de son badge des identifiants de connexion d'accès à Internet, sur le réseau de l'université de Limoges.

1) Vos identifiants de connexion sont :

**username : xxxx**

**password : xxxxxxxx**

2) Activer votre connexion Wi-Fi et sélectionner le réseau **UNILIM-ETUD-PERS**

3) Ouvrir un navigateur Internet, vous obtenez automatiquement la bannière de connexion



4) Se déconnecter à la fin en cliquant sur :



**Ce popup ouvert à la connexion ne doit pas être fermé pendant toute la durée de votre session. Si votre navigateur empêche l'ouverture des popups, saisissez l'URL :**

**https : //ar3600.unilim.fr/cgi-bin/login ?cmd=logout ou l'URL :**

**https://ar3600-master.unilim.fr/cgi\_bin/login?cmd=logout**



## Chargement des présentations orales

---

Les présentations orales doivent être téléchargées au plus tard à la fin de la session précédant celle où vous parlez, sur l'ordinateur des présentations dans **l'Amphi 4 soit** :

- jeudi matin pour la session de jeudi après-midi ;
- jeudi après-midi pour les sessions de vendredi matin
- vendredi matin pour la session de vendredi après-midi.

Assurez-vous que vos transparents, en .ppt ou en .pptx ne subissent pas de modifications de mise en page, et pensez à prévoir un .pdf au cas où.

Merci également de veiller à respecter le temps de présentation qui vous a été attribué – soit pour les présentations orales à l'exception des conférences invitées : 20 minutes (15 minutes + 5 minutes de questions).

Le comité local se tient à votre disposition pour vous guider ou vous renseigner. Vous les reconnaîtrez à leur tee-shirt orange floqué au nom de la conférence.

## Consigne pour bagages

---

Un service de consigne pour vos bagages ou sacs volumineux est disponible. Merci de vous adresser à l'accueil.

## Pauses café et buffets

---

Toutes les pauses auront lieu au niveau de la Plateforme Technologique au Rez de Chaussée Bas.

## Posters

---

Les posters seront exposés au niveau de la Plateforme Technologique au Rez de Chaussée Bas durant toute la Conférence.

## Prix de la meilleure communication orale de doctorant

---

En raison du faible nombre de posters proposés, les comités d'organisation et scientifique ont décidé de remplacer le "**Prix du meilleur poster doctorant des Journées Nationales sur le Frittage par Courant Pulsé 2019**" par un "**Prix de la meilleure communication orale de doctorant des Journées Nationales par Courant Pulsé 2019**". Le prix sera remis au lauréat le vendredi 18 octobre à 12H15 en Amphi 4.

## Repas de "Gala"

---

Le repas du jeudi soir se tiendra au restaurant "**Le clos des cèdres**" à Bonnac la Côte. Le repas est prévu d'environ 20h30 à 23h30.

Le départ pour le restaurant se fera à la suite de la visite du Musée Adrien Dubouché en Bus vers 20h.

De même, des bus seront mis à disposition depuis le restaurant pour regagner le centre européen de la céramique ou le centre-ville de Limoges, place Jourdan, avec un départ à 23h30.

Pour les participants souhaitant prendre leur voiture, un grand parking est disponible sur place. Vous pouvez rentrer dans votre GPS l'adresse suivante :

<b>Musée Adrien Dubouché</b> Cité de la céramique – Sèvres & Limoges 8 <sup>bis</sup> , place Winston Churchill 87000 Limoges	Téléphone : +33 (0)5 55 33 08 50 Courriel : <a href="mailto:contact@limogesciteceramique.fr">contact@limogesciteceramique.fr</a>
<b>Restaurant</b> <b>Le Clos des Cèdres</b> 11 Route des Pradeaux 87270 Bonnac la Côte	Tél : 05 55 39 95 40 Fax : 05 55 39 65 81 <a href="mailto:closdescedres[a]wanadoo[.]fr">closdescedres[a]wanadoo[.]fr</a>  Le plan d'accès est disponible sur : <a href="http://www.leclosdescedres.f/">http://www.leclosdescedres.f/</a>

## Stands d'expositions des industriels

---

Les sponsors industriels de la conférence sont présents sur la Plateforme Technologique, au Rez-de-Chaussée Bas.

## Programme

JEUDI 17 OCTOBRE		VENDREDI 18 OCTOBRE	
8h-8h30	Accueil		
8h30-10h10	Session Inaugurale « Procédés SPS et Mécanismes » 1 <sup>ère</sup> partie	8h30-10h20	Session « Procédés SPS et mécanismes », 1 <sup>ère</sup> partie
10h10-11h	Pause Café - Posters	10h20-10h50	Pause Café - Posters
11h-12h20	Session Inaugurale « Procédés SPS et Mécanismes » 2 <sup>ème</sup> partie	10h50-11h30	Session « Procédés SPS et mécanismes, 2 <sup>ème</sup> partie
		11h30-12h15	Assemblée générale de l'association GDM-FACE
		12h15-12h30	Remise du prix de la meilleure présentation orale
12h20-13h50	Buffet	12h30-14h	Buffet
13h50-16h	Session « Nanopoudres et matériaux céramiques » 1 <sup>ère</sup> partie	14h-15h40	Session « Nanopoudres et Matériaux céramiques »
		15h40-16h	Pause Café
16h-16h30	Pause Café - Posters	16h-18h	Visite du laboratoire et/ou du CTTC
16h30-17h50	Session « Nanopoudres et matériaux céramiques » 2 <sup>ème</sup> partie		
18h	Départ pour le Musée Adrien Dubouché		
20h	Départ pour le restaurant Le clos des cèdres		

	Accueil, pauses, buffets, exposition posters
	Session plénière en Amphi 4
	Visites

## JEUDI 17 OCTOBRE 2019

### Accueil

8h00 – 8h30 : Café d'accueil (Mot d'accueil à 8h30, **Amphi 4**)

### Session Inaugurale « Procédés SPS et Mécanismes » – 1<sup>ère</sup> partie

8h30-12h20 – **Amphi 4** – conférences orales en session plénière

Chair : Alexandre MAITRE

8h30 – 9h      **Alexandre MAITRE** – *IRCER, Limoges*  
**Fabrice ROSSIGNOL** – *IRCER, Limoges*

9h-9h30      Sintering behavior of Spark Plasma Sintering with control of current distribution  
**Tatsuya MISAWA** – *Université de Saga, Japon* p.21  
*Conférence invitée inaugurale*

9h30-9h50      Frittage de composés colusite  $\text{Cu}_{26}\text{V}_2\text{Sn}_6\text{S}_{32}$  : corrélations  
structure/microstructure/propriétés thermoélectriques  
**Abdelhamid BOURHIM** – *CRISMAT, Caen* p.22

9h50-10h10      Self-propagating High-temperature Synthesis and Spark Plasma Sintering of  
Tungsten Alloys for Fusion Applications  
**Sarah DINE** – *LSPM, Villetaneuse* p.23

10h15-11h – Pause Café - Exposition des posters

### Session Inaugurale « Procédés SPS et Mécanismes » – 2<sup>ème</sup> Partie

8h30-12h20 – **Amphi 4** – conférences orales en session plénière

Chair : Guy ANTOU

11h-11h20      Ceramics of classic and fragile ferroelectrics by Cool SPS  
**Flora MOLINARI** – *ICMCB, Bordeaux* p.24

11h20-11h40      Développement d'abradables céramiques par Spark Plasma Sintering : relation  
microstructure/abradabilité  
**Arnaud FREGEAC** – *CIRIMAT Toulouse-SAFRAN AIRCRAFT ENGINES,*  
*Corbeil-Essonnes* p.25

11h40-12h      Etude des mécanismes de densification par SPS de  $\text{UO}_2$  : Détermination de  
l'énergie d'activation et de l'exposant de contrainte.  
**Luca BALICE** – *CEA CADARACHE, INSTITUT NEEL, Grenoble* p.26

12h-12h20      Grain growth and densification mechanisms of fine-grain Ytria-stabilized  
zirconia during Spark Plasma Sintering  
**Andreas FLAUREAU** – *CIRIMAT, Toulouse* p.27

### Buffet déjeunatoire

12h20-13h50 – Plateforme Technologique, Rez-de-Chaussée Bas

## JEUDI 17 OCTOBRE 2019

### Session « Nanopoudres et matériaux céramiques » – 1<sup>ère</sup> partie 13h50-16h – Amphi 4 – conférences orales en session plénière

Chair : Gaëlle DELAIZIR - Sébastien CHENU

13h50-14h20	Spark Plasma Sintering : densification et texturation des matériaux fonctionnels <b>Jacques NOUDEM</b> – CRISMAT, Caen p.29 <i>Conférence invitée</i>
14h20-14h40	About the exchange-bias feature in magnetically contrasted oxide-based SPSed nanoconsolidates. <b>Souad AMMAR</b> – ITODYS, Paris p.30
14h40-15h	Caractérisations mécaniques de céramiques élaborées par Spark Plasma Sintering <b>Mélanie ROUSSELLE</b> – CIRIMAT, Toulouse, SAFRAN AIRCRAFT ENGINES, Evry p.31
15h-15h20	Elaboration d'alliages à haute entropie chimiquement architecturé par métallurgie des poudres <b>DIAA Mereib</b> – ICMPE, Paris p.32
15h20-15h40	Une nouvelle phase d'Intermétallique, Ag <sub>3</sub> Sn, fritté par SPS. Etudes de Conductivité et de Microstructure <b>Roland MAHAYRI</b> – LSPM, Villetaneuse p.33
15h40-16h	CTTC : A solution provider for advanced ceramics developments, <b>Olivier DURAND</b> – CTTC, Limoges, Industriel

16h- 16h30 – Pause Café - Exposition des posters

### Session « Nanopoudres et matériaux céramiques » – 2<sup>ème</sup> Partie 16h30-17h50 – Amphi 4 – conférences orales en session plénière

16h30-16h50	Elaboration de céramiques MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> par SPS: étude de l'influence des propriétés du précurseur <b>Hugo SPIRIDIGLIOZZI</b> – LSPM, Villetaneuse p.34
16h50- 17h10	Elaboration par frittage SPS d'échantillons d'UO <sub>2</sub> contenant des phases Cs et/ou Mo <b>Fabienne AUDUBERT</b> – CEA, Cadarache p.35
17h10-17h30	Métamatériaux à base de matériaux céramiques ultraréfractaires <b>Aurélié JULIAN-JANKOWIAK</b> – DMAS-ONERA, Châtillon p.36
17h30-17h50	Modélisation électrothermique du frittage de formes complexes par Spark Plasma Sintering, <b>Antoine VAN DER LAAN</b> – CIRIMAT, NORIMAT, Toulouse p.37

18h Départ des bus pour la visite du Musée Adrien Dubouché

20h Départ des bus pour le restaurant « Le clos des cèdres »

Repas de Gala

Fin du repas prévu vers 23h

## VENDREDI 18 OCTOBRE 2019

**Session SPS : « Procédés SPS et mécanismes » – 1<sup>ère</sup> partie**  
**8h30-10h20 – Amphi 4 – conférences orales en session plénière**

**Chair : Nicolas PRADEILLES**

8h30-9h	Not only sintering : innovative and unusual aspects related with the FAST/SPS technique <b>Umberto ANSELMi TAMBURINI</b> – <i>Université de Pavie</i> <i>Conférence invitée</i>
9h-9h20	Cinétique et mécanismes microscopiques de densification par SPS de systèmes métalliques fragile (TiAl) et ductile (Ni) <b>Jean-Philippe MONCHOUX</b> – <i>CEMES, Toulouse</i> p.39
9h20-9h40	Effet des hautes pressions sur le Frittage par courant pulsé d'une poudre TiO <sub>2</sub> anatase. <b>Sandrine COTTRINO</b> – <i>MATEIS, Lyon</i> p.40
9h40-10h	Cool-SPS a versatile and efficient approach among low temperature sintering methods. <b>Michaël JOSSE</b> – <i>ICMCB, Bordeaux</i> p.41
10h-10h20	Mécanismes de densification de frittage SPS d'une nanopoudre de Ho:Lu <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <b>Lucas VIERS</b> – <i>IRCER, LCTL Limoges</i> p.42

**10h20-10h50 – Pause Café - Exposition des posters**

**Session " SPS : « Procédés SPS et mécanismes » – 2<sup>ème</sup> partie**  
**10h50-11h30 – Amphi 4 – conférences orales en session plénière**

**Chair : Nicolas PRADEILLES**

10h50-11h10	Frittage SPS de poudres pour émaux NdFeB : optimisation des propriétés magnétiques <b>David SOURIOUX</b> – <i>ENSI, Caen</i> p.43
11h10-11h30	Effect of different types of pulse wave form on SPS <b>Tomoko YOKOSAWA</b> – <i>SUGA Co, Japon</i> p.44

**11h30-12h15**

**Assemblée générale de l'association GDM-FACE**

**12h15-12h30 Remise du «Prix de la meilleure présentation orale de doctorant des Journées par Courant Pulsé 2019**

**Buffet déjeunatoire**

**12h30-14h – Plateforme Technologique, Rez-de-Chaussée Bas**

## VENDREDI 18 OCTOBRE 2019

### Session « Nanopoudres et Matériaux céramiques » 14h-16h - Amphi 4 – conférences orales en session plénière

Chair : Rémy BOULESTEIX

14h00-14h20	Bulk silicon carbide and silicon nitride based ceramics coupling precursor chemistry and flash sintering <b>Samuel BERNARD</b> – <i>IRCER, Limoges p.46</i>
14h20-14h40	Influence des précurseurs et de dopants sur la microstructure des phases MAX élaborées par SPS <b>Gilles HUG</b> – <i>LEM ONERA, Châtillon p.47</i>
14h40-15h	Comment le frittage SPS d'oxyde piézoélectrique sans plomb (K, Na)(Nb, Ta)O <sub>3</sub> influence t'il la microstructure, les défauts, et les propriétés. <b>Isabelle MONOT-LAFFEZ</b> – <i>GREMAN, Tours p.48</i>
15h00-15h20	Optimisation par procédés SPS de céramiques ou MEMS piézoélectriques imprimés : avantage d'une couche protectrice <b>U-Chan CHUNG</b> – <i>ICMCB, Bordeaux p.49</i>
15h20-15h40	Influence du type de frittage sur les propriétés thermoélectriques de céramiques de titanates. <b>Fabien GIOVANNELLI</b> – <i>GREMAN, Tours p.50</i>

### 15h40-16h – Pause Café

### Visite de laboratoire et/ou du Centre de Transfert de Technologie Céramique CTTC 16h – 18h

**Note** : Pour plus de fluidité et pour respecter les horaires prévus, les personnes intéressées par la visite sont priées de s'inscrire dès leur enregistrement à la conférence, sur les listes prévues à cet effet à l'accueil.

## Liste des Posters

<b>Liza EL KHOURY</b>	ICMCB, Bordeaux	Développement de nouvelles céramiques moléculaires, à partir des matériaux à conversion de spin, par Cool SPS p.52
<b>Pascal MUNSCH</b>	IRCER, Limoges	Dispositif SPS très haute pression, application céramiques transparentes (élaboration d'alumine transparente) p.53
<b>Subhransu Subahasis BHOI</b>	ICMCB Bordeaux	Synthetic impact on structure propertie relationships in the $Ca_{2-x}Mn_xTi_2O_6$ quadruple perovskite system p.54
<b>Mohamed Ali BOUSNINA</b>	LSPM, Villetaneuse	Densification des CMM nanostructurés à partir d'alliage métastable des nanoparticules Ni-P : étude des propriétés mécaniques et magnétiques p.55
<b>Benjamin VILLEROY Mohamed Ali BOUSNINA</b>	LSPM, Villetaneuse ICMPE, Thiais	Consolidation de poudres magnétiques par Spark Plasma Sintering assisté d'un champ magnétique p.56



***Exposants industriels  
Sur la Plateforme Technologique  
au Rez de Chaussée Bas***

***(par ordre alphabétique)***

## COdeMAKER

Ester technopole RDC porte 13,  
Limoges

### Contact

AVRUL

<http://www.fondation.unilim.fr/codemaker/>

Tel : +33 (0)5 55 35 88 60



CONCEPTION  
INNOVATION  
FORMATION

Pour aider les entreprises dans leurs projets d'innovation et tout porteur de projet, la Fondation Partenariale de l'Université de Limoges – soutenue par le Conseil Régional du Limousin et Limoges Métropole – a doté l'AVRUL (Agence de Valorisation de la Recherche Universitaire) d'un espace de co-conception.

