

# Les Technologies de Pré et Post Traitements sur Matériaux (Métalliques / Céramiques / Polymères) issus des Procédés Classiques et des Filières d'Impression 3D

## Jeudi 7 JUIN 2018

### CRITT MDTS – 08000 Charleville-Mézières



**Matinée : 9h-12h30**

**TECH2FAB**

9H00 – 9H30	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Accueil et Inscriptions</i></li> </ul>
9H30 – 9H50	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Mot d'accueil et présentation générale de la journée</b> CRITT MDTS - M. POPOT, Directeur Général</li> <li>• <b>Présentation Administrative des Programmes INTERREG</b> ETI INTERREG Présentation Programme Interreg TECH2FAB.</li> </ul>
9H50 – 10H10	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Les solutions de reprises par usinage et procédés de finition des pièces issues de la fabrication Additive Métallique.</b> CETIM –M. GROSJEAN</li> </ul>
10H10 – 10H30	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Etat des lieux de la fabrication de pièces par les technologies POUDRES.</b> <b>Zoom sur la technologie Powder Injection Molding et sur l'impression 3D polymère, céramique, métal.</b>CRITT MDTS – Mme. AUZENE</li> </ul>
10H30 – 10H50	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Développement innovant en fabrication Additive – Soustractive - Hybride (Céramique – Composite - Métal).</b> CRIBC – M. BUTTOL</li> </ul>
10H50 – 11H15	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Pause</i></li> </ul>
11H 15– 11H 35	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Retour d'expérience d'un acteur de terrain dans les domaines des traitements de surfaces innovants et du traitement thermique sur des pièces métalliques et d'origine technologie des poudres.</b> THERMOCOMPACT - M. SANCHEZ</li> </ul>
11H35 – 12H05	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Présentation et exemple d'impression 3D par stéréolithographie- UVHC – M. Hornez.</b></li> <li>• <b>Présentation des technologies de densifications, de consolidations par FRITTAGE (micro-ondes, sous-vide,...).</b>UVHC – M. THUAULT.</li> <li>• <b>Présentation des technologies de densifications, de consolidations par FRITTAGE (Flash, SPS, ...).</b> CRIBC – M.BUTTOL.</li> </ul>
12H05 -12H25	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Exemples d'analyses et d'expertises de pièces métalliques classiques ou d'origine Impression 3D, avec ou sans traitement.</b> CRITT MDTS - Mme DEFONTAINE</li> </ul>
12H20 - 14H00	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Pause Repas avec la possibilité de visite des laboratoires du CRITT MDTS à 13h20</i></li> </ul>

### TECH2FAB

14H00 – 14H20

- **La préparation de surface, un passage obligatoire pour de bonnes performances (voie humide -) métal – polymère – poudres (corps creux / aéronautique / médical / mécanique / électronique - luxe).**  
ATOTECH - M.Antoine

14H20 – 14H40

- **Enjeux et perspectives du nettoyage en phase vapeur de pièces issues de la fabrication additive.**  
INVENTEC - M.Levasseur

14H40 – 15H00

- **Modification de poudre par voie PVD, opportunités pour la fabrication additive et traitement de surface par voie sèche.**  
MATERIA NOVA - M. Godfroid

15H00 – 15H20

- *Pause*

15H20 – 16H00

- **Technologie Abrasives Flexibles: Les techniques Innovantes de polissage pour l'impression 3D.**  
3M – M. Bon

16H00 – 16H20

- **Exemple d'une technique de post-traitement-finition innovante avec le polissage électrochimique par un fabricant de machines industrielles.**  
PEM TEC - M.GRAS

16H20 – 16H40

- **Exigences et limites du contrôle de propreté par comptage particulaire.**  
INVENTEC –M. Levasseur

16H40 – 17H00

- **Dans les Post Traitements – La finition – L'impact du traitement thermique et la finition par PECM (Usinage Electrochimique de précision) des pièces issues de fabrication additive métallique.**  
CETIM - M.GUERIN

17H00 – 17H15

- **Conclusion : Questionnement – Débat**

17H15 – 18H00

- *Possibilité de Visite des laboratoires du CRITT MTDS*

### Les partenaires du projet



# TECH2FAB

## Des technologies vers l'application industrielle - (Technology to fabrication)

(Interreg V – FWVL)





**MateriaNova**  
MATERIALS R&D CENTRE



# Les partenaires

CRIBC à Mons, Partenaire chef de file: organisme de recherche, spécialisé en matériaux inorganiques non-métalliques et procédés associés

CRITT-MDTS à Charleville-Mézières, Partenaire: centre de ressources technologiques spécialisé dans les Matériaux, les Dépôts et les Traitements de Surface

MATERIANOVA à Mons, Partenaire: centre de R&D axé sur les technologies innovantes dans le domaine des matériaux durables, les surfaces multifonctionnelles, l'énergie et la biotechnologie

UVHC LMCPA à Valenciennes, Partenaire: Laboratoire spécialisé dans la fabrication de matériaux céramiques : la synthèse, la mise en forme, le frittage, la caractérisation et l'optimisation des propriétés.

