

Laboratoire d'accueil

Laboratoire d'Innovation pour les Technologies des Energies Nouvelles et les nanomatériaux (LITEN)
CEA Grenoble – www-liten.cea.fr

Ecole doctorale ED 488 Sciences Ingénierie Santé SIS

Prise de poste A compter du 01/10/2020, pour une période de 36 mois

Rémunération Environ 2040 € brut/mois – CDD CEA

Profil recherché

Le (la) candidat(e) devra être titulaire (ou en cours d'obtention) d'un Master 2 ou d'un diplôme d'ingénieur en chimie des matériaux (polymères, corrosion, durabilité des matériaux), avec un goût prononcé pour le travail expérimental. Des compétences dans les procédés de transformation des matériaux polymères seront également appréciées. Dôté(e) d'une grande curiosité scientifique, et de bonnes capacités de synthèse et de communication écrite et orale, en français comme en anglais, le (la) candidat(e) sera force de proposition, et capable de travailler de manière autonome mais aussi de collaborer avec les différentes équipes impliquées dans le projet.

Candidatures

Pour postuler, merci de fournir :

- votre CV avec références et une lettre de motivation
- vos relevés de notes et classements des deux dernières années (M1/M2 ou 2^e/3^e années d'école d'ingénieurs)
- au moins deux lettres de recommandation

Contacts

Sébastien ROLERE (Co-encadrant) – 04.38.78.15.56 – sebastien.rolere@cea.fr

CEA LITEN / DTNM / SA3D / LFM : Laboratoire de Formulation des Matériaux

Sorana LUCA (Co-encadrante) – sorana.luca@cea.fr

CEA LITEN / DTNM / SA3D / LMCM : Laboratoire des Matériaux et Composants Magnétiques

Loïc FAVERGEON (Directeur de thèse) – favergeon@emse.fr

Ecole des Mines de Saint-Etienne / Centre SPIN - Laboratoire Georges Friedel CNRS UMR5307
PTSI : Procédés de Transformations des Solides et Instrumentation

Maelig OLLIVIER (Co-encadrant) – maelig.ollivier@emse.fr

Ecole des Mines de Saint-Etienne / Centre SPIN - Laboratoire Georges Friedel CNRS UMR5307
PTSI : Procédés de Transformations des Solides et Instrumentation

Contexte et Objectifs

De par leurs très bonnes performances magnétiques, les aimants permanents en NdFeB participent à la transition énergétique, avec des applications dans les secteurs de l'énergie (turbines d'éoliennes) et du transport (véhicules électriques). Ces aimants permanents sont généralement mis en forme par pressage de poudres NdFeB et frittage. Ce procédé, largement répandu en métallurgie des poudres, limite fortement la complexité géométrique des aimants réalisés. L'obtention de formes plus complexes passent ensuite par des étapes d'usinage coûteuses, pouvant également conduire à des pertes de matière importantes. La fragilité du matériau lors de l'usinage est également un frein à l'obtention de formes très complexes.

Au sein du Département des Technologies des Nouveaux Matériaux (DTNM) du CEA LITEN, le Service Architectures 3D (SA3D) est impliqué dans le développement de technologies « Net Shape » pour la mise en forme de pièces aux géométries complexes, et la réduction des pertes de matière liées aux étapes d'usinage dans les procédés conventionnels. Parmi les technologies étudiées, le procédé PIM (Powder Injection Moulding) permet la mise en œuvre de poudres métalliques ou céramiques, au travers des techniques classiques de la plasturgie. Les feedstocks (mélanges) utilisés en PIM sont ainsi constitués d'une poudre inorganique et de composés organiques (liants polymères), et présentent des propriétés rhéologiques compatibles avec l'utilisation de presses à injecter. Après l'étape de moulage par injection, les pièces obtenues subissent des étapes de déliançage chimique (e.g. bain de solvant, CO₂ supercritique...) et/ou thermique, permettant d'éliminer successivement les liants polymères, avant une densification des pièces lors du frittage.