**Mission** : Faciliter l'émergence d'innovations pertinentes qu'elles soient technologiques ou d'usage en apportant au porteur du projet innovant les compétences dont il a besoin.

## CTTC

Centre de Transfert de Technologie  
Céramique

Tel : +33 (0)5 55 42 61 50

<http://www.cttc.fr>



Le Centre de Transfert de Technologies Céramiques est la principale structure française de soutien à l'innovation dans le domaine des céramiques techniques. Le **CTTC** a pour objectif de renforcer durablement la compétitivité des entreprises françaises en apportant des solutions innovantes et d'un haut niveau technologique qui conduiront rapidement à des nouveaux produits et services.

## MERSEN

Mersen France  
41 Rue Jean Jaurès,  
92230 Gennevilliers, France

Tél : +33 1 41 85 43 00

<https://www.mersen.com/>



Expertise - Advanced Materials et Electrical Power - sur lesquels il occupe des positions de leader. Au sein du pôle Advanced Materials, Mersen a développé des nuances de graphite pour des applications hautes températures parfaitement adaptées au frittage SPS.

## SUGA Co., Ltd

Tel : +81-50-3740-0730 ex 50

<http://www.agus-sps.com>



SUGA Co., Ltd. is the leading company of Spark Plasma Sintering system who has accumulated material synthesis technology by being OEM/ODM for SPS over the past 20 years.

"Cool SPS System" is the fruit of long experience and know-how on production/sales/design of house-brand equipment for material R&D based on its core technology of vacuum/high temperature technology.

***Soutiens institutionnels à la  
conférence***

***(par ordre alphabétique)***

<p><b>AVRUL</b></p> <p>Agence pour la Valorisation de la Recherche Universitaire du Limousin</p> <p><a href="http://www.avrul.fr/">http://www.avrul.fr/</a></p>	
<p><b>ENSCI-ENSIL</b></p> <p>Ecole d'Ingénieurs de Limoges</p> <p><a href="http://www.ensil-ensci.unilim.fr/">http://www.ensil-ensci.unilim.fr/</a></p>	
<p><b>IRCER</b></p> <p>Institut de Recherche sur les Céramiques</p> <p><a href="http://www.ircer.cnrs.fr/">http://www.ircer.cnrs.fr/</a></p>	
<p><b>Labex Sigma LIM</b></p> <p>Laboratoire d'excellence (Labex)</p>	
<p><b>PEC</b></p> <p>Pôle Européen de la Céramique</p> <p><a href="http://www.cerameurop.com/">http://www.cerameurop.com/</a></p>	
<p><b>Université de Limoges</b></p> <p><a href="http://www.unilim.fr/">http://www.unilim.fr/</a></p>	
<p><b>Ville de Limoges</b></p> <p><a href="http://www.limoges.fr/">http://www.limoges.fr/</a></p>	

# Soutiens industriels

(par ordre alphabétique)

## MERSEN

Mersen France  
41 Rue Jean Jaurès,  
92230 Gennevilliers, France

Tél : +33 1 41 85 43 00

<https://www.mersen.com/>



Expertise - Advanced Materials et Electrical Power - sur lesquels il occupe des positions de leader. Au sein du pôle Advanced Materials, Mersen a développé des nuances de graphite pour des applications hautes températures parfaitement adaptées au frittage SPS.

## SUGA Co., Ltd

Tel : +81-50-3740-0730 ex 50

<http://www.agus-sps.com>



SUGA Co., Ltd. is the leading company of Spark Plasma Sintering system who has accumulated material synthesis technology by being OEM/ODM for SPS over the past 20 years.

"Cool SPS System" is the fruit of long experience and know-how on production/sales/design of house-brand equipment for material R&D based on its core technology of vacuum/high temperature technology.

## ***Résumés du jeudi matin***

### ***Procédés SPS et mécanismes***

## Sintering behavior of Spark Plasma Sintering with control of current distribution

Tatsuya Misawa<sup>1)</sup>, Takumi Sakamaki<sup>2)</sup>, Kaede Endo<sup>1)</sup>, Yuji Kawakami<sup>2)</sup> and Masakazu Kawahara<sup>3)</sup>

<sup>1)</sup> Saga University, Japan. <sup>2)</sup> National Institute of Technology, Kurume Collage, Japan. <sup>3)</sup> Kawahara SPS Technical Office, Japan.

### current distribution, temperature distribution, eutectic alloy

On the Spark Plasma Sintering (SPS) process, the current distribution in the sintering sample and die affect the uniformity of sintering behavior. The current in the material and die is spatially distributed in accordance with shape, size, conductivity of materials and graphite die. In addition, the temperature dependency of electrical conductivity of the sintering container seems to also affect the sintering behavior and the localization of current and temperature distribution around the boundary of sintering specimen and graphite die. On SPS process, the container made of the graphite is generally used. And the electrical conductivity of graphite increase in the rise of temperature at low temperature under 1200 K. When the small localization of current occur on the boundary in the early stage of SPS, the local Joule heating is generated. Since the temperature of die around the same position rises in comparison with the neighbor, the localization of current is enhanced again. It is consider that the reason why the current localization arises is the contamination of the impurity, heterogeneity of the powder in the die, use of the non - fine particle, use of low thermal conductivity materials, high-speed heating, low compressing force, badness of the dimensional accuracy of the container, enlargement of the container, etc..

In this study, in order to clarify the temperature distribution in sample and die, the evaluation of temperature distribution of sintering sample using Al-Cu eutectic alloy were carried out. It is consider that the localization of current and temperature in the sample and graphite die is promote by using roughly mixed course conductive powder and low compressing force in order to induce the material heterogeneity. The mixed powder enclosed in the graphite die is sintered by SPS-510A (Sumitomo Coal Mining, Co., Ltd.). Typical sintering temperature is 873 K, temperature retention time is 10 min and compressing force is 9MPa. The trace of the temperature rise were observed as eutectic structure in the specimen. Funnel shaped eutectic structure was observed in the upper and lower boundary of sample and graphite punch. And shape and area of the eutectic structure changed with the increase in the sintering temperature. In order to control of current distribution around bounary of sample and graphite punch, sintering of Al-Cu powder with inserting the Mo plate and BN paste between punch and sample were carried out. In the case of inserting of Mo plate, the temperature distribution of central of sample became uniform, and the eutectic structure was distributed in the boundary surface of sample and punch. It is consider that the equalizing of the potential and current distribution occured by the Mo plate of which the conductivity is higher than the graphite. In the case of inserting of BN paste, the eutectic structure was distributed in the periphery of the discoidal sample. This indicates that there is the high temperature region of the ring geometry which surrounds the sample. The similar temperature distribution with experimental result has been obtained from the result of FEM analysis.

## Frittage de composés colusite $\text{Cu}_{26}\text{V}_2\text{Sn}_6\text{S}_{32}$ : corrélations structure/microstructure/propriétés thermoélectriques

Abdelhamid BOURHIM, Gabin GUELOU, Emmanuel GUILMEAU

CRISMAT, CNRS, Normandie Univ, ENSICAEN, UNICAEN, 14000 Caen, France, 6 Boulevard du Maréchal Juin, 14050 Caen Cedex 04, France.

**MOTS-CLES – Thermoélectricité, SPS, mécanosynthèse, colusite, facteur de puissance.**

Au cours de la dernière décennie, la recherche de nouvelles sources d'énergie durables et non polluantes est devenue un enjeu majeur de nos sociétés modernes. Parmi les différentes technologies développées pour répondre à cette problématique ambitieuse, la thermoélectricité apparaît comme une technique de récupération d'énergie prometteuse grâce à sa polyvalence et sa capacité à réaliser une conversion énergétique directe entre la chaleur et l'électricité. Dans ce contexte, les recherches sur les matériaux sulfures thermoélectriques binaires, ternaires et quaternaires ont connu un regain d'intérêt de la part de la communauté scientifique grâce à leurs avantages indéniables, pour la plupart d'entre eux, en termes de coût et de toxicité. Dans cette vaste famille de matériaux, de nombreux composés, notamment ternaires et quaternaires, présentent une complexité structurale à l'origine d'une faible conductivité thermique. Récemment, les chercheurs du CRISMAT ont synthétisé par mécano-synthèse couplée au frittage SPS un composé d'origine minérale : la colusite  $\text{Cu}_{26}\text{V}_2\text{Sn}_6\text{S}_{32}$ . Il a notamment été démontré l'influence du procédé de densification sur la formation de défauts structuraux, qui permettent de réduire drastiquement la conductivité thermique du réseau cristallin et ainsi d'atteindre un facteur de mérite proche de l'unité à 700 K. Dans ce cadre, nous présenterons une étude visant à comprendre l'influence des cycles de frittage SPS sur la cristallinité, la microstructure, la formation des défauts et *in fine* sur les propriétés thermoélectriques.

### Références

C. Bourgès, Y. Bouyrie, A.R. Supka, R. Al Rahal Al Orabi, P. Lemoine, O. I. Lebedev, M. Ohta, K. Suekuni, V. Nassif, V. Hardy, R. Daou, Y. Miyazaki, M. Fornari, and E. Guilmeau  
“High-Performance Thermoelectric Bulk Colusite by Process Controlled Structural”.  
*Disordering Journal of the American Chemical Society*, 2018, **140**, p. 2186–2195.



## Self-propagating High-temperature Synthesis and Spark Plasma Sintering of Tungsten Alloys for Fusion Applications

S. Dine<sup>a,\*</sup>, E. Bernard<sup>b</sup>, C. Grisolia<sup>b</sup>, N. Herlin<sup>c</sup>, D. Vrel<sup>a</sup>,

<sup>a</sup> *LSPM, UPR 3407 CNRS, 93430 Villetaneuse, France*

<sup>b</sup> *CEA, IRFM, 13108 Saint Paul lez Durance, France*

<sup>c</sup> *CEA, IRAMIS, 91191 Gif-sur-Yvette Cedex, France.*

*First e-mail: sarah.dine@lspm.cnrs.fr*

Since tungsten has been chosen as the reference material for the ITER divertor, extensive research has been conducted in order to improve some key properties for whose pure, commercial grade tungsten, present some limitations. Among these, one can find mechanical properties at room temperature, where the brittleness of tungsten reduces its machinability, but also resistance to blistering linked to hydrogen implantation[1], and to corrosion at high temperatures.

Recent studies have shown that low grain sizes, under 700nm could induce a sharp decrease of the Ductile to Brittle Transition Temperature (DBTT), down to cryogenic temperatures [2]; it is also believed that nanostructured bulk tungsten, with an enhanced grain boundaries network would also be favourable to back-diffusion of implanted hydrogen atoms. On the other hand, chromium and vanadium alloying elements are believed to improve corrosion resistance (as in stainless steels) and to limit grain growth during heat treatments

However, current production routes are not suitable for the fabrication of large bulk nanostructured tungsten samples. We therefore used a new methodology based on Self-propagating High-temperature Synthesis (SHS) to obtain partially alloyed nanometric powders in the 20-150 nm range. These powders were then sintered by Spark Plasma Sintering (SPS), and mechanical tests were performed.

Results obtained from SEM, EDX, EBSD and XRD observations on sintered samples show that full tungsten densification may be obtained at a temperature lower than 1800°C and that the resulting morphology, keeping a partial nanostructure inherited from the synthesized powders, seems indeed favorable to the use of these materials in fusion environments. Hardness measurements were performed and show a systematic increase proportional to the amount of alloying element. Compressive tests show also a significant increase in elastic limit, up to 1GPa, depending on the nature and the amount of alloying elements (up to 6w%). Nevertheless, our samples are not brittle and show a plastic deformation of up to 40% before fracture.

Topic : 1.Tungsten, tungsten alloys, and advanced steels

[1] K. Ouaras, M. Redolfi, D. Vrel, C. Quiros, G. Lombardi, X. Bonnin, K. Hassouni, J. Fusion Energ. **37** (2018) 37-46.

[2] A. A. N. Németh, J. Reiser, D. E. J. Armstrong, M. Rieth, Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials, **50** (2015) 9–15

\*Corresponding author: tel.: +33-1-49 40 39 01, e-mail: sarah.dine@lspm.cnrs.fr (Sarah DINE)

# Ceramics of classic and fragile ferroelectrics by Cool-SPS

Flora MOLINARI<sup>1</sup>, Valentin MARY<sup>1</sup>, U-Chan CHUNG<sup>1</sup>, Dominique MICHAU<sup>1</sup>,  
Michael JOSSE<sup>1,\*</sup>

<sup>1</sup> ICMCB, CNRS, Univ. Bordeaux, Bordeaux INP, UMR 5026, F-33600 Pessac, France /  
flora.molinari@icmcb.cnrs.fr ; \* michael.josse@icmcb.cnrs.fr

## MOTS-CLES -- Cool-SPS, Thermodynamically Fragile Materials, Dense ceramics, Classic ferroics, Dielectric properties

This communication will illustrate the elaboration, by Cool-SPS, of the ceramics of fragile ferroelectric materials. The efficiency of this advanced technique to sinter, stabilize or even synthesize fragile materials has been established by previous studies conducted at ICMCB [1-3].

Fragile materials have a limited thermodynamic stability that prevents their conventional sintering, i.e. pressureless densification at high temperature ( $T \sim 1000^\circ\text{C}$ ). However, the characterization and use of ferroelectric materials require dense samples. An access to the ceramic form for fragile ferroelectrics could allow avoiding the difficulties inherent to their elaboration and characterization in thin film or single-crystal form.

In this communication, it will be shown that Cool-SPS can be used to obtain highly densified ceramics of the classic ferroic materials that are Rochelle salt, KDP, ADP, and TGS. The sintering conditions, as well as structural, microstructural and dielectric characterization will be presented and discussed, with a special attention on the conservation of the starting powders characteristic through Cool-SPS processing. As these classic ferroics have been studied for decades in single-crystal form, their successful sintering offers an opportunity to investigate their ferroic properties in polycrystalline form. Moreover, with previous reports concerning the sintering of KDP by CSP (Cold Sintering Process), advantage may be taken of the opportunity to compare both approaches and highlight their complementarity.

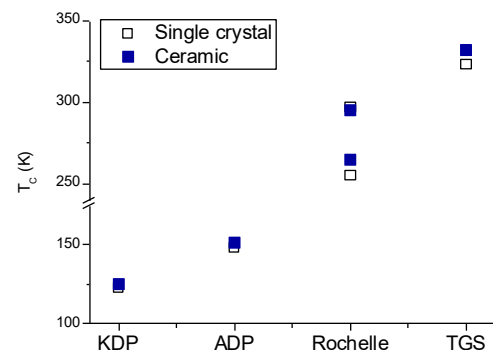


FIGURE Comparison of single crystal  $T_c$  and ceramic  $T_c$  for classic and fragile ferroelectrics.

## Références

- [1] T. Hérisson de Beauvoir, *et al.* « Cool-SPS: an opportunity for low temperature sintering of thermodynamically fragile materials », *J. Mater. Chem. C*, vol. 6, n° 9, p. 2229-2233, 2018.
- [2] T. Hérisson de Beauvoir, *et al.* « Densification of  $\text{MnSO}_4$  ceramics by Cool-SPS: Evidences for a complex sintering mechanism and magnetoelectric coupling », *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 38, n° 11, p. 3867-3874, 2018.
- [3] T. Hérisson de Beauvoir, *et al.* « Cool-SPS stabilization and sintering of thermally fragile, potentially magnetoelectric,  $\text{NH}_4\text{FeP}_2\text{O}_7$  », *Ceram. Int.*, 2018.

# Développement d'abradables céramiques par Spark Plasma Sintering: relation microstructure/abradabilité

Arnaud Fregeac<sup>1,2</sup>, Florence Ansart<sup>1</sup>, Serge Selezneff<sup>2</sup>, Claude Estournès<sup>1</sup>

1. Université de Toulouse, CIRIMAT, CNRS INPT UPS, Université Paul Sabatier, 118 route de Narbonne, 31062 Toulouse cedex 9, France

2. SAFRAN AIRCRAFT ENGINES, 2 Rue Henri Auguste Desbrières, 91100 Corbeil-Essonnes France

## MOTS-CLES - YSZ, Spark Plasma Sintering, abradabilité, Propriétés mécaniques

Depuis les années 60 - 70 des revêtements dits « abradables »<sup>1</sup> sont placés sur le carter à chaque étage des turbomoteurs pour minimiser le jeu de fonctionnement entre les parties statiques (carter) et rotatives (pales) et donc garantir une efficacité aérodynamique maximale.