MATIKEM à Lille, Partenaire associé: pôle de compétitivité dédié aux matériaux, à la chimie et à la chimie verte

POM Oost-Vlaanderen à Gand, Partenaire associé: agence de développement de la Flandre orientale

# Les financeurs



*20 à 30% du projet financé sur les fonds propres des partenaires*

## Objectif

L'objectif du projet TECH2FAB est l'accélération du processus d'adoption et de transfert de technologies avant-gardistes. A cette fin, trois unités de démonstration technologique transfrontalières (UD) sont mises en œuvre autour de trois thématiques :

- Les traitements de surface par voie sèche (UD1)
- Les technologies de fabrication alternatives de matériaux céramiques et composites (UD2)
- Les technologies de consolidation par frittage (UD3)

- Fondé en 1984, 52 salariés
- Centre de Ressource Technologique (CRT): accompagnement des industriels dans leurs projets d'innovation et de R&D
- Laboratoires complets pour l'étude et la caractérisation des matériaux , des traitements et revêtements de surface
- ISO 9001, COFRAC, agréé SAFRAN, AIRBUS
- Plate formes technologiques en PIM (Powder Injection Moulding), et traitements par plasma froid
- Membre de l'Institut Carnot MICA
- Partenaire de la plate forme de fabrication additive PLATINIUM 3D
- Partenaire du Campus des Métiers et des Qualification « Procédés et Matériaux Innovants Grand Est »

# Déroulement de la journée

- 9h30-12h20: Présentations
- 12h20-14h00: Déjeuner: buffet dans la halle au rez-de-chaussée
- 13h20-14h00: Possibilité de visiter les laboratoires du CRITT-MDTS
- 14h00-17h00: Présentations
- 17h00-.... Possibilité de visiter les laboratoires du CRITT-MDTS

Questionnaire de satisfaction à remettre à la fin de la journée

Pour plus d'informations sur le projet  
TECH2FAB ou sur nos UD, visitez:  
[www.tech2fab.eu](http://www.tech2fab.eu)



**CRIBC (chef de file)**

info@bcrc.be  
www.bcrc.be  
Mons  
+32 (0)65 40 34 34



**Materia Nova**

tech2fab@materianova.be  
www.materianova.be  
Mons  
+32 (0) 65 55 49 02



**UVHC-LMCPA**

tech2fab@univ-valenciennes.fr  
www.univ-valenciennes.fr  
Maubeuge  
+33 (0) 3 27 51 16 76



**CRITT-MDTS**

tech2fab@critt-mdts.com  
www.critt-mdts.com  
Charleville-Mézières  
+33 (0) 3 24 37 89 89



**Matikem**

contact@matikem.com  
www.matikem.com  
Villeneuve d'Ascq  
+ 33 3 61 76 02 45



**POM Oost-Vlaanderen**

info@pomov.be  
www.pomov.be  
Gent  
+32 (0) 9 267 86 33



**Wallonie**



# JOURNÉE TECHNOLOGIQUE

## TECHNOLOGIE DAG



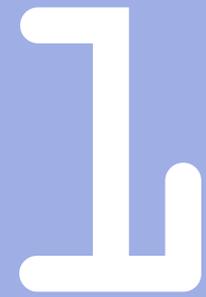
**TECH2FAB**

*Lucie MAUREL*

Chargée de mission Interreg  
Equipe technique Antenne Grand-Est  
Technish Team Interreg steunpunten Grand-Est

Charleville-Mézières -  
07.06.2018





**CONTEXTE**  
CONTEXT



EUROPE 2020  
EUROPA 2020

Stratégie EUROPE 2020:

- Intelligente
- Durable
- Inclusive

Croissance

Europa 2020 Strategie:

- Intelligente
- Duurzame
- Inclusieve

Groei

# POLITIQUE DE COHÉSION 2014-2020

## COHESIEBELEID 2014-2020

1990 - 1993

1994 - 1999

2000 - 2006

2007 - 2013

2014 - 2020

1

**Investissement pour la croissance et  
l'emploi**

Investering voor groei en  
werkgelegenheid

FEDER <  
EFRD

Fonds social européen <  
Europees sociaal Fonds

Fonds de cohésion <  
Cohesiefonds

2

**Coopération territoriale  
européenne**

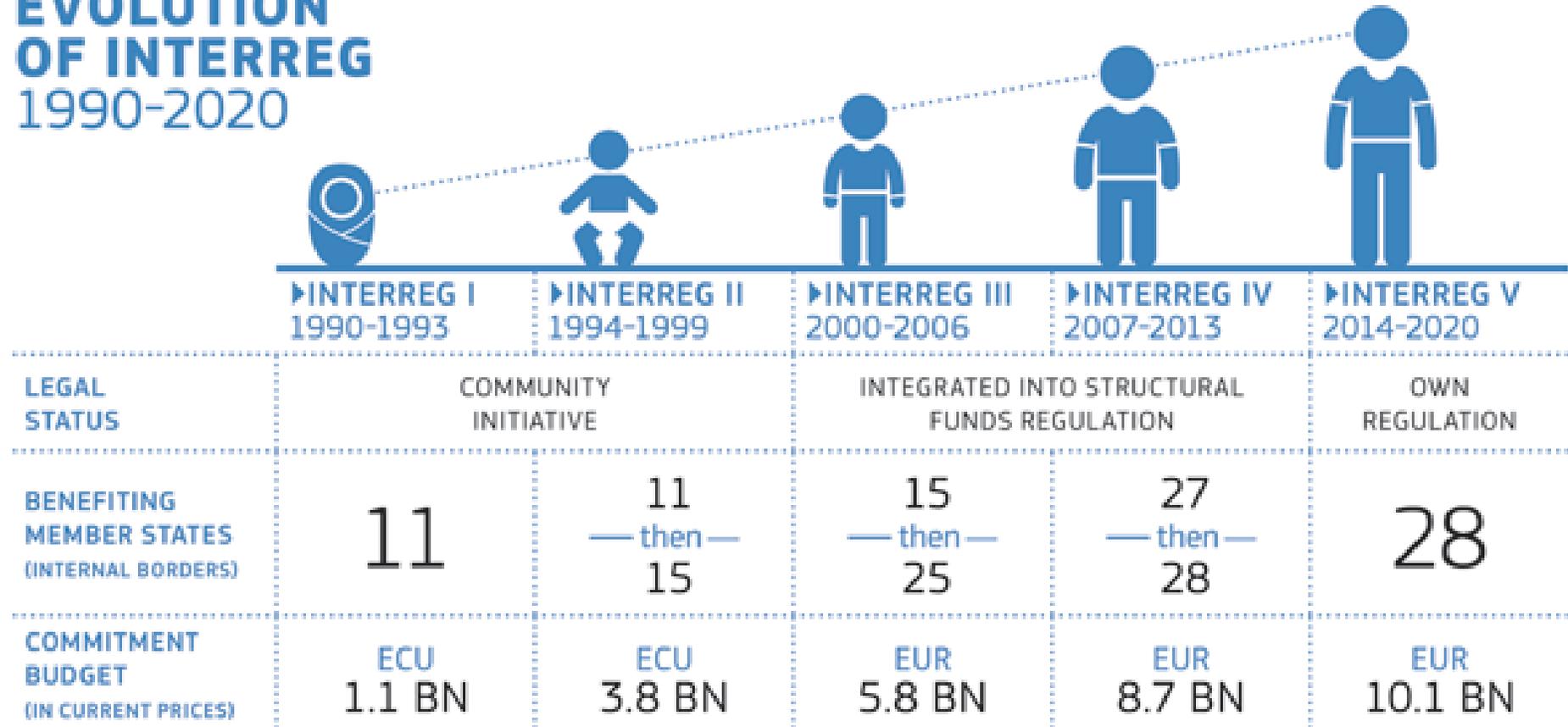
Europese territoriale  
samenwerking

> FEDER  
EFRD

**Interreg**   
France-Wallonie-Vlaanderen UNION EUROPÉENNE  