Le procédé PIM est actuellement considéré pour la préparation d'aimants permanents NdFeB de géométries complexes. Toutefois, les propriétés magnétiques des aimants NdFeB sont significativement dégradées par la présence de contaminants organiques (carbone et/ou oxygène). Des précautions particulières doivent donc être prises pour éviter la contamination des poudres avant et pendant la mise en œuvre par PIM. Par exemple, les poudres NdFeB sont extrêmement sensibles à l'oxydation et nécessitent notamment un enrobage préliminaire à l'étape de formulation du feedstock. D'autre part, le déliançage thermique des pièces injectées, qui permet d'éliminer les liants polymères, est également une source importante de contamination au carbone. En effet, à haute température, les produits de dégradation thermique des liants polymères sont susceptibles d'interagir avec la poudre NdFeB, conduisant à une dégradation irréversible des propriétés magnétiques des aimants. La composition du feedstock, et le contrôle des étapes de déliançage sont ainsi des éléments clés du procédé, et nécessitent d'être étudiés de façon approfondie par le doctorant.

L'objectif principal de ces travaux de thèse est la fabrication par PIM d'aimants permanents à base d'alliages NdFeB, présentant des teneurs faibles et maîtrisées en carbone (< 1500 ppm) et oxygène (< 3500 ppm). Pour cela, l'étude approfondie des interactions physico-chimiques intervenant entre les produits de dégradation des liants polymères et la poudre NdFeB lors des étapes de déliançage du procédé PIM, doit permettre l'élaboration de feedstocks injectables et adaptés à l'élaboration d'aimants permanents à basse contamination et aux propriétés magnétiques optimales.

Plusieurs axes de recherche correspondant aux différents verrous scientifiques identifiés seront approfondis :

1. Etude bibliographique préliminaire et sélection des composés

Une étude bibliographique visera à identifier les différents liants polymères et plastifiants organiques couramment utilisés, ou pouvant être introduits, dans les différents feedstocks mis en œuvre par le procédé PIM. Une attention particulière sera portée sur le rôle des produits de dégradation de ces

composés organiques dans les phénomènes de contamination de poudres inorganiques particulièrement sensibles. A partir de cette étude, plusieurs systèmes polymères – plastifiants seront proposés pour la formulation de feedstocks de poudres NdFeB.

2. Identification des mécanismes réactionnels à l'origine des contaminations organiques des poudres NdFeB

Des analyses thermiques en ATG/GC-MS sous différentes atmosphères, seront réalisées sur les composés organiques (polymères, plastifiants et additifs) mis en avant dans l'étude bibliographique, et permettront d'identifier clairement les produits de dégradation thermique correspondants.

La poudre NdFeB pourra ensuite être mise en présence des produits de dégradation thermique isolés, dans différentes conditions de pression et de température, afin de reproduire les interactions physico-chimiques pouvant intervenir aux interfaces Gaz/Solide, Liquide/Solide et Solide/Solide. La poudre sera caractérisée pendant la réaction par analyse thermique, et après la réaction via des analyses de surface en XPS ou TOF-SIMS, ou de diffraction des rayons X (DRX), afin d'établir les différents mécanismes réactionnels intervenant pendant le déliançage thermique du procédé PIM, et à l'origine de la contamination organique de la poudre NdFeB.

Enfin, ces travaux permettront d'identifier les polymères, plastifiant et additifs, ainsi que les conditions de déliançage (atmosphère et température), conduisant à des taux de contamination les plus faibles possibles.

3. Etude et optimisation du procédé PIM

A partir de ces résultats, les différentes étapes du procédé PIM seront étudiées :

- Optimisation d'un procédé préexistant d'enrobage de la poudre, avec l'un des composés précédemment identifiés, afin d'éviter toute oxydation durant la préparation du feedstock.
- Préparation de feedstocks à partir des composés sélectionnés, présentant une rhéologie adaptée au moulage par injection (influence des taux de plastifiants et de charge inorganique).
- Introduction d'une étape de déliançage chimique permettant la création d'une porosité suffisante au bon déroulement du déliançage thermique, et influence sur les taux de contamination organique de la poudre.
- Optimisation des conditions de déliançage thermique à partir des connaissances acquises dans la phase 2.

4. Elaboration de démonstrateurs par PIM

Différentes pièces de géométries complexes d'aimants permanents NdFeB, et présentant des taux de contaminant organiques réduits et des propriétés magnétiques optimales, pourront être développées à partir des résultats obtenus durant ces travaux de thèse.