Dans le cas d'un contact, les revêtements abradables appliqués sur le carter doivent s'user préférentiellement sans endommager le sommet d'aube en vis-à-vis et être le plus lisse possible à la suite du contact pour conserver de bonnes performances aérodynamiques. Outre les gains en performance qu'ils induisent, les matériaux abradables permettent également de réduire l'impact des endommagements et ainsi diminuer le coût et le temps de maintenance des moteurs.

Les microstructures et compositions de ces revêtements sont particulières et dépendent de l'étage dans lequel ils se trouvent et donc de la température de fonctionnement<sup>2</sup>. Pour les étages hautes températures ces revêtements sont rendus « friables » par l'obtention de microstructures poreuses. Dans ce cas, le challenge majeur pour ces revêtements principalement mis en forme par projection thermique est de trouver un compromis entre leur performance en abradabilité et leur résistance à l'érosion. En effet ces deux propriétés sont « antagonistes » du fait que le revêtement ne doit pas être détruit par les particules qui traversent la turbomachine mais doit se détériorer préférentiellement lors du contact avec le sommet d'aube.

Afin d'étudier l'impact de la microstructure d'abradables céramiques sur ces propriétés, des travaux ont été entrepris au laboratoire CIRIMAT dans le cadre d'une thèse financée par Safran Aircraft Engines et proposent d'utiliser un nouveau moyen de mise en forme, le Spark Plasma Sintering. En effet cette technique permet d'une part de fritter le matériau rapidement et d'autre part de mettre en forme des revêtements à architecture complexe type barrière thermique en une seule étape<sup>3</sup>. Plusieurs poudres (nano et micrométrique) ont été frittées sous forme de pastilles. La variation des paramètres de frittage (T, P et temps) a permis d'obtenir des taux de porosité allant de 0 à 50%vol. Les essais d'abradabilité réalisés sur ces céramiques démontrent qu'il existe un taux de porosité nécessaire pour obtenir un caractère abradable répondant au cahier des charges.

<sup>1</sup> R.C.S. Hendricks, Turbomachine Sealing and Secondary Flows. Part 1; Review of Sealing Performance, Customer, Engine Designer, and Research Issues. 2004.

<sup>2</sup> R.K. Schmid, "New high temperature abradables for gas turbines;" Doctoral Thesis, ETH Zurich, 1997.

<sup>3</sup> D. Monceau, D. Oquab, C. Estournès, M. Boidot, S. Selezneff, N. Ratel-Ramond, Thermal Barrier Systems and Multi-Layered Coatings Fabricated by Spark Plasma Sintering for the Protection of Ni-Base Superalloys Materials Science Forum 654-656 (2010), 1826-1831.

# Etude des mécanismes de densification par SPS de $UO_2$ : Détermination de l'énergie d'activation et de l'exposant de contrainte

Luca BALICE<sup>1,3</sup>, Marco COLOGNA<sup>2</sup>, Fabienne AUDUBERT<sup>1</sup>, Jean-Louis HAZEMANN<sup>3</sup>

1: CEA, DEN/DEC Cadarache 13108 St Paul lez Durance

2 : JRC-Karlsruhe, 76125 Karlsruhe

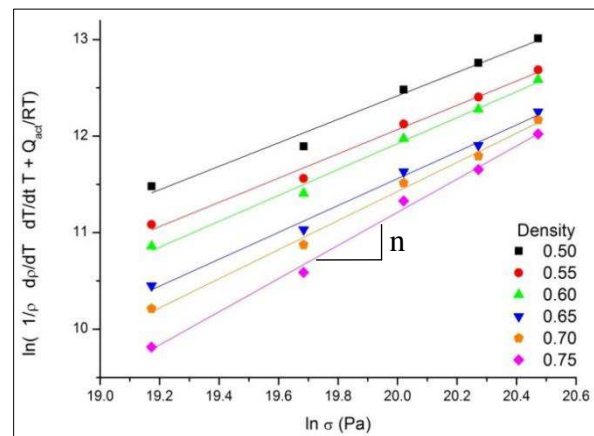
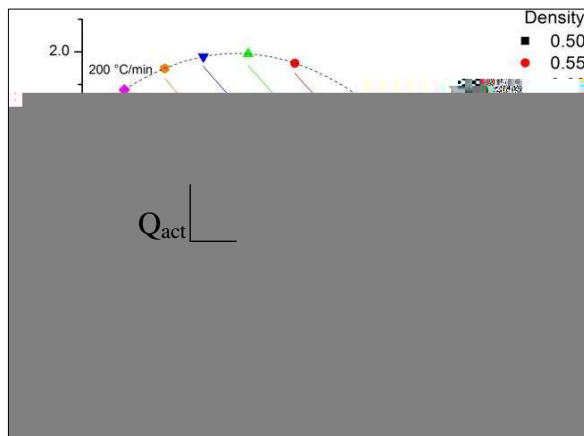
3: Institut NEEL, Université Grenoble Alpes

**MOTS-CLES : SPS, Energie d'activation  $Q_{act}$ , Exposant de contrainte  $n$ ,  $UO_2$**

La littérature fournit très peu d'informations sur le frittage par SPS d' $UO_2$  [1]. Une méthode simple pour définir l'énergie d'activation ( $Q_{act}$ ) et l'exposant de contrainte ( $n$ ) a été mise en œuvre par le biais d'une série d'expériences à différentes vitesses de chauffe [2] et à différentes pressions [3]. Ces deux paramètres ont été déterminés à partir de l'équation de fluage à l'état stationnaire (1) déduite des essais, dans le domaine de densité entre 50 et 75 % de la densité théorique.

$$-\frac{d\rho}{dT} \dot{T} = \frac{HD_0}{kG^m} \exp\left(-\frac{Q_{act}}{RT}\right) (\varphi\sigma)^n \quad (1)$$

Les résultats donnent une valeur moyenne de  $Q_{act}$  égale à 95,5 KJ/mol et un exposant  $n$  égal à 1,4.



## Références

- [1] Chen et al., J. Nucl. Mater. 454 (2014) 427-433
- [2] Wang et Raj, J. Am. Ceram. Soc. 73 (1990) 1172-1175
- [3] Antou et al., Scr. Mater 101(2015) 103-106

## Grain growth and densification mechanisms of fine-grained Yttria-stabilized zirconia during Spark Plasma Sintering

Andréas FLAUREAU,<sup>1</sup> Alicia WEIBEL,<sup>1</sup> Noé RESTIF,<sup>1</sup> Geoffroy CHEVALLIER,<sup>1,2</sup> and Claude ESTOURNES,<sup>1,\*</sup>

<sup>1</sup> Université de Toulouse, CIRIMAT, CNRS, Université Paul-Sabatier, 118 Route de Narbonne, 31062 Toulouse Cedex 9, France;

<sup>2</sup> Plateforme Nationale CNRS de Frittage Flash PNF2, MHT, Université Paul-Sabatier, 118 Route de Narbonne, 31062 Toulouse Cedex 9, France;

\* estournes@chimie.ups-tlse.fr

---

For many years, Zirconia ( $ZrO_2$ ) has been one of the most studied ceramic due to its high mechanical and electrical properties compared to other ceramics. This ceramic, also known as “ceramic steel” is now used in a wide range of fields, from aeronautics to fuel cells and medical. This particularity is obtained by stabilizing the desired phase alloying  $ZrO_2$  with specific oxides, in particular  $Y_2O_3$ . Even if Spark Plasma Sintering is used more and more to obtain high densities fine grained ceramics [1], the mechanisms of densification and grain growth are still studying [2, 3]. The aim of this work is to study two fine-grained commercial Yttria-Stabilized Zirconia with different amount of Yttria during Spark Plasma Sintering, and see if this parameter will have an influence on the grain growth and densification mechanism.

Both of the powders are commercial powders from with crystallite size  $50 \pm 12$  nm which are 3Y-ZrO<sub>2</sub> (TZ-3Y-E, Tosoh, purity > 99%) and 8Y-ZrO<sub>2</sub> (TZ-8Y, Tosoh, purity > 99). The powders were consolidated by SPS (*Fuji 632 Lx* located at the *Plateforme Nationale de Frittage Flash* located at the *Université Toulouse III Paul Sabatier*). Samples were loaded into a 8 mm inner-diameter graphite die. A sheet of graphitic paper was previously placed between the die and the powder as well as between the punches and the powder for easy removal. The powders were sintered under vacuum. An optical pyrometer, focused on a little hole at the surface of the die, was used to monitor the temperature. In order to study the sintering mechanisms, the sintering path of the powders were elaborated previously.

To study the grain growth mechanism, grain size was observed on fracture surfaces by field emission-gun scanning electron microscopy after sintering at different temperatures with a variation of the dwell. Then, by using the normal law [4], we were able to determine the grain growth exponent  $m$  characteristic of the mechanism. For the densification mechanism, the evolution of the pellet raw density during the dwell was calculated, depending of the electrodes displacement live measure. With those acquisitions, and using the method as it can be found in the literature [5], it is possible to determine the densification exponent characteristic of the densification mechanism.

The results obtained with the powders show that the densification is governed by a sliding mechanism at the grain boundaries whatever the composition is (3Y-ZrO<sub>2</sub> or 8Y-ZrO<sub>2</sub>). The grain growth is governed by a solute drag effect, probably due to a precipitation of  $Y^{3+}$  along the grain boundaries as it has been seen in the literature [6].

### References

- [1] Nishimura, T., Mitomo, M., Hirotsuru, H. et al. *J Mater Sci Lett* (1995) 14: 1046.
- [2] Chaim, R., Chevallier, G., Weibel, A., Estournes, C., *J Mater Sci*, vol 53 (n°5) pp 3087-3105.
- [3] Chaim, R *Mat Sci Engi A* 443 (2007) 25-32.
- [4] Bernache-Assolant, D., Soustell, M., Monty, C., Pastor, H., Chaix, J.-M. *Chimie-Physique du Frittage*, Hermes, Paris (1993), 242-243.
- [5] Bernard-Granger, G., Guizard, C., *Acta Materialia* 55 (2007) 3493-3504
- [6] Matsui, K., et al, *Acta Materialia* 56 (2008) 1315-1325

***Résumés du jeudi après-midi***

***Nanopoudres et matériaux céramiques***

***Procédés SPS et mécanismes***

## Spark Plasma Sintering : densification et texturation des matériaux fonctionnels

J. Noudem<sup>1\*</sup>, D. Souriou<sup>1</sup>, Y. Xing<sup>1</sup>, P. Bernstein<sup>1</sup>, Christelle Bilot<sup>1</sup>, Jérôme Lecourt<sup>1</sup>,  
C. Manière<sup>1</sup>, S. Marinel<sup>1</sup>, and S. Rivoirard<sup>2</sup>

<sup>1</sup>*Normandie Univ, ENSICAEN, UNICAEN, CNRS, CRISMAT, 14000 Caen, France*

<sup>2</sup>*Université Grenoble Alpes, CNRS, Institut Néel, Grenoble, France.*

**Résumé :** Le procédé de frittage non-conventionnel par Spark Plasma Sintering (SPS) repose sur l'application combinée d'une pression mécanique et d'un courant électrique directement sur le matériau. Cette technique offre l'avantage d'obtenir des matériaux denses en quelques minutes avec une maîtrise de la microstructure. Beaucoup de travaux ont été reportés depuis l'introduction des premières machines SPS dans les laboratoires, et de nombreuses équipes tentent de comprendre les mécanismes de densification mis en jeu.

Après un bref historique de la technique SPS, les généralités sur ce procédé seront exposées. Dans une deuxième partie, la densification, la texturation ainsi que les propriétés fonctionnelles seront discutées pour des : (i) matériaux thermoélectriques ( $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  et  $\text{CaMnO}_3$ ), (ii) Cryo-aimants supraconducteurs ( $\text{MgB}_2$ ) et (iii) aimants permanents recyclés ( $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ ).

\*E-mail address: [jacques.noudem@ensicaen.fr](mailto:jacques.noudem@ensicaen.fr)

## About the exchange-bias feature in magnetically contrasted oxide-based SPSed nanoconsolidates

Giulia Franceschin<sup>1,2</sup>, Nancy Flores<sup>1,3</sup>, Thomas Gaudisson<sup>1,2</sup>, Nicolas Menguy<sup>4</sup>, Nader Yaacoub<sup>5</sup>, Jean-Marc Greneche<sup>5</sup>, Raul Valenzuela<sup>3</sup>, Frédéric Mazaleyrat<sup>2</sup>, Souad Ammar<sup>1,\*</sup>

<sup>1</sup> Université de Paris, ITODYS, CNRS UMR-7086, 75205 Paris, France.

<sup>2</sup> Universidad Nacional Autónoma de México, IIM, 04510 México, Mexico.

<sup>3</sup> Université Paris Saclay, SATIE, CNRS UMR-8029, 94230 Cachan, France

<sup>4</sup> Sorbonne Université, IMPMC, CNRS UMR-7590, MNHN, IRD, 75005, Paris France.

<sup>5</sup> Université du Maine, IMMM, CNRS UMR-6283, 72085 Le Mans, France.

### MOTS-CLES – Nanoparticles, Nanocomposites, SPS, magnetic properties, Exchange Bias.

The combination of a ferro-, ferrimagnetic (F) with an antiferromagnetic (AF) material can lead to a spin exchange coupling known as “exchange bias” EB. This phenomenon is characterized by an asymmetric hysteresis loop and an enhanced coercive field<sup>1</sup>. To be most effective, this phenomenon requires nanostructures with maximum interface contact. For this reason, it is mainly focused on multilayers and nanoparticles (NPs) where the interface between the F and AF phases is easier to control. As a result, it is particularly active in the technological fields involving thin films and colloids, such as those of magnetic recording heads<sup>2</sup>, magnetoresistive random access memories (MRAM)<sup>3</sup>, magnetic sensors<sup>4</sup> and high storage capacity magnetic recording media<sup>5</sup>, for the former, and those of magnetic hyperthermia therapeutic fluids<sup>6</sup>, for the later. Even so, it is hardly considered for applications involving bulk solids, regarding the technical difficulty of their processing. The emergence of Spark Plasma Sintering (SPS) technique has propelled a renewed interest on hetero-nanostructured consolidates, opening the way to the production of E-biased solids. Indeed, SPS operates at moderate temperatures for short period of times, favoring ultrafine grained and highly dense microstructures<sup>7</sup>. Under these conditions, the limits highlighted could be overcome and as pioneering research, we combined soft chemistry, the polyol process, and SPS in order to prepare such solids, starting from E-biased core-shell NPs or a mixture of F and AF NPs, and finding the best sintering conditions in order to promote large and highly crystallized interfaces. As a case study, we focused on F CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> cobalt ferrite interfaced with AF NiO or CoO oxide, which exhibit interesting magnetic properties for the design of such solids and their characterization within relatively easy-to-achieve operating conditions. Their respective ordering temperatures (800 vs. 525 and 290 K) as their magnetocrystalline anisotropy constants (1.20 vs. 0.01 and 3.00 MJ.m<sup>-3</sup>) are significantly different, allowing an easy experimental evidence of EB at or below room temperature

### Références

1. J. Nogués et al., Phys. Rep. 422 (2005) 65.
2. M.N. Baibich et al., Phys. Rev. Lett. 61 (1988) 2472 ; B. Dieny et al., Phys. Rev. B 43 (1991) 1297.
3. S.M. Wu et al., Nat. Mater. 9 (2010) 756 ; S. Yuasa et al., MRS Bull. 43 (2018) 352.
4. Y. Cheng et al., Phys. Lett. A 382 (2018) 3018 ; V. Apicella et al., Sens. Act. A 280 (2018) 475.
5. V. Skumryev et al., Nature 423 (2003) 850.
6. H. Khurshid et al., J. Appl. Phys. 117 (2015) 17A337.
7. T. Gaudisson et al., J. Magn. Magn. Mater. 370 (2014) 87 and 387 (2015) 90.



# Caractérisations mécaniques de céramiques élaborées par Spark Plasma Sintering

Mélanie ROUSSELLE<sup>1,2</sup>, Arnaud FREGEAC<sup>1,2</sup>, Florence ANSART<sup>1</sup>, Guillaume FRADET<sup>2</sup>, Serges SELEZNEFF<sup>2</sup>, Claude ESTOURNES<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Université de Toulouse, CIRIMAT, CNRS, Université Paul Sabatier, 118 route de Narbonne, 31062 Toulouse CEDEX 9, France.

<sup>2</sup> SAFRAN AIRCRAFT ENGINES, site Corbeil, Route Henri Auguste Desbruères BP81, 91003 Evry, France.