EUROPESE UNIE

● ● ● ●

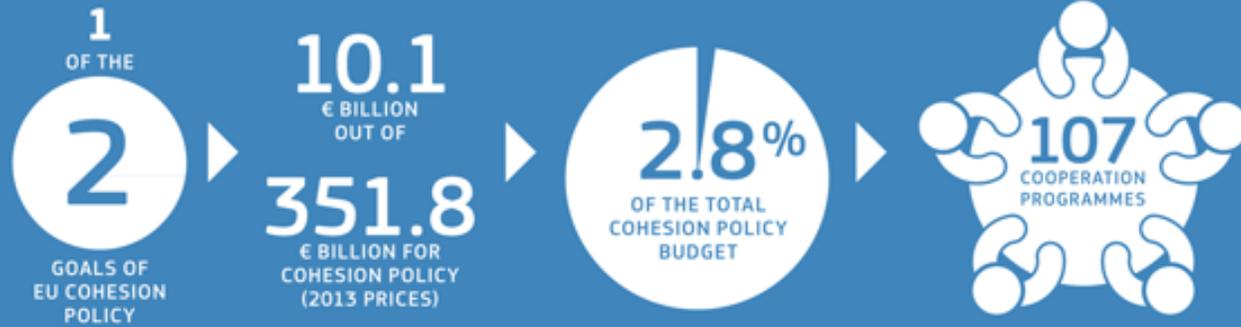
▼  
**EVOLUTION  
 OF INTERREG  
 1990-2020**



# LA COOPÉRATION TERRITORIALE EUROPÉENNE 2014-2020

## DE EUROPESE TERRITORIALE SAMENWERKING 2014-2020

### INTERREG 2014-2020



#### ► CROSS-BORDER INTERREG VA

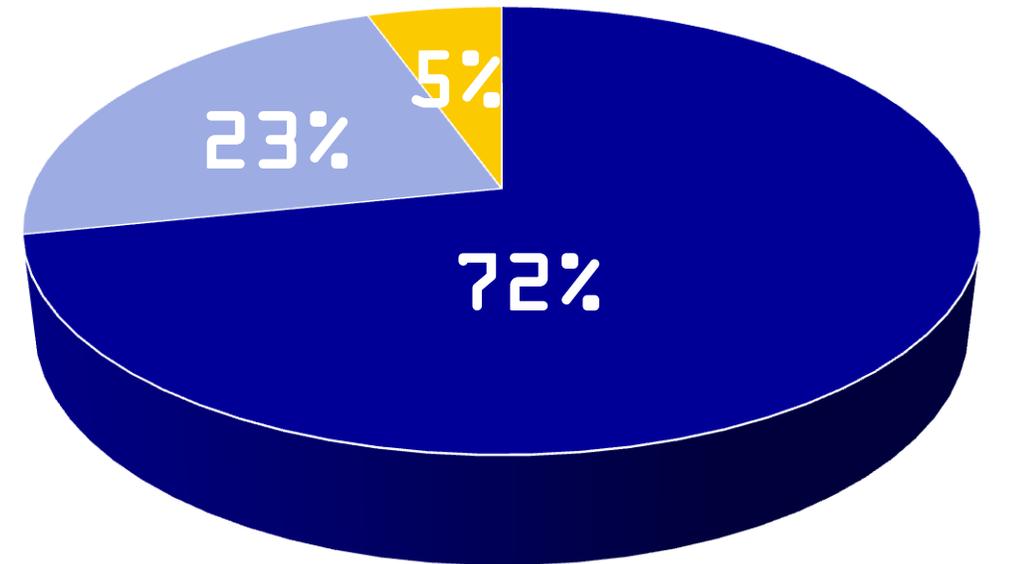
<b>60</b>	COOPERATION PROGRAMMES INTERNAL BORDERS	<b>6.6</b> € BILLION
<b>12</b>	INTERREG IPA INSTRUMENT FOR PRE-ACCESSION	<b>242*</b> € MILLION
<b>16</b>	INTERREG ENI EUROPEAN NEIGHBOURHOOD INSTRUMENT	<b>634*</b> € MILLION