## MOT CLEFS : Spark Plasma Sintering, microstructure, propriétés mécaniques

Parmi les nombreux matériaux présents dans notre quotidien, les céramiques techniques occupent depuis longtemps une place importante. Leur domaine d'application est vaste et couvre autant les secteurs de l'énergie, du biomédical et des transports (automobile, aéronautique, spatial, etc...). La zircone  $ZrO_2$ , communément stabilisée à l'yttrine  $Y_2O_3$ , fait partie des céramiques réfractaire les plus étudiées dans ces différents domaines, elle se démarque notamment par son inertie chimique et ses propriétés mécaniques remarquable à température élevée.

L'optimisation des propriétés mécaniques de la zircone yttrée est possible grâce notamment au contrôle de sa microstructure : morphologie, taille de particule, taux de porosité. L'utilisation du procédé Spark Plasma Sintering étant largement reconnu pour obtenir des céramiques à microstructure contrôlée <sup>[1]</sup>, des zircons poreuses ont été élaborés selon ce procédé afin d'être caractérisées mécaniquement.

Deux techniques de caractérisation sont présentées dans cette étude afin d'appréhender les réponses à une sollicitation mécanique dynamique en surface <sup>[2]</sup> d'une zircone poreuse. La première technique consiste à mesurer la résistance à l'abrasion à l'aide d'essais TABER. La deuxième, via des essais de microscratch-test, permet de caractériser la résistance à la rayure. Les résultats obtenus par ces deux techniques sont finalement corrélés à des mesures plus classique de microduretés.

## Références

[1] – Chaim, R., Chevallier, G., Weibel, A., Estournes, C., Grain growth during plasma and flash sintering of ceramic nanoparticles: a review, *J Mater Sci*, vol 53 (n°5) pp 3087-3105.

[2] – A.Ribesse, Wear and erosion performance of metal-polymer hybrid materials facing multi-scale contact interactions, Thèse de doctorat, 2017.

**Journées nationales sur le frittage par courant pulsé.  
Elaboration d'alliages à haute entropie chimiquement architecturés  
par métallurgie des poudres**

***Diaa MEREIB<sup>1\*</sup>, Glwadys GARCIN<sup>1</sup>, Benjamin VILLEROY<sup>1</sup>, Loïc PERRIERE<sup>1</sup>, Judith MONNIER<sup>1</sup>,  
Mathilde LAURENT-BROCQ<sup>1</sup>.***

<sup>1</sup> *Université Paris-Est (UPE), ICMPE (UMR 7182), CNRS, UPEC, F94320  
[mereib@icmpe.cnrs.fr](mailto:mereib@icmpe.cnrs.fr)*

Résumé

Les alliages à haute entropie (AHE) offrent des propriétés mécaniques très prometteuses et en particulier un bon compromis résistance mécanique/ductilité. Cependant, la résistance mécanique reste insuffisante pour certaines applications. L'objectif de notre étude est d'améliorer les propriétés mécaniques de l'AHE CrMnFeCoNi via un mécanisme de durcissement par fluctuations de composition chimique. Plus précisément, on souhaite créer une architecturation multi-échelle du matériau : une solution solide à l'échelle atomique, des nanocristallites à l'échelle nanométrique, des gradients de composition à l'échelle micronique et un réseau interconnecté de ces gradients à l'échelle mésoscopique.

La métallurgie des poudres est la voie sélectionnée pour élaborer de telles microstructures. L'idée est de mélanger de la poudre de l'alliage à haute entropie (CrMnFeCoNi) avec de la poudre de Ni, et de densifier ce mélange par Spark Plasma Sintering (SPS). Cette étape permettra aussi la formation de gradients de composition continus à l'interface des grains de poudre.

Après avoir présenté le contexte et les objectifs de cette étude, on détaillera l'élaboration et la caractérisation des matériaux biphasés AHE+Ni. Concernant l'élaboration, un intérêt particulier est porté au contrôle de la largeur du gradient chimique par optimisation des conditions de frittages SPS tels que la température, la pression ou le temps de palier. Concernant la caractérisation, les poudres d'AHE équimolaire et de Ni ainsi que les matériaux densifiés par SPS sont caractérisés par diffraction des rayons X, et par microscopie électronique à balayage couplée d'une part à de l'EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) et d'autre part à de la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD).. La méthode d'Archimède est utilisée pour déterminer la densité des matériaux préparés par frittage SPS. Enfin, la nanoindentation et, des essais de compression sont également réalisés pour la caractérisation des propriétés mécaniques.

# Une nouvelle phase d'intermétallique, $Ag_3Sn$ , frittée par SPS. Études de Conductivité et de Microstructure

R.Mahayri<sup>1)</sup>; K.Tan<sup>2)</sup>; S.Mercone<sup>1)</sup>; F.Giovannelli<sup>3)</sup>; J-M.Morelle<sup>2)</sup>; N.Jouini<sup>1)</sup>; F.Schoenstein<sup>1)</sup>

1) LSPM, CNRS – UPR 3407, Université Paris 13 - Villetaneuse, France

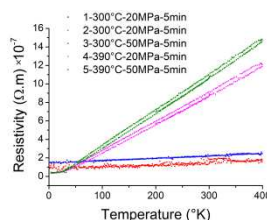
2) Valeo Group Electronics Expertise & Development Services - Créteil, France

3) GREMAN, CNRS – UMR 7347, IUT de Blois – Blois, France

## MOTS-CLES – $Ag_3Sn$ , Frittage, SPS, Microstructure et Conductivité.

Actuellement, pour l'assemblage des modules de puissance, les semi-conducteurs sont connectés à leur substrat métallique par leur face inférieure via une brasure. Les compositions chimiques de ces brasures sont le plus souvent à base de plomb. La brasure la plus utilisée a pour composition chimique l'eutectique  $Sn_{63}Pb_{37}$  dont la température de fusion est de 183 °C. Considérant les propriétés de cet alliage, l'employabilité des modules de puissance se trouve limitée à des températures inférieures à 200°C. De tels dispositifs sont aujourd'hui questionnés. En effet, considérant d'une part le besoin venant de différents domaines applicatifs (aéronautique, géochimie, automobile...) pour des modules fonctionnant sous des environnements plus sévères (forte tension et densité de courant, températures élevées...) [1] et d'autre part, le fait que l'usage de ces alliages sera progressivement prohibé en raison de la présence du plomb, élément dont l'utilisation est aujourd'hui interdite par la directive européenne et le décret la transposant dans la législation française [2] en raison de sa toxicité. Les recherches portant sur l'élaboration de nouvelles phases pouvant assurer l'interconnexion au sein des modules de puissance sont en forte expansion.

C'est dans ce cadre que se situent les travaux que nous nous proposons de développer ici. Il s'agit de l'élaboration par une stratégie de type «bottom-up» d'une nouvelle phase intermétallique de composition  $Ag_3Sn$  pouvant se substituer à la brasure à base de plomb assurant l'interconnexion au sein des modules de puissance (point de fusion de 480°C). Dans un premier temps, des particules de tailles submicroniques (de quelques dizaines de nanomètres à 500 nm), de morphologie contrôlée et monodisperses ont été synthétisées par une technique de chimie douce: le procédé polyol [3-4]. Après une étape de déliantage, les poudres synthétisées ont été frittées par Spark Plasma Sintering. Les combinaisons des différents paramètres de mise en forme (température de palier, pression, rampe de montée en température...) ont conduit à l'élaboration de matériaux présentant des microstructures (densités relatives, taille des grains, nature des joints de grains...) variées. L'étude du comportement mécanique de ces matériaux (micro-dureté, densité, cisaillement et traction) en fonction de leurs caractéristiques microstructurales a été menée. Les propriétés de conduction thermique et électrique des massifs ainsi élaborés a permis de mettre en exergue l'influence de la nature de ces microstructures sur ces mêmes propriétés.

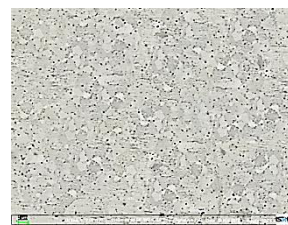


Density = 9.747  
RRR = 41.725

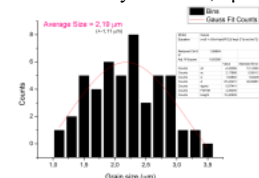
Density = 9.741  
RRR = 32.193

Density = 8.890  
RRR = 1.679

Density = 8.854  
RRR = 2.189



Taille moyenne = 2,2 μm



Conductivité Electrique en température d'une série d'échantillon  $Ag_3Sn$  fritté par SPS

Microstructure et joints de grains d'un échantillon  $Ag_3Sn$  fritté par SPS

## Références

- [1] J.B Lee, H.Y. Hwang, M.W. Rhee, "Reliability Investigation of Cu/In TLP Bonding ", Journal of Electronic Materials, vol. 44, no. 11, pp. 435-441, 2015.
- [2] Directive 2002/95/CE du Parlement Européen et du Conseil du 27 janvier 2003 [Décret no 2005-829 du 20 juillet 2005 relatif à la composition des équipements électriques et électroniques et à l'élimination des déchets issus de ces équipements.
- [3] F. Schoenstein, N. Jouni, P. Canaud, J.-M. Morelle, K.-L. Tan, F. Maroteaux. Formulation d'un composé intermétallique Ag-Sn. N° de dépôt du brevet FR1661461
- [4] P. canaud et al. *Synthesis of  $Ag_3Sn$  Submicrometer Particles via an Adapted Polyol Process in View of Their Use As Die-Attach Material in Power Modules*. Journal Of Electronic Materials 48 (2019) 4637-4646.

## Elaboration de céramiques $MgAl_2O_4$ par SPS : étude de l'influence des propriétés du précurseur

Hugo Spiridigliozzi<sup>1</sup>, Andrei Kanaev<sup>1</sup>, Eduard Feldbach<sup>2</sup>, Frédéric Schoenstein<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup> Université Paris 13, Sorbonne Paris Cité, Laboratoire de Sciences des Procédés et des Matériaux, CNRS UPR-3407, F-93430 Villetaneuse

<sup>2</sup> Institute of Physics, University of Tartu, W. Ostwaldi Str. 1, 50411, Tartu, Estonia

\*Corresponding author: frederic.schoenstein@univ-paris13.fr

### MOTS-CLES – $MgAl_2O_4$ ; Transparent ceramics ; Fine microstructure ; Reactive sintering

Cette étude porte sur l'élaboration, et plus particulièrement le frittage, ainsi que sur l'étude des propriétés de céramiques optiquement transparentes et luminescentes pour lesquelles des applications sont envisagées dans le domaine des détecteurs résistants aux rayonnements ionisants. Ces céramiques sont issues du frittage de spinelle de composition  $MgAl_2O_4$  présentant une taille de grains à l'échelle nanométrique. Dans cette étude, l'influence de la nature de la poudre précurseur sur les propriétés des matériaux denses obtenus a été étudiée. Trois précurseurs différents ont été consolidés : une poudre commerciale de  $MgAl_2O_4$ , une poudre de  $MgAl_2O_4$  synthétisée par chimie douce (procédé polyol) et un mélange stœchiométrique de  $MgO$  et  $Al_2O_3$  obtenu suite à l'imprégnation d'alumines ultra-poreuses par une solution de  $Mg(NO_3)_2$ . L'objectif dans ce dernier cas est de former la phase par frittage réactif. L'ajout d'un inhibiteur de croissance a également été étudié. Ces différentes voies ont conduit à l'obtention d'un mélange de précurseurs d'une grande homogénéité chimique. Les poudres ont été consolidées par Spark Plasma Sintering (SPS). Nous avons réalisé une étude paramétrée des étapes de frittage afin d'obtenir des céramiques massives denses avec des tailles de grains contrôlées dans les domaines submicroniques et micrométriques. Une fine structuration de ces céramiques, et plus particulièrement une forte densité des joints de grains sont nécessaires pour permettre la capture et la recombinaison de charges induites, conférant ainsi aux céramiques une résistance extrême à des radiations ionisantes de fortes intensités. On note que les composés monolithiques existants ne résistent pas bien à ce type de rayonnement et se fracturent rapidement.

Les conditions optimales de frittage (température, rampe de chauffe, temps de palier, pression appliquée) ont été recherchées pour chacun des précurseurs afin d'obtenir les propriétés microstructurales attendues. L'étude des propriétés optiques et de luminescence des céramiques élaborées a été réalisée et seront présentées.

### Remerciements

Ce travail a été réalisé dans le cadre du consortium EUROfusion et de la Fédération Française de Recherche pour la Fusion et a été financé par le recherche Euratom et le programme 2014-2018 en vertu de l'accord de subvention N°633053. Les opinions et points de vue exprimés ne reflètent pas nécessairement ceux de la Commission Européenne.

## Elaboration par frittage SPS d'échantillons d' $\text{UO}_2$ contenant des phases Cs et/ou Mo

Fabienne AUDUBERT<sup>a</sup>, Claire LE GALL<sup>a</sup>, Luca BALICE<sup>a</sup>, Marco COLOGNA<sup>b</sup>, Michael HOLHAUSER<sup>b</sup>

<sup>a</sup> CEA, DEN, DEC, Cadarache 13108 St Paul-lez-Durance cedex, France

<sup>b</sup> Commission Européenne, Joint Research Centre (JRC), 76125 Karlsruhe, Germany

**MOTS-CLES –  $\text{UO}_2$ , produits de fission, césium, molybdène, SIMFUEL**

Le développement de modèles de relâchement des produits de fission en situation d'accidents graves de réacteur nucléaire nécessite l'acquisition de données expérimentales sur la spéciation des produits de fission dans le combustible nucléaire. Pour cela des études sont menées sur l'élaboration de pastilles d' $\text{UO}_2$  denses contenant des composés à base de césium et/ou de molybdène afin d'étudier le relâchement de ces produits de fission en fonction de différentes conditions accidentelles (1). Récemment le frittage SPS a permis l'élaboration de pastilles denses d' $\text{UO}_2$  contenant du CsI (2). L'objectif de l'étude est d'utiliser le frittage SPS pour incorporer des composés à base de césium tels que  $\text{Cs}_2\text{MoO}_4$  ou  $\text{Cs}_2\text{U}_x\text{O}_y$ , en présence ou non de Mo ou  $\text{MoO}_3$ , et d'évaluer l'effet de ces additifs sur la frittabilité de l' $\text{UO}_2$ . Par ailleurs, la caractérisation chimique des composés en présence dans les pastilles a permis d'estimer le potentiel d'oxygène du système au cours du frittage SPS.

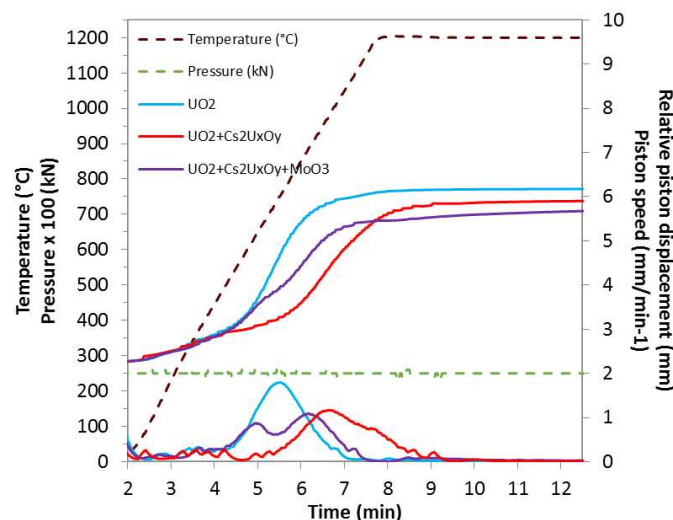


FIGURE 1 : Courbes de frittage  $\text{UO}_2$ ,  $\text{UO}_2 + 1,2\% \text{Cs}_2\text{U}_x\text{O}_y$ ,  $\text{UO}_2 + 1,2\% \text{Cs}_2\text{U}_x\text{O}_y + 0,3\% \text{MoO}_3$

### Références

- (1) C. Le Gall, Contribution à l'étude du relâchement des produits de fission hors de combustibles nucléaires en situation d'accidents grave, Thèse Université Grenoble-Alpes, 2018.
- (2) T. Wangle et al., Simulated  $\text{UO}_2$  fuel containing CsI by SPS, JNM, vol. 466, pp 150-153, 2015.

# Métamatériaux à base de matériaux céramiques ultraréfractaires

Aurélie JULIAN-JANKOWIAK<sup>1\*</sup>, Jean-François JUSTIN<sup>1</sup>, Patrick BOUCHON<sup>2</sup>

<sup>1</sup> DMAS-ONERA, Université Paris-Saclay, F-92322 Châtillon, France

<sup>2</sup> DOTA-ONERA, Université Paris-Saclay, F-91123 Palaiseau, France

## MOTS-CLES – UHTC, électromagnétisme, métamatériaux

Le domaine des métamatériaux optiques a connu un essor considérable depuis une quinzaine d'années, et il a été démontré qu'il était possible de les utiliser pour modifier à loisir l'émissivité d'une surface. Cependant, les matériaux classiquement utilisés en nanophotonique ont des températures de fusion qui se situent en général dans la gamme [1000-1500 K] (métaux nobles et diélectriques usuels). L'objectif de cette étude est donc de développer des métamatériaux à base de matériaux céramiques ultraréfractaires pouvant fonctionner à haute température [1,2], pour contrôler la signature infrarouge d'objets chauds. Pour ce faire, une première étape consiste à élaborer et caractériser des matériaux ultraréfractaires modèles afin de mieux connaître leur comportement électromagnétique afin de pouvoir le prendre en compte lors de la conception ultérieure des métamatériaux.

Des matériaux ultraréfractaires tels que ZrC, HfC, ZrB<sub>2</sub> et HfB<sub>2</sub> ont été frittés par Spark Plasma Sintering à l'Onera. Dans un premier temps, les efforts se sont portés sur l'influence des paramètres liés au procédé et de la préparation des poudres (broyage...), sur la densification et la microstructure des matériaux élaborés afin de pouvoir les contrôler plus efficacement. La microstructure est caractérisée par imagerie MEB, analyse d'image et diffraction des rayons X. Les premiers résultats indiquent des taux de densification très satisfaisants (>98%) pour des températures de frittage supérieures à 2000°C. Enfin, des caractérisations thermiques, optiques et mécaniques, notamment des mesures de diffusivité, d'émissivité, de dilatation et de flexion sont en cours.

## Références

- 1 E. Wuchina, E. Opila, M. Opeka, W. Fahrenholtz, I. Talmy, UHTCs: ultra-high temperature ceramic materials for extreme environment applications, The Electrochemical Society Interface 16 (2007)
- 2 J.F. Justin & A. Julian-Jankowiak, Ultra high Temperature Ceramics: Densification, Properties and Thermal Stability, Aerospace Lab Journal 3 (2011)

# Modélisation électrothermique du frittage de formes complexes par Spark Plasma Sintering

Antoine VAN DER LAAN<sup>1,2</sup>, Romain EPHERRE<sup>2</sup>, Claude ESTOURNES<sup>1</sup>

<sup>1</sup> CIRIMAT, Université de Toulouse, CNRS, France

<sup>2</sup> NORIMAT, France

## MOTS-CLES : SPS – Simulation numérique – Formes complexes – Modélisation électrothermique – Résistances de contact

Le Spark Plasma Sintering (SPS) est une méthode efficace de consolidation de poudre qui permet la production de matériaux denses avec une microstructure contrôlée. En 2015, C. Manière et al. ont permis de lever le verrou de l'élaboration de formes complexes par SPS [1]. Cette technique, brevetée et appelée « Mobilint », repose sur l'utilisation d'une interface mobile entre la pièce à densifier et un matériau sacrificiel [2]. En vue d'une industrialisation du procédé, une meilleure connaissance et maîtrise des mécanismes mis en jeu est nécessaire.

La simulation numérique est un outil efficace pour répondre à ces nouvelles problématiques et permet une meilleure compréhension du processus de frittage SPS. Une analyse par éléments finis, basée sur un modèle initialement développé au CIRIMAT [3], a été mise en place afin de simuler le frittage de formes simples (pastilles) mais également de formes complexes (technique « Mobilint »).

Une analyse paramétrique a permis d'identifier les résistances de contact comme étant un paramètre clé à l'obtention d'une modélisation précise et robuste. Afin de mieux correspondre aux données expérimentales, une nouvelle approche des contacts électrothermiques basée sur une double identification courant/température a été développée. Cette méthode a permis de prédire efficacement le comportement électrothermique de différents matériaux (i : alumine et ii : intermétallique aluminure de titane), différents diamètres de pastille et une forme complexe.

Cette nouvelle approche a permis de parfaire la modélisation qui a pu être utilisée en tant qu'outil prédictif afin d'améliorer la compréhension du procédé de fabrication de forme complexe par SPS. Elle a donc facilité l'obtention de pièces complètement denses avec une géométrie maîtrisée en déterminant des conditions de frittage et une configuration initiale optimisées.

## Références

- [1] : C. Manière et al. / Powder Technology 320 (2017) 340–345
- [2] : C. Estournès, C. Manière, L. Durand. WO 2017/077028 A1 - Use of a deformable interface for the production of complex parts. 2015.
- [3] : C. Manière. Spark plasma sintering : couplage entre les approches : modélisation, instrumentation et matériaux. Matériaux. Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2015. Français

## ***Résumés du vendredi matin***

### ***Procédés SPS et mécanismes***



## Cinétique et mécanismes microscopiques de densification par SPS de systèmes métalliques fragile (TiAl) et ductile (Ni)

Zofia TRZASKA<sup>1</sup>, Jean-Philippe MONCHOUX<sup>2</sup>, Alain COURET<sup>2</sup>, Marc THOMAS<sup>3</sup>

<sup>1</sup> ICMPE-CNRS UMR 7182, 2-8, rue Henri Dunant, 94320 Thiais

<sup>2</sup> CEMES-CNRS UPR 8011, 29, rue Jeanne Marvig, BP 94347, 31055 Toulouse cedex

<sup>3</sup> ONERA, 29 Avenue de la Division Leclerc, 92322 Châtillon Cedex

**MOTS-CLES – Microstructure ; Dislocations ; Lois de comportement ; TiAl ; Ni ; MET.**

Dans le but de maîtriser l'élaboration de pièces métalliques de formes complexes par SPS, il est nécessaire de comprendre l'influence de la loi de comportement thermo-mécanique des poudres sur la cinétique de densification. Nous nous sommes donc intéressés à deux types de métaux emblématiques de comportements fragile et ductile, les systèmes TiAl et Ni. Pour chacun, nous avons déterminé le comportement mécanique des poudres à différentes contraintes et températures. Dans le cas de TiAl, une comparaison avec le matériau massif a été effectuée. L'investigation par MET des mécanismes microscopiques de plasticité impliqués a permis d'interpréter les différences de comportement entre ces deux systèmes. La cinétique de densification calculée à partir de modèles existants a permis de reproduire avec une bonne précision les résultats expérimentaux. Néanmoins, nous montrons que le comportement thermo-mécanique dépend fortement de paramètres tels que la taille de grains cristallins ou encore la sous-structure de dislocations (Fig. 1). Ces exemples montrent qu'il est crucial de maîtriser la microstructure de la poudre pour modéliser correctement la densification.

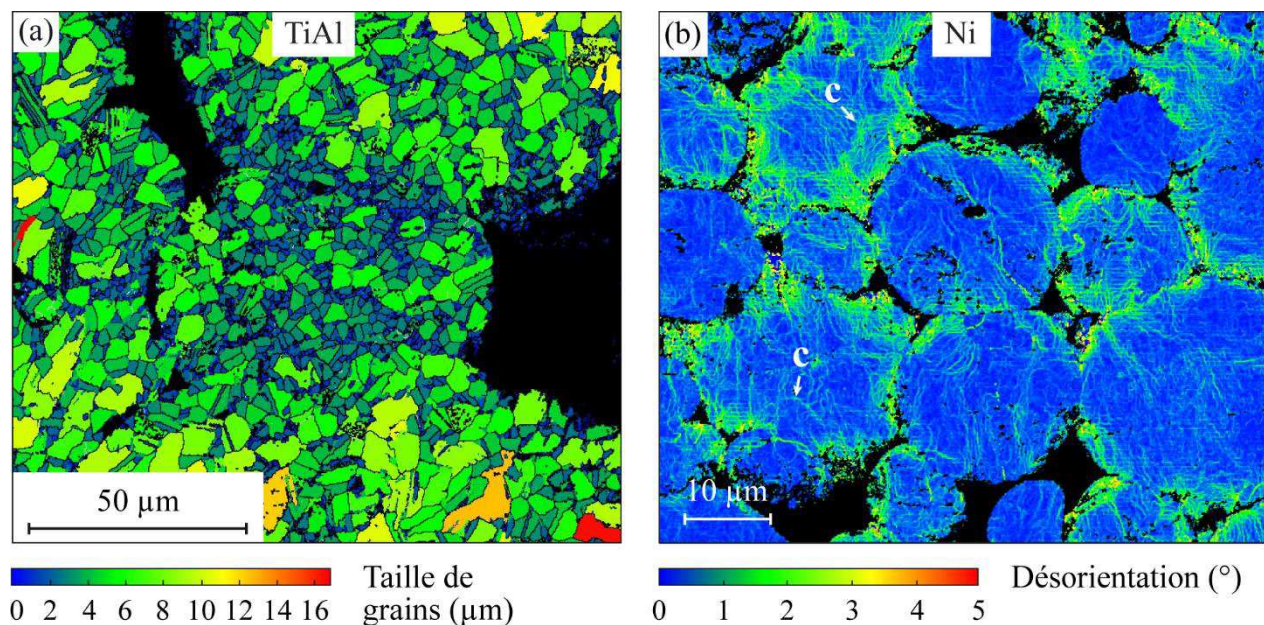


FIGURE 1. Cartographies EBSD de microstructures de poudres de TiAl et de Ni en cours de densification par SPS. Noter l'affinement des grains cristallins de la particule de TiAl fortement déformée au centre de l'image (a), et la formation de cellules de dislocations (repérées par la lettre c) dans les particules de Ni (b).

# Effet des hautes pressions sur le frittage par courant pulsé d'une poudre TiO<sub>2</sub> anatase

Alexandre Verchère<sup>1</sup>, Sandrine Cottrino<sup>3</sup>, Sylvie Le Floch<sup>2</sup>, Gilbert Fantozzi<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Institut de Recherches sur la Catalyse et l'Environnement de Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, Lyon, France

<sup>2</sup> Institut Lumière Matière, Université Claude Bernard Lyon 1, Lyon, France

<sup>3</sup> MATEIS, Insa-Lyon, Lyon, France

**MOTS-CLES – Hautes pressions, grossissement de grains, mécanisme de densification, frittage par courant pulsé, rutile**

Il a très souvent été montré que l'application d'une pression (< 100MPa) durant le frittage permettait d'amorcer les mécanismes de densification à de plus faibles températures et d'obtenir ainsi des microstructures avec des grains plus fins que lors d'un frittage sans contrainte. Toutefois, les travaux de Barak Ratzker [1], portant sur le frittage de l'alumine par SPS sous très hautes pressions (500 à 800MPa), montre que l'application de fortes pressions engendrait des phénomènes de glissements, des déformations superplastiques aux joints de grains entraînant la coalescence des grains et donc un grossissement des grains pour un même état de densification.

Dans ce travail portant sur le frittage d'une nanopoudre de TiO<sub>2</sub> anatase, nous avons pu montrer que l'application de très hautes pressions (76 à 400MPa) permettait d'amorcer à de plus faibles températures les différents mécanismes (densification et changement de phase) mais également d'accélérer les cinétiques, permettant ainsi de dissocier les différents phénomènes. Comme observé dans les travaux de Ratzker [1], l'application de très hautes pressions implique un grossissement des grains de TiO<sub>2</sub> de 50nm à 247 nm pour un même état de densification, soit des grains 5 fois plus gros à 400MPa qu'à 76MPa.

## Référence

[1] Bark Ratzker, et al. "Stress-enhanced dynamic grain growth during high-pressure spark plasma sintering of alumina", Acta Materialia, Volume 164, 1 February 2019, Pages 390-399

## Cool-SPS: a versatile and efficient approach among low temperature sintering methods

Michaël JOSSE<sup>1,\*</sup>, Flora MOLINARI<sup>1</sup>, Liza EL KHOURY<sup>1</sup>,  
 Thomas HÉRISSEON DE BEAUVOIR<sup>1</sup>, Catherine ELISSALDE<sup>1</sup>,  
 Dominique MICHAU<sup>1</sup>, U-Chan CHUNG<sup>1</sup>, Mathieu MARCHIVIE<sup>1</sup>

<sup>1</sup> ICMCB, UB, CNRS, UMR 5026, Pessac, France / \*michael.josse@icmcb.cnrs.fr

**MOTS-CLES -- Cool-SPS ; Sustainable Materials and Processes; Thermodynamically Fragile Materials ; Ferroics, Spin Crossover Materials, Molecular Ceramics.**

The use of materials requires the control of their shaping (dense or porous materials, spherical or anisotropic particles...), which is frequently achieved through the preparation of ceramics by conventional, high temperature sintering. Ferroic materials are no stranger to these requirements, being mostly used as ceramics, the quality of which is crucial. In this view, Spark Plasma Sintering (SPS) is a particularly efficient densification method, initially dedicated to refractory materials, that allows for the elaboration of many types of high-quality ceramics. SPS has proven extremely versatile concerning the chemical nature of the processed materials, especially in the realm of inorganic compounds. This contribution aims at highlighting the Cool-SPS approach [1], which allows efficient sintering at low temperature by balancing SPS processing parameters such as pressure, and also mobilizing chemical reactivity. The proof of concept of Cool-SPS will be presented, highlighting the expected and unexpected benefits of the approach [2], and possibly the complexity of some underlying sintering mechanisms [3]. A preliminary account of the densification of classic ferroelectrics by Cool-SPS will follow, as well as a brief account on the elaboration of functional molecular ceramics. Finally, the broad potential of Cool-SPS will be

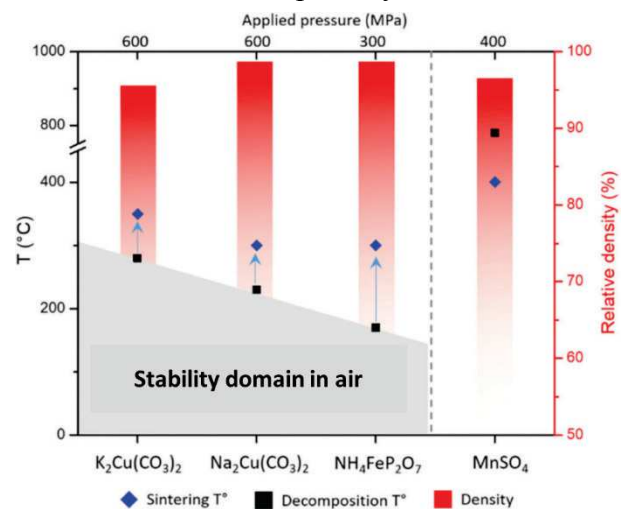


FIGURE 1: Cool-SPS Proof of Concept [1]

presented, highlighting very low temperature sintering, processing of hydrates [3]. In addition, a remarkable result, obtained under C. Elissalde's impulse, will be highlighted [4]. To conclude, the complementarity of Cool-SPS will be discussed with respect to others low temperature sintering methods, as well as the opportunities to develop more sustainable materials and processes..

## Références

- [1] T. Hérisson de Beauvoir et al, [J. Mater. Chem. C, 2018, 6, 2229-2233](#)
- [2] T. Hérisson de Beauvoir et al, [Ceramics International, 2019, 45\(7B\), 9674-9678](#)
- [3] T. Hérisson de Beauvoir et al, [J. Eur. Ceram. Soc., 2018, 38\(11\), 3867-3874](#)
- [4] C. Elissalde et al, Scripta Mater., [Scripta Materialia, 2019, 168, 134-138](#)

## Mécanismes de densification de frittage SPS d'une nanopoudre de Ho:Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Lucas Viers<sup>1,2</sup>, Rémy Boulesteix<sup>1,2</sup>, Alexandre Maître<sup>1,2</sup>, Véronique Jubera<sup>3</sup>,  
Jean-Marc Heintz<sup>3</sup>, Eric Cormier<sup>4</sup>

1 IRCER UMR 7315, 12 rue Atlantis, 87068, LIMOGES

2 LCTL, 12 rue Atlantis, 87068, LIMOGES

3 ICMCB, 87 Avenue du Dr Albert Schweitzer, 33600, PESSAC

4 CELIA, 351 Cours de la Libération, 33405 TALENCE

### MOTS-CLES – Frittage SPS, mécanismes, nanopoudres, céramiques transparentes, laser

Le projet MISTRAL (Nouvelle Aquitaine 2017-2020) est une collaboration scientifique entre les laboratoires IRCER, ICMCB et CELIA. L'objectif est de développer de nouvelles céramiques transparentes pour des applications lasers haute puissance dans l'infrarouge moyen (2 μm). Les matrices étudiées sont diverses, allant de composés connus comme le YAG ou encore des matrices peu étudiées avec notamment les sesquioxides de terres rares, dont l'oxyde de lutétium Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. L'ion dopant sera l'holmium du fait de son émission laser à 2 μm.

Actuellement, la littérature offre de nombreuses connaissances sur le système Ho:YAG [1]. En revanche, les recherches menées sur Ho:Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sont très peu nombreuses [2] du fait de l'émergence récente de cette nouvelle matrice. Ce composé offre pourtant un potentiel laser intéressant car il possède une meilleure conductivité thermique que le YAG, propriété importante lors des essais lasers. Il est cependant très réfractaire avec une température de fusion très élevée (2450 °C contre 1950 °C pour le YAG). Des techniques de frittage sous charge seront donc nécessaires. Le frittage Flash par SPS offre l'avantage de produire des pièces en peu de temps (1h) avec un grossissement granulaire faible. Les travaux dans le cadre du projet MISTRAL visent à mettre en évidence les mécanismes mis en jeu lors de la phase densifiante du frittage d'une poudre nanométrique (de 60 à 95 % de densité relative) dans le but de comprendre le rôle de certains paramètres comme la contrainte appliquée ou la composition. Cette présentation décrira plus en détails le contexte du projet, la partie concernant la synthèse chimique des nanopoudres, qui seront utilisées pour l'étude des mécanismes de frittage SPS en utilisant l'approche de Bernard-Granger [3].

### Références

[1] W.X. Zhang et al. , Fabrication, properties and laser performance of Ho: YAG transparent ceramic, *Journal of Alloys and Compounds*, 506 (2010), pp. 745-748.

[2] W. Kim et al. , Laser oscillation from Ho<sup>3+</sup> doped Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ceramics, *OPTICAL MATERIALS EXPRESS* 919, Vol.3 No. 7 (2013).

[3] G. Bernard-Granger et al. , Densification mechanism involved during spark plasma sintering of a codoped α-alumina material: Part I. Formal sintering analysis, *Journal of Materials Research*, Vol. 24, Issue 1 (2009), pp. 179-186.

## Frittage SPS de poudres pour aimants NdFeB : Optimisation des propriétés magnétiques.

David SOURIOU <sup>1</sup>, Pierre BERNSTEIN <sup>1</sup>, Christelle BILOT <sup>1</sup>, Jérôme LECOURT <sup>1</sup>, Sylvain MARINEL <sup>1</sup>, Sophie RIVOIRARD <sup>2</sup> et Jacques NOUDEM <sup>1</sup>.

<sup>1</sup>Normandie Univ, ENSICAEN, UNICAEN, CNRS, CRISMAT, 14000 Caen, France ; <sup>2</sup>Université Grenoble Alpes, CNRS, Institut Néel, Grenoble, France.

**MOTS-CLES – frittage SPS, NdFeB, champ coercitif, pré-orientation, aimantation.**

Les aimants de terres rares, et en particulier de type TRFeB (TR=Nd, Pr, Dy) sont des composants essentiels pour les téléphones portables, les disques durs et les moteurs électriques. Face aux demandes croissantes de ce type d'aimant, l'obtention d'aimants de seconde vie issus des gisements urbains fait l'objet de plusieurs travaux de recherche. L'objectif de cette étude est de montrer la faisabilité du frittage non-conventionnel par SPS (Spark Plasma Sintering) de matériaux Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B (NFB) recyclés et d'optimiser les propriétés magnétiques.

Au préalable à la mise en œuvre du SPS sur des poudres issues du recyclage, différentes températures de frittage sont expérimentées sur une poudre commerciale de NFB afin de comprendre le comportement au frittage et d'identifier les mécanismes de densification mis en jeu. Les échantillons sont analysés à l'aide d'un magnétomètre afin d'identifier les valeurs de l'aimantation à saturation Ms, de l'aimantation rémanente Mr, du champ coercitif Hc et du produit énergétique maximal BH<sub>max</sub>. L'évolution des propriétés magnétiques en fonction de la température est corrélée aux résultats d'autres caractérisations (DSC, DRX, EDS...). Le meilleur cycle de frittage est alors appliqué sur des poudres recyclées, obtenues par décrépitation d'aimants massifs, et tamisées afin d'étudier l'influence de la granulométrie sur les propriétés magnétiques.

Une pré-orientation des grains sous un champ magnétique de 7T suivie du cycle de frittage permet de développer l'anisotropie magnétique au sein des aimants ainsi obtenus. Cela a permis de mesurer des gains d'aimantation rémanente allant de +8% pour la poudre commerciale à +42% pour la poudre recyclée par rapport à un aimant isotrope (non orienté) .

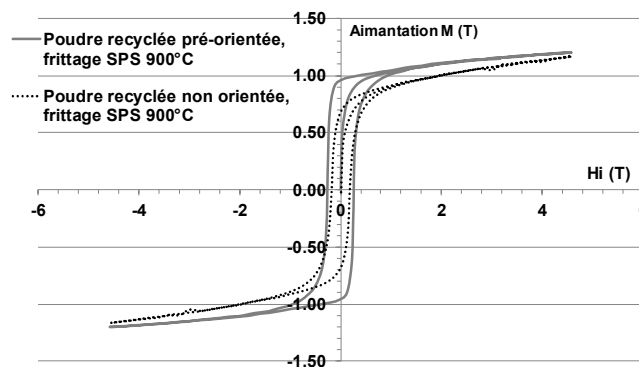


FIGURE 1 : Cycles d'hystérésis intrinsèques d'échantillons NFB frittés – pointillé : poudre recyclée sans pré-orientation ; trait plein : poudre recyclée pré-orientée sous 7T

## Effect of different types of pulse waveform on SPS

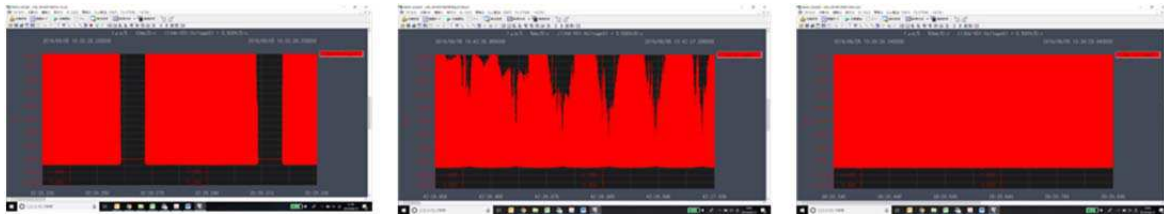
Tomoko Yokozawa

SUGA Co., Ltd.

**KEYWORDS – SPS ; PECS ; ON/OFF Pulse ; Pulse Waveform ; Characteristics of Sintered Compact ; Continuous DC**

Characteristics of sintered compact has been studied by many researchers applying various sintering conditions (temperature, heat-up speed, holding time, pressure, ON/OFF pulse ratio, etc.) This study shows effect of different pulse waveform on the characteristics of sintered compact. Following 3 types of pulse waveform will be compared.

- 1) ON/OFF pulse (PWM control waveform of commonly used Inverter/IGBT)
- 2) Continuous DC (pattern without 'OFF' of ON/OFF pulse waveform)
- 3) Single phase full wave rectification (rectificated DC waveform which is converted into positive side from minus side of single phase waveform)



## Références

Zhijian Shen, Spark Plasma Sintering of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Jurnal of American Ceramics Society, Vol. 85, No.8, 1921-27 (2002)

U. Anselmi-Tamburini, Fast low-temperature consolidation of bulk nano metric ceramic materials, Scripta Materialia, Vol. 54, 823-828 (2006)

Kazuyuki Kakegawa, Development of Materials by SPS, Journal of the Society of Inorganic Materials, Japan 13, 157-164 (2006)

Koji Morita, Fabrication of Transparent Ceramics Polycrystals by means of SPS, The Japan Institute of Metals and Materials, Vol. 53, No.1 (2014)

***Résumés du vendredi après-midi***

***Nanopoudres et matériaux céramiques***

## **Bulk silicon carbide and silicon nitride-based ceramics coupling precursor chemistry and flash sintering**

M. Balestrat<sup>1</sup>, A. Lale<sup>1</sup>, O. Hanzel<sup>2</sup>, P. Šajgalík<sup>2</sup>, Z. Lenčes<sup>2</sup>, F. Rossignol<sup>1</sup>, S. Bernard<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup> *Univ. Limoges, CNRS, IRCER, UMR 7315, F-87000, Limoges, France.*

<sup>2</sup> *Institute of Inorganic Chemistry, Slovak Academy of Sciences, Ceramics Department, Slovakia*

\* *Corresponding author: [samuel.bernard@unilim.fr](mailto:samuel.bernard@unilim.fr)*

Keywords: Polymer-Derived Ceramics, nanocomposites, sintering

Silicon-based non-oxide ceramics (SiC, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) have attracted much attention, primarily due to their good mechanical and chemical properties, and also their reliability at room and elevated temperatures. They have great potential for many industrial uses as engineering components. The addition of a second ceramic (nano)phase to SiC or Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> leads to materials which promise applications in many fields and offer solutions for most of the market demands. However, the preparation of these materials is still a challenging task according to the fact that the conventional processes unavoidably lead to size and structure inhomogeneities of the different phases and presence of impurities which affect the properties. In the present communication, we report the crosslinking chemistry of polycarbosilanes and polysilazanes with Lewis acid-base complexes and organometallic species. Then, the precursors were pyrolyzed into amorphous powders to be sintered by flash sintering including SPS (Spark Plasma Sintering) and RHP (field assisted sintering technology (rapid hot-pressing, RHP)) without sintering additives and form dense pieces in the Si-B-C(N) and Si-Ti-N systems. In this presentation, the chemistry behind the preparation of powders will be briefly described before investigating the properties of the final ceramics. The latter have been fully characterized and in particular their functionality will be discussed.



# Influence des précurseurs et de dopants sur la microstructure des phases MAX élaborées par SPS

Aurélien JULIAN-JANKOWIAK<sup>1</sup>, Ksénia PIVEN<sup>2</sup>, Sidonie MELLAC<sup>2</sup>,  
Gilles HUG<sup>2\*</sup>

<sup>1</sup> DMAS-ONERA, Université Paris-Saclay, F-92322 Châtillon, France

<sup>2</sup> LEM, ONERA-CNRS, Université Paris-Saclay, F-92322 Châtillon, France

**Mots clés : Phase MAX, Ti<sub>2</sub>AlC, dopant, oxydation**

Depuis quelques années, les phases MAX suscitent l'intérêt en raison de leurs propriétés situées entre les métaux et les céramiques. Ces matériaux possèdent, d'une part comme les métaux, d'excellentes résistances aux chocs mécaniques et thermiques, de fortes conductivités électriques et thermiques, une bonne usinabilité, et d'autre part, comme les céramiques, de faibles densités, de hauts modules, des résistances mécaniques élevées et de faibles coefficients de dilatation thermique<sup>1</sup>. Les phases MAX sont, en raison de leurs bonnes propriétés mécaniques et de leur résistance à l'oxydation, actuellement étudiées pour améliorer les performances des turbomachines. Ces matériaux peuvent être envisagés sous forme de monolithes ou de revêtements, chaque cas répondant à un cahier de charges particulier.

Dans ce contexte, l'ONERA travaille depuis quelques années sur la synthèse et la caractérisation de phases MAX du système Ti-Al-C qui présentent des propriétés spécifiques attractives<sup>1-3</sup>. L'objectif de cette étude est d'étudier l'influence de différents précurseurs sur la microstructure de phases MAX Ti<sub>2</sub>AlC élaborées par Spark Plasma Sintering. Des mélanges de Ti/Al/TiC et Ti/TiAl/TiC ont ainsi été préparés puis frittés entre 1200 et 1400°C et de 5 à 15 min. La poudre de TiAl a été obtenue à partir de l'atomisation d'un barreau de composition TiAl pure. L'introduction de TiAl permet d'une part d'éviter la fusion de l'aluminium et de diminuer son évaporation et d'autre part, de réduire le nombre de réactions intermédiaires. Les réactions et composés intermédiaires ont été identifiés par ATG ainsi que par des caractérisations sur des matériaux élaborés à des températures intermédiaires. Les caractérisations microstructurales confirment l'intérêt de partir de TiAl et mettent en évidence des températures de formation et de décomposition de Ti<sub>2</sub>AlC différentes en fonction des précurseurs. Enfin, dans une deuxième partie, le dopage au Nb a été évalué ainsi que son apport sur la résistance à l'oxydation.

## Références

1. Barsoum, M. W. *MAX Phases : Properties of machinable ternary carbides and nitrides*. (Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2013).
2. Julian-Jankowiak, A. & Hug, G. Matériaux en cermet et procédé de fabrication de tels matériaux. (2015).
3. Julian-Jankowiak, A. & Sallot, P. Microstructure and mechanical properties of Nb<sub>4</sub>AlC<sub>3</sub> MAX phase synthesized by reactive hot pressing. *Ceram. Int.* **44**, 16314–16324 (2018).

# Comment le frittage SPS d'oxydes piézoélectriques sans plomb $(K,Na)(Nb,Ta)O_3$ influence-t-il la microstructure, les défauts et les propriétés ?

Isabelle MONOT-LAFFEZ, Vinh TA PHUOC, Richard RETOUX<sup>2</sup>, Micka BAH, Fabien GIOVANNELLI.

GREMAN, laboratoire de Microélectronique, Matériaux, Acoustique et Nanotechnologie, UMR 7347, Université de Tours, CNRS, INSA CVL, 37 000 TOURS.

<sup>2</sup>CRISMAT, Laboratoire de Cristallographie et Sciences des Matériaux, UMR6508, Normandie Univ, ENSICAEN, UNICAEN, CNRS, 6 Bd Maréchal Juin, F-14050 Caen 4, France.

**MOTS-CLES – oxydes piézoélectriques, céramiques KNN, défauts, conductivité, MEB-TEM.**

Les dérogations successives aux directives RoHS et REACH accordées aux matériaux contenant du plomb (PZT) et largement utilisés dans de nombreuses applications piézoélectriques et électroniques, arrivent à leur terme (2021). Il est urgent de proposer aujourd'hui des matériaux alternatifs pour remplacer ces composés. Parmi les candidats potentiels, le système à base de  $(K,Na)NbO_3$  s'est révélé très prometteur mais s'est aussi heurté à des propriétés versatiles dues à la volatilisation des alcalins (Na et K) ainsi qu'à la difficulté à obtenir des céramiques très denses. De multiples études ont été basées sur des substitutions et des dopages complexes pour améliorer les propriétés. De bons résultats en terme de couplage électromécanique et constante diélectrique ont été obtenus sur des compositions simples  $K_{0,5}Na_{0,5}NbO_3$  et  $K_{0,5}Na_{0,5}Nb_{0,8}Ta_{0,2}O_3$  (abrégées KNN, KNNTa) frittées par Spark Plasma Sintering, densifiée à plus de 97%. (Ref).

Cette technique de frittage, encore peu employée sur les oxydes nécessite un recuit post frittage sous air ou sous oxygène pour retrouver un bon isolant électrique et éliminer le carbone résiduel provenant des matériels de frittage.

Cependant une grande inconnue à ce jour est le mécanisme réel du frittage de ces composés et son influence sur l'état structural et microstructural des céramiques avant et après recuit post frittage. Ainsi, l'observation et la caractérisation de la cristallinité et de l'ensemble des défauts observables dans les grains, ainsi que les structures des joints de grains sont un champ d'investigation pratiquement vierge sur les céramiques KNN frittées par SPS. C'est l'objet de cette étude qui sera présenté, pour mieux comprendre et corrélérer la microstructure et les propriétés électriques / piézoélectriques de ces céramiques oxydes.

## Références

M. Bah, N. Alyabyeva, R. Retoux, F. Giovannelli A. Ruyter, I. Monot-Laffez, "Investigation of the domain structure and hierarchy in (011) lead-free  $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$  single crystals", Royal Ceramic Society Advances, Vol. 6, pp. 49060–49067, 2016.

F. Jean, F. Schoenstein, M. Zaghrioui, M. Bah, P. Marchet, J. Bustillo, F. Giovannelli, I. Monot-Laffez, Composite microstructures and piezoelectric properties in tantalum substituted lead-free  $K_{0,5}Na_{0,5}Nb_{1-x}Ta_xO_3$  ceramics, Ceramics International 44, 9463-9471, 2018.

# Optimisation par procédé SPS de céramiques ou MEMS piézoélectriques imprimés : avantages d'une couche protectrice.

U-C. CHUNG<sup>1</sup>, I. RUA-TABORDA<sup>1,2</sup>, H. DEBEDA<sup>2</sup>, C. ELISSALDE<sup>1</sup>

<sup>1</sup>CNRS, Université de Bordeaux, ICMCB, UMR-5026, 33600 Pessac, France

<sup>2</sup>Université de Bordeaux, Laboratoire IMS, 33405 Talence, France

**MOTS-CLES – PZT, carbonates, graphite, acier, sérigraphie, SPS, piézoélectrique.**

Le choix du procédé de fabrication de céramiques piézoélectriques à base de PZT est crucial pour la facilité de mise en œuvre et par rapport au bilan énergétique et au coût. Il reste de plus déterminant du point de vue de la densification et donc des propriétés piézoélectriques. L'association de la technique additive de sérigraphie et le SPS s'avère particulièrement prometteuse pour fritter en une seule étape et à plus basse température, des couches épaisses de PZT sur substrat métallique pour des MEMS (MicroElectroMechanical Systems). A ce jour, peu de travaux présentent le frittage par SPS de multicouches pour des applications en microélectronique et les problématiques rencontrées sont principalement liées aux interfaces [1,2]. Le frittage par SPS comporte habituellement un recuit postérieur de plusieurs heures à des températures supérieures à 800°C. Dans le cas particulier du PZT ce recuit est crucial pour retrouver les bonnes propriétés électromécaniques, mais les températures utilisées dépassent les 1000°C [3]. Nous montrerons ici l'efficacité de l'utilisation d'une couche protectrice de carbonate permettant de s'affranchir du recuit tout en gardant des bonnes propriétés piézoélectriques des céramiques (Fig.1a, b). Enfin, le transfert du procédé de frittage vers des couches de PZT sérigraphiées sur substrat acier sera présenté (Fig. 1c) [4].

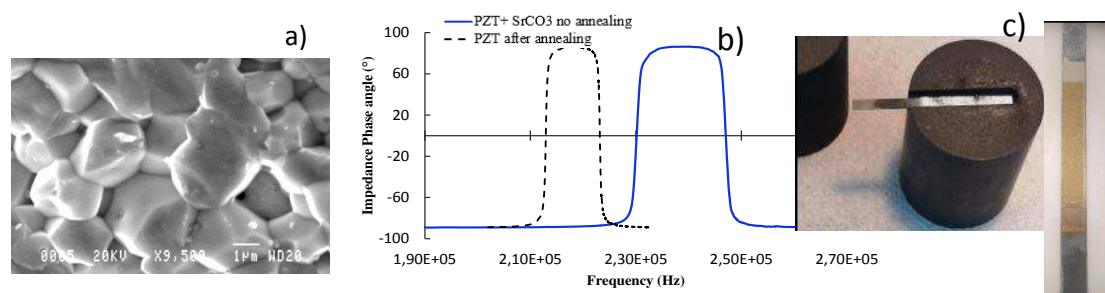


Figure 1: SEM and impedance measurement of PZT sintered with SrCO<sub>3</sub> (no annealing) (a,b) adapted SPS mold for printed Au/PZT/au/SS multilayer (c) [4]

## Références

- <sup>1</sup>Mercier A et al. "Spark Plasma Sintering Co-Sintered Monolithic Transformers for Power Electronics", *IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS*, Vol. 52, NO. 5, May 2016 8400404
- <sup>2</sup>Fang M et al., "Fabrication of Cu/PZt functionally graded actuators by spark plasma sintering" Materials Science Forum, Vols 423-425, pp423-426 (2003)
- <sup>3</sup>Wu et al. Compositional fluctuation and dielectric properties of Pb(Zr<sub>0.3</sub>Ti<sub>0.7</sub>)O<sub>3</sub> ceramics prepared by spark plasma sintering, *Materials Letters*. Vol. 57, pp. 771–775 (2002)
- <sup>4</sup>H. Debéda et al. One step densification of printed multilayer by SPS: towards new piezoelectric energy harvester MEMS. Chapter 11 In *Spark Plasma Sintering: Current status, new developments and challenges* Elsevier (2019)

## **Influence du type de frittage sur les propriétés thermoélectriques de céramiques de titanates.**

Fabien GIOVANNELLI, Arturo PERALES SEGOVIA, Mustapha ZAGHRILOUI,  
Fabian DELORME

GREMAN, Université de Tours – CNRS - UMR7347, IUT of Blois, 15 rue de la chocolaterie,  
CS32903- 41029 BLOIS cedex, FRANCE

### **MOTS-CLES – Thermoélectricité, oxyde, pérovskite déficitaire.**

Le composé  $\text{SrTiO}_3$  est un matériau isolant dont la conductivité électrique peut être fortement augmentée par réduction ou substitution sur le site A ou B de la structure pérovskite [1]. En effet la conductivité électrique peut atteindre des valeurs élevées tout en conservant un coefficient Seebeck de l'ordre de la centaine de  $\mu\text{V K}^{-1}$  ce qui conduit un facteur de puissance thermoélectrique équivalent à celui des matériaux thermoélectriques de référence. Cependant sa conductivité thermique élevée ( $10$  à  $5 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$  de la température ambiante à  $1000 \text{ K}$ ) diminue l'efficacité thermoélectrique du matériau. La conductivité thermique de la pérovskite peut être diminuer en la rendant déficitaire sur le site A [2]. Dans ce travail, les propriétés thermoélectriques de la pérovskite déficitaire  $\text{La}_{0,66}\text{TiO}_3$  ont été étudiées. Dans un premier temps, les céramiques ont été obtenues par frittage conventionnel soit sous air suivi par un recuit sous  $\text{Ar}/\text{H}_2$  soit directement sous  $\text{Ar}/\text{H}_2$ . Dans ce cas, une structure déficitaire ordonnée est obtenue [3]. Dans un deuxième temps, les céramiques ont été frittée par SPS conduisant à une structure déficitaire désordonnée. Les conductivités thermiques sont équivalentes quelles que soient les conditions de frittage et proches de  $3 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$  de la température ambiante à  $1000 \text{ K}$ . Le facteur de puissance est multiplié par trois à haute température atteignant  $0,4 \text{ mW m}^{-1} \text{ K}^{-2}$ .

### **Références**

- Ohta, S., et al., "High-temperature carrier transport and thermoelectric properties of heavily La- or Nb-doped  $\text{SrTiO}_3$  single crystals". *Journal of Applied Physics* 97 (2005) 034106.
- Kovalevsky, A.V., et al., "Effect of A-Site Cation Deficiency on the Thermoelectric Performance of Donor-Substituted Strontium Titanate". *Journal of Physical Chemistry C* 118 (2014) 4596-4606.
- Abe, M. & Uchino K., "X-ray study of the deficient perovskite  $\text{La}_{2/3}\text{TiO}_3$ ". *Materials Research Bulletin* 9 (1974) 147-156.

## ***Résumés des posters***

## Développement de nouvelles céramiques moléculaires, à partir des matériaux à conversion de spin, par Cool SPS

Liza EL KHOURY<sup>1</sup>, Mathieu MARCHIVIE<sup>1</sup>, Michaël JOSSE<sup>1</sup>

<sup>1</sup>CNRS, Univ. Bordeaux, ICMCB, UMR 5026, F-33600 Pessac, France

**Mots-Clés : Cool-SPS, frittage à basse température, matériaux à conversion de spin, céramiques moléculaires fonctionnelles.**

Au cours des dernières décennies, le développement de nouveaux matériaux moléculaires à transition de spin a suscité un intérêt croissant des scientifiques dans le domaine des technologies de l'information et de la communication [1].

Ces composés ont la capacité de modifier leur état électronique sous l'effet d'une perturbation externe telle que la température, la pression ou la lumière, avec des conséquences importantes sur leurs propriétés structurales, magnétiques ou optiques, ce qui les rend attractifs pour des applications potentielles dans le domaine des capteurs, mémoires, moteurs moléculaires ou pigments intelligents. Récemment, l'efficacité du Cool-SPS (SPS = Spark Plasma Sintering) pour le frittage de matériaux fragiles à basse température a conduit à la première céramique moléculaire obtenue à l'ICMCB [2].

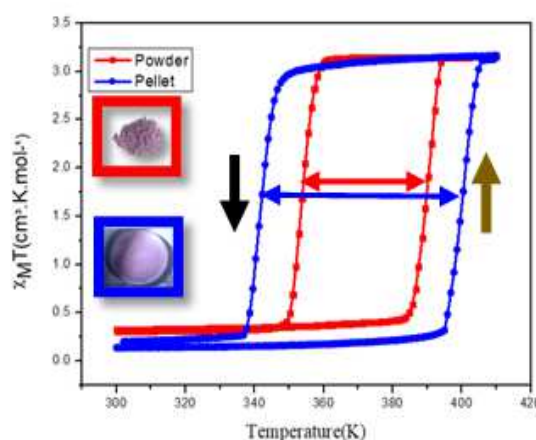


FIGURE 1 : Mesures magnétiques du  $[\text{Fe}(\text{Htrz})_2(\text{trz})](\text{BF}_4)$  avant et après frittage.

Les travaux en cours visent à développer de nouvelles céramiques moléculaires à partir de matériaux fonctionnels tels que les complexes à conversion de Spin (SCO). Cette mise en forme originale constitue une nouvelle opportunité pour établir des relations entre les microstructures obtenues, leurs propriétés physiques et leurs comportements de commutation. Le composé  $[\text{Fe}(\text{Htrz})_2(\text{trz})](\text{BF}_4)$  a été choisi comme matériau de départ en raison de la commutation de l'ion  $\text{Fe}^{2+}$  entre un état bas spin diamagnétique (LS,  $S = 0$ ) et un état haut spin paramagnétique (HS,  $S = 2$ ), avec une large hystérèse thermique ( $\sim 40$  K) supérieure à la température ambiante [3]. De plus, l'effet de la microstructure de ce composé sur les caractéristiques de conversion de spin est connu mais pas complètement compris [4, 5]. Dans ce travail, les premières céramiques moléculaires à partir de matériaux à conversion de spin développées par Cool-SPS seront présentées. L'influence des paramètres de frittage (température, pression, etc.) sur les propriétés structurales et morphologiques sera étudiée, ainsi que les conditions optimales de frittage pour produire des céramiques à haute densité. Enfin, les effets remarquables du frittage sur l'hystérèse thermique de la transition de spin (Figure 1), et sur les différents polymorphes stabilisés selon les conditions choisies, seront aussi mis en évidence.

### Références

- 1 Spin-Crossover Materials: Properties and Applications, 2013, John Wiley&Sons.
- 2 T. Hérisson de Beauvoir et al. J. Mater. Chem. C, 2018, 6, 2229-2233
- 3 J. Kröber et al, A. Chem. Mater. 1994, 6, 1404.
- 4 L. Moulet et al. Magnetochemistry 2016, 2 (1), 10.
- 5 A. Grosjean et al., Eur. J. Inorg. Chem., vol. 2016, no. 13–14, pp. 1961–1966, 2016;

# **Dispositif SPS Très Haute Pression, application aux céramiques transparentes (élaboration d'alumine transparente)**

Pascal MUNSCH<sup>a</sup>, Sylvie LE FLOCH<sup>b</sup>, Rémy BOULESTEIX<sup>a</sup>, Marion VANDENHENDE<sup>a</sup>, Yann Le GODEC<sup>c</sup>

<sup>a</sup> SPCTS, Université de Limoges, UMR CNRS 7315, 12, rue Atlantis, 87068 Limoges cedex, France

<sup>b</sup> ILM, Université Claude Bernard Lyon 1, UMR CNRS 5306, 10 rue Ada Byron, 69622 Villeurbanne cedex, France

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

**MOTS-CLÉS : SPS, très haute pression, céramiques transparentes, nanopoudre, frittage, presse Paris-Edimbourg**

Nous avons présenté lors des précédentes journées SPS organisées à Villetaneuse en 2017 un dispositif original qui permet d'étendre les pressions accessibles sur une machine SPS. En effet, bien que certains dispositifs puissent délivrer des forces assez élevées (250 kN par exemple sur la DR Sinter SPS-825 dont dispose l'IRCER à limoges), les résistances thermomécaniques des matériaux composant les matrices limitent les pressions maximales accessibles à hautes températures (200 MPa pour du graphite et 400 MPa pour du carbure de tungstène à 1000°C pour une matrice de diamètre 8 mm). Notre approche consiste à remplacer les matrices traditionnellement utilisées dans les SPS par un assemblage enclumes+joint habituellement employé dans les presses Paris-Edimbourg [1,2]. Ce nouveau montage permet d'atteindre des pressions de l'ordre de 2 GPa dans des conditions quasi hydrostatiques pour l'échantillon, le but étant de diminuer la température de frittage tout en conservant des cinétiques de densification élevées [3].

Nous présenterons lors de ces journées les céramiques transparentes obtenues par ce procédé à partir de nano poudres d'alumine. Une part importante de cette présentation sera également consacrée aux caractérisations physiques des frittés (densité, dureté, MEB, transmission optique).

## **Références**

[1] J. M. Besson, R. J. Nelmes, G. Hamel, J. S. Loveday, G. Weill and S. Hull, "Neutron powder diffraction above 10 GPa", *Physica B: Condensed Matter*, vol. 180, pp. 907-910, 1992.

[2] Y. Le Godec, M.T. Dove, S.A.T. Redfern, M.G. Tucker, W.G. Marshall, G. Syfosse, and S. Klotz, "Recent developments using the Paris-Edinburgh cell for neutron diffraction at high pressure and high temperature and some applications", *High Pressure Research*, vol. 23, no 3, pp. 281-287, 2003.

[3] U. Anselmi-Tamburini, J.E. Garay, Z.A. Munir, "Fast low-temperature consolidation of bulk nanometric ceramic materials", *Scripta Materialia*. 54 (2006) 823–828.

# Synthetic impact on structure-property relationships in the $\text{Ca}_{2-x}\text{Mn}_x\text{Ti}_2\text{O}_6$ quadruple perovskite system

Subhransu Subhasis BHOI<sup>a b</sup> Matthew SUCHOMEL<sup>a b</sup> Michael JOSSE<sup>a b</sup>

<sup>a</sup> University of Bordeaux, ICMCB, UMR 5026, 33600 Pessac, FRANCE

<sup>b</sup> ICMCB-CNRS UMR 5026, 33600 Pessac FRANCE

**MOTS-CLES – Quadruple perovskites, Cation Ordering, Synthesis, Dielectric, HPHT**

Pressure is a proven key parameter for stabilizing metastable phases in  $\text{ABO}_3$  perovskite type structures. Lately, a new class of complex perovskites called quadruple perovskites (QPv) have shown promise in providing interesting properties<sup>[1]</sup>. One member of the family is  $\text{CaMnTi}_2\text{O}_6$ , which displays ferroelectric character and can be synthesized by High Pressure High Temperature (HPHT) technique at 7 GPa<sup>[2]</sup>. A recent work<sup>[3]</sup> showed that the related composition  $\text{Ca}_{2-x}\text{Mn}_x\text{Ti}_2\text{O}_6$  ( $x=0.4$  to 0.6) can be synthesized by an SPS approach at much lower pressures (100 MPa). In our present study, we have explored the effect of different techniques (HPHT, SPS and HP-SPS) for synthesizing compositions in the  $\text{Ca}_{2-x}\text{Mn}_x\text{Ti}_2\text{O}_6$  system. We have examined the effect of varying synthetic parameters (pressure, temperature, SPS current *etc.*) on structure and A-site cation ordering in this class of QPv. Finally, the influence of structure, chemical ordering and composition on the physical properties (Dielectric permittivity *etc.*) is also investigated.

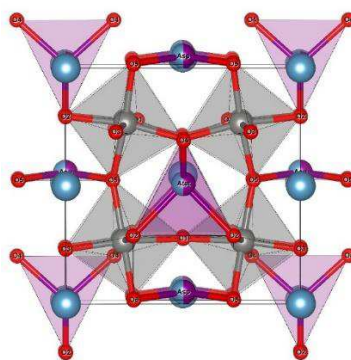


FIGURE 1: Schematic of  $\text{Ca}_{1.5}\text{Mn}_{0.5}\text{Ti}_2\text{O}_6$  structure. Grey and pink polyhedra Are  $\text{TiO}_6$ ,  $\text{MnO}_4$  respectively.

## Références

1. Belik, A. *Dalton Trans.* **47**, 3209–3217 (2018).
2. Aimi, A. *et al. Chem. Mater.* **26**, 2601–2608 (2014).
3. Li, Z. *et al. J. Am. Chem. Soc.* **140**, 2214–2220 (2018).



# Densification des CMM nanostructurés à partir d'alliage métastable des nanoparticules Ni-P : étude des propriétés mécaniques et magnétiques.

Mohamed Ali Bousnina<sup>1</sup>, Frédéric Schoenstein<sup>1</sup>, Silvana Mercone<sup>1</sup>, Leila-Samia Smiri<sup>2</sup>, Noureddine Jouini<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Université Paris XIII, Laboratoire des Sciences des Procédés et des Matériaux, LSPM, CNRS, UPR 3407, 99 Avenue J.B. Clément, 93430 Villetaneuse, France.

<sup>2</sup> Université de Carthage, Faculté des Sciences de Bizerte, Unité de Recherche Synthèse et Structure de Nanomatériaux UR11ES30, 7021 Jarzouna, Tunisie.

**MOTS-CLES -- Composite à matrice métallique (CMM) ; Frittage flash (SPS) ; Alliage métastable Ni-P ; Matériaux nanostructurés ; milieu polyol ; Propriétés mécaniques et magnétiques.**

Le frittage flash (SPS) est un procédé de consolidation non conventionnel, prometteur, de plus en plus utilisé permettant une densification presque totale de fines poudres céramiques ou métalliques pour des temps de cycles très brefs et des températures apparentes jusqu'à quelques centaines de degrés inférieures à celles nécessaires avec d'autres procédés de frittage [1]. Plusieurs travaux récents ont montré que le frittage flash peut également être utilisé comme procédé réactif (R-SPS) pour la préparation de matériaux denses nanostructurés [2-3]. Dans ce procédé, la synthèse et la densification sont réalisées en une seule étape.

Dans ce contexte, nous visons l'élaboration des Composites à Matrice Métallique (CMM) à base de nickel. Dans un premier temps, des alliages Ni-P métastables, sous forme de nanoparticules sphériques de taille allant de 50 à 220 nm, ont été élaborés en milieu polyol. Dans un second temps, le procédé R-SPS transforme ces alliages métastables en matériaux massifs nanostructurés où le nickel constitue la matrice et Ni<sub>3</sub>P est la phase de renforcement.

Dans ce travail, tout en gardant les mêmes conditions de frittage, nous étudions l'influence de la taille des nanoparticules de départ sur les propriétés mécaniques et magnétiques de CMM nanostructurés.

## Références

- [1] M. Nygren, "SPS Processing of Nano-Structured Ceramics" *Journal of Iron and Steel Research, International* vol. 14, no. 5, pp. 99-103, 2007.
- [2] R. Orrù and G. Cao, "Comparison of Reactive and Non-Reactive Spark Plasma Sintering Routes for the Fabrication of Monolithic and Composite Ultra High Temperature Ceramics (UHTC) Materials". *Materials*, vol. 6, no. 5, pp.1566-1583, 2013.
- [3] Y. Zhang and J. Zhang "Rapid reactive synthesis and sintering of textured Ca<sub>3</sub>Co<sub>4</sub>O<sub>9</sub> ceramics by spark plasma sintering". *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 208, no. 5, pp. 70-74, 2008.

# **Consolidation de poudres magnétiques par Spark Plasma Sintering assisté d'un champ magnétique**

Mohamed BOUSNINA<sup>1</sup>, Kouloud MRAD<sup>1</sup>, Huyen Thi Thanh NONG<sup>1</sup>, Silvana MERCONE<sup>1</sup>, Benjamin VILLEROY<sup>2</sup>, Brigitte LERIDON<sup>3</sup>, Jean Yves PIQUEMAL<sup>4</sup>, Nouredine JOUINI<sup>1</sup>, et Frédéric SCHOENSTEIN<sup>1</sup>.

1 : LSPM UPR CNRS 3407, Université Paris 13, Sorbonne Paris Cité, 93430 Villetaneuse, France.

2 : ICMPE UMR 7182, CMTR, 94320 Thiais, France.

3 : LPEM CNRS, ESPCI ParisTech, UPMC, 75231 Paris 5, France

4 : ITODYS, UMR CNRS 7086, Université Paris Diderot, Sorbonne Paris Cité, 75205 Paris 13, France

**MOTS-CLES – Spark Plasma Sintering, frittage sous champ magnétique, nanopoudres magnétiques.**

Le procédé de frittage flash SPS permet de faire varier significativement la structure des matériaux densifiés du fait des larges gammes d'application de la température et de la pression et de part sa rapidité de mise en œuvre (frittage par effet joule).

De ce fait, c'est un des rares procédés de consolidation des poudres existants qui permet de contenir la croissance de grains au cours du processus de frittage et d'obtenir des matériaux massifs dense et nanostructurés. Ce contrôle poussé de la structure des matériaux offre ainsi la possibilité d'élaborer de nouvelles classes de matériaux dont les propriétés fonctionnelles ou de structures, liées au confinement de taille des grains, sont d'un niveau remarquable. .

Pour aller plus loin dans la maîtrise de la structuration sans jouer uniquement sur l'effet d'échelle, une voie de recherche consiste à influencer sur la distribution et l'organisation des particules au cours du frittage et ainsi de texturer le matériau final. Dans ce but, nous avons équipé le four de notre SPS d'un dispositif permettant d'appliquer à l'échantillon un champ magnétique d'une intensité d'un Tesla lors de l'étape de frittage. L'objectif visé est ainsi de fritter et de faciliter l'organisation des nano-objets magnétiques selon une direction préférentielle, parallèle à celle du champ magnétique appliqué, de manière simultanée sans occasionner une croissance exagérée des grains.

Nous avons testé ce procédé lors de la consolidation de nanofils de cobalt présentant une forte anisotropie magnétique parallèlement à leur longueur. Nous avons validé la possibilité d'obtenir de manière simultanée un matériau dense sans porosité avec une tenue mécanique satisfaisante, une croissance des nanofils significativement limitée afin de conserver les propriétés induites par le confinement de taille des nanoparticules initiales et un alignement des nanofils de telle sorte que l'aimantation à saturation et le champ coercitif du composé final en soient optimisés.

Un tel dispositif permet d'envisager des perspectives nouvelles dans le domaine des matériaux massifs fonctionnels (ou de structure) où la nanostructuration des "bulks" permet d'optimiser, voire d'engendrer l'anisotropie d'un grand nombre de propriétés physiques (magnétiques, mécaniques, ..). Nous nous proposons ici de présenter le dispositif mis en place ainsi que les résultats obtenus pour le frittage de nanofils de cobalt ou encore pour l'élaboration de composites à base d'inclusions magnétiques anisotropes.

## Liste des participants

NOM	Prénom	Courriel	Organisme
ALIOUAT	Anis	anis.aliouat@unilim.fr	IRCER - CNRS UMR - Université de Limoges
AMMAR	Souad	ammarmar@univ-paris-diderot.fr	ITODYS, UMR CNRS - Université Paris Diderot
ANTOU	Guy	guy.antou@unilim.fr	IRCER - CNRS UMR - Université de Limoges
ANSEMI TAMBURINI	Umberto	tau@unipv.it	Université de Pavie
AUDUBERT	Fabienne	fabienne.audubert@cea.fr	CEA Cadarache
BALICE	Luca	luca.balice@cea.fr	CEA Cadarache
BCHELLAOUI	Nizar	nizar.b.fsm@gmail.com	ENS Paris Saclay
BENAZIZA SOUKHAL	Bachira	soukhal.bachira@yahoo.fr	USTHB
BERNARD	Samuel	samuel.bernard@unilim.fr	IRCER - CNRS UMR - Université de Limoges
BHOI	Subhransu Subhasis	sub.bhoi@icmcb.cnrs.fr	ICMCB - UPR CNRS - Université de Bordeaux
BOSCARDIN	Mégane	m.boscardin@hublot.ch	HUBLOT SA
BOUGHLEM	Youssef	taissir.belhaj@unilim.fr	AVRUL - Université de Limoges
BOULESTEIX	Rémy	remy.boulesteix@unilim.fr	IRCER - CNRS UMR - Université de Limoges
BOULLE	Florine	florine.boulle@cerameurop.com	Pôle Européen de la Céramique
BOURHIM	Abdelhamid	abdelhamid.bourhim@ensicaen.fr	CRISMAT - UMR CNRS - Université de Caen
BOUSNINA	Mohamed	medalibousnina@yahoo.fr	LSPM - UPR CNRS - Université Paris 13
BUTTET	Mathias	m.buttet@hublot.ch	HUBLOT SA
CALVEZ	Laurent	laurent.calvez@univ-rennes1.fr	ISCR - UMR CNRS - Université de Rennes
CARREAUD	Julie	julie.carreaud@unilim.fr	IRCER - CNRS UMR - Université de Limoges
CHARPENTIER	Frédéric	frederic.charpentier@diafir.com	DIAFIR
CHENU	Sébastien	sebastien.chenu@unilim.fr	IRCER - CNRS UMR - Université de Limoges
CHEVALLIER	Geoffroy	chevallier@chimie.ups-tlse.fr	CIRIMAT - UMR CNRS - Université de Toulouse III
CHUNG	U-Chan	u-chan.chung@icmcb.cnrs.fr	ICMCB - UPR CNRS - Université de Bordeaux
CINI	Emmanuel	Emmanuel.Cini@metalor.com	Metalor
COTTRINO	Sandrine	sandrine.cottrino@insa-lyon.fr	INSA Lyon - Université de Lyon
DE SURVILLE	Thierry	thierry.desurville@mersen.com	Mersen
DEBEDA	Hélène	helene.debeda@ims-bordeaux.fr	IMS - UMR CNRS - Université de Bordeaux
DELAIZIR	Gaëlle	gaelle.delazir@unilim.fr	IRCER - CNRS UMR - Université de Limoges
DENOUE	Killian	killian.denoue@univ-rennes1.fr	ISCR - UMR CNRS - Université de Rennes
DINE	Sarah	sarah.dine@lspm.cnrs.fr	LSPM - UPR CNRS - Université Paris 13
DURAND	Olivier	cttc@cttc.fr	CTTC
EL KHOURY	Liza	Elkhouryliza@gmail.com	ICMCB - UPR CNRS - Université de Bordeaux
ELFEKI	Hafed	hafed.elfeki@yahoo.fr	Faculté des sciences de Sfax
ELISSALDE	Catherine	Catherine.Elissalde@icmcb.cnrs.fr	ICMCB - UPR CNRS - Université de Bordeaux
EPHERRE	Romain	epherre@norimat.com	NORIMAT
ESPANA	Dalya	d.espana@fogale.com	FOGALE
FAURE	Lauriane	lauriane.faure.pro@gmail.com	ICMCB - UPR CNRS - Université de Bordeaux
FLAUREAU	Andreas	flaureau@chimie.ups-tlse.fr	CIRIMAT - UMR CNRS - Université de Toulouse III
FREGEAC	Arnaud	fregeac@chimie.ups-tlse.fr	CIRIMAT - UMR CNRS - Université de Toulouse III
GHARBI	Amina	amina.gharbi2010@yahoo.fr	Université de Rennes / Université de Sfax
GIOVANNELLI	Fabien	fabien.giovanelli@univ-tours.fr	GREMAN - UMR CNRS - Université de Tours
HALLDAHL	Lars	lars.halldahl@kagaku.se	Kagaku ANALYS AB
HERISSON DE BEAUVOIR	Thomas	thomas.debeauvoir@gmail.com	CIRIMAT - UMR CNRS - Université de Toulouse III

Nom	Prénom	Courriel	Organisme
HOUIZOT	Patrick	patrick.houizot@univ-rennes1.fr	IPR - UMR CNRS - Université de Rennes 1
HUG	Gilles	gilles.hug@onera.fr	ONERA
JANKOWIAK	Aurélié	aurelie.jankowiak@onera.fr	ONERA
JOSSE	Michael	michael.josse@icmcb.cnrs.fr	ICMCB - UPR CNRS - Université de Bordeaux
KALFAYAN	Greg	Greg.Kalfayan@u-bourgogne.fr	ICB - UMR CNRS - Université de Bourgogne
LE BIHAN	Corentine	corentine.le-bihan@etu.unilim.fr	IRCER - CNRS UMR - Université de Limoges
LE FLOCH	Sylvie	sylvie.le-floch@univ-lyon1.fr	ILM - UMR CNRS- Université de Lyon 1
LE GALLET	Sophie	sophie.le-gallet@u-bourgogne.fr	ICB - UMR CNRS - Université de Bourgogne
LECOURT	Jérôme	jerome.lecourt@ensicaen.fr	CRISMAT - UMR CNRS - Université de Caen
LEMONNIER	Sébastien	sebastien.lemonnier@isl.eu	ISL - Institut franco-allemand de recherches de Saint-Louis
LUTHARDT	Benjamin	b.luthardt@fct-systeme.de	FCT Systeme GmbH
MAHAYRI	Roland	mahayri.roland@gmail.com	LSPM - UPR CNRS - Université Paris 13
MAITRE	Alexandre	alexandre.maitre@unilim.fr	IRCER - CNRS UMR - Université de Limoges
MARIE-CATHERINE VETERAN	Alexandra	alexandra.veteran@univ-lille.fr	UCCS - UMR CNRS - Université de Lille 1
MEVEL	Claire	claire.mevel@unilim.fr	IRCER - CNRS UMR - Université de Limoges
MEREIB	Diaa	mereib@icmpe.cnrs.fr	ICMPE - UMR CNRS - UPEC
MHADHBI	Mohsen	mohsen.mhadhbi@inrap.rnrt.tn	Pôle Technologique de Sidi Thabet
MISAWA	Tatsuya	misawa@cc.saga-u.ac.jp	Université de Saga
MOLINARI	Flora	flora.molinari@icmcb.cnrs.fr	ICMCB - UPR CNRS - Université de Bordeaux
MONCHOUX	Jean-Philippe	monchoux@cemes.fr	CEMES - UPR CNRS
MONOT-LAFFEZ	Isabelle	isabelle.laffez@univ-tours.fr	GREMAN - UMR CNRS - Université de Tours
MUNSCH	Pascal	pascal.munsch@unilim.fr	IRCER - CNRS UMR - Université de Limoges
NOUDEM	Jacques	jacques.noudem@ensicaen.fr	CRISMAT - UMR CNRS - Université de Caen
PERRIERE	Camille	Camille.perriere@unilim.fr	IRCER - CNRS UMR - Université de Limoges
PRADEILLES	Nicolas	nicolas.pradeilles@unilim.fr	IRCER - CNRS UMR - Université de Limoges
RECALCATI	Sébastien	s.recalcati@hublot.ch	HUBLOT
REUX	Valentin	valentin.reux@hotmail.fr	ISCR - UMR CNRS - Université de Rennes
ROSSIT	Julie	julie.rossit@isl.eu	ISL - Institut franco-allemand de recherches de Saint-Louis
ROUSSELLE	Mélanie	rouselle@chimie.ups-tlse.fr	CIRIMAT - UMR CNRS - Université de Toulouse III
SCHOENSTEIN	Frédéric	frederic.schoenstein@univ-paris13.fr	LSPM - UPR CNRS - Université Paris 13
SOURIOU	David	david.souriou@ensicaen.fr	CRISMAT - UMR CNRS - Université de Caen
SPIRIDIGLIOZZI	Hugo	hugo.spiridigliozzi@lspm.cnrs.fr	LSPM - UPR CNRS - Université Paris 13
TAI	Feng-I	feng.i.tai@kagaku.se	Kagaku ANALYS AB
TINGAUD	David	david.tingaud@univ-paris13.fr	UCCS - UMR CNRS - Université de Lille 1
TOUGAIT	Olivier	olivier.tougait@univ-lille.fr	UCCS - UMR CNRS - Université de Lille 1
TRUJILLO ARREDONDO	Mariana	mariana.trujillo@unilim.fr	IRCER - CNRS UMR - Université de Limoges
VAN DER LAAN	Antoine	van-der-laan@chimie.ups-tlse.fr	CIRIMAT - UMR CNRS - Université de Toulouse III
VANDENHENDE	Marion	marion.vandenhende@unilim.fr	IRCER - CNRS UMR - Université de Limoges
VIERS	Lucas	lucas.viers@unilim.fr	IRCER - CNRS UMR - Université de Limoges
VILLEROY	Benjamin	villeroiy@icmpe.cnrs.fr	ICMPE - UMR CNRS - UPEC
XING	Yiteng	xingyiteng1995@gmail.com	CRISMAT - UMR CNRS - Université de Caen
YOKOZAWA	Tomoko	tomoko@suga.ne.jp	SUGA Co Ltd