#### ► TRANSNATIONAL INTERREG VB

<b>15</b>	COOPERATION PROGRAMMES
<b>2.1</b>	€ BILLION

#### ► INTERREGIONAL INTERREG VC

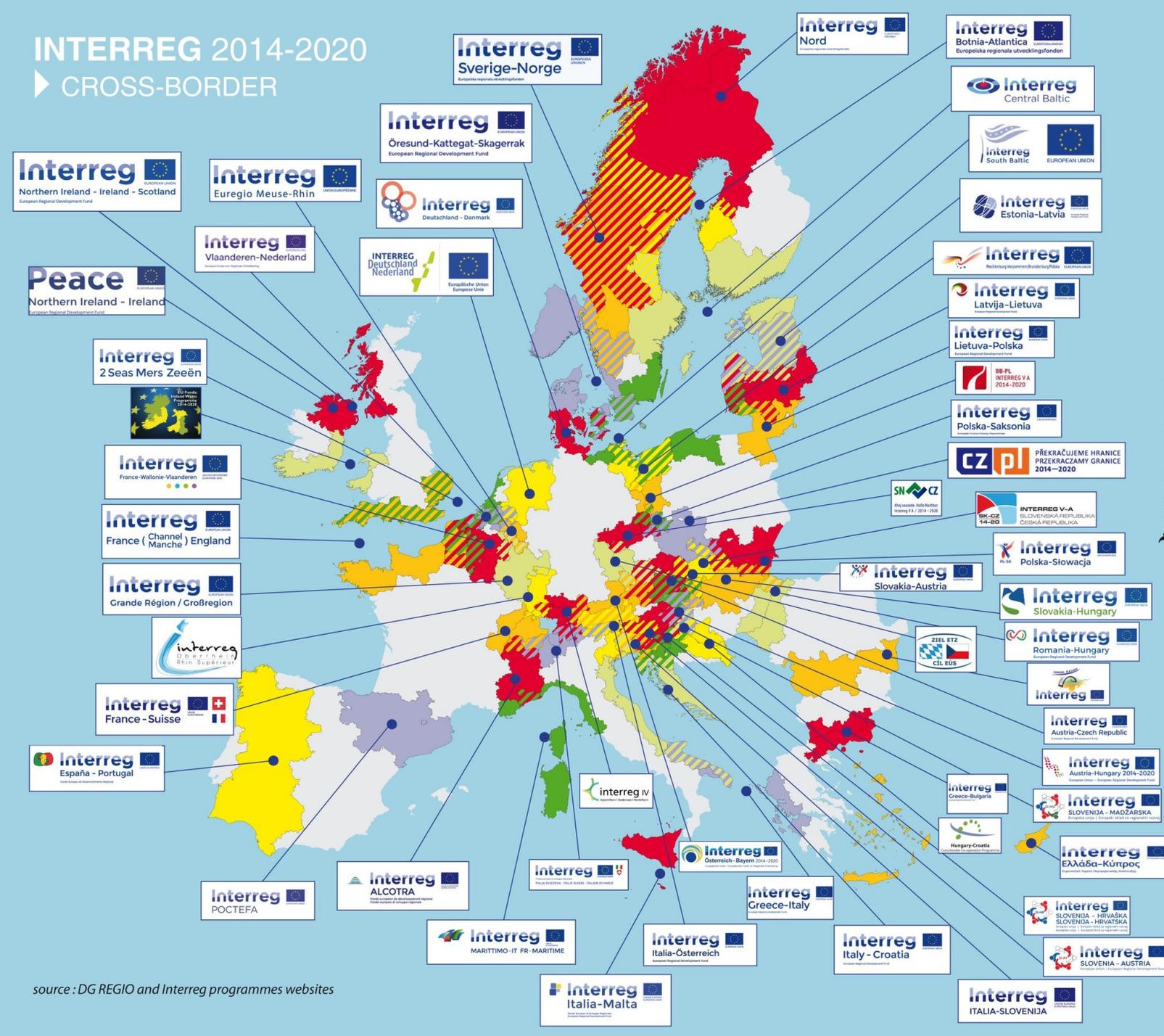
<b>4</b>	COOPERATION PROGRAMMES
— INTERREG EUROPE — INTERACT — URBACT — ESPON	
<b>► 0.5</b>	€ BILLION



- Grensoverschrijdend  
Transfrontalier
- Transnationaal  
Transnational
- Interregionaal  
Interrégional

# INTERREG 2014-2020

## CROSS-BORDER



source : DG REGIO and Interreg programmes websites

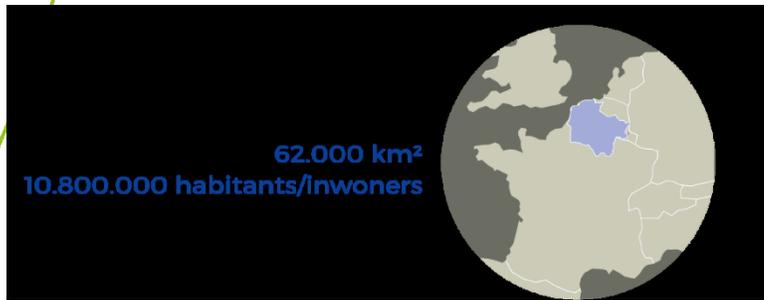
Interreg © Mission Opérationnelle Transfrontalière

2

L'IDENTITÉ DU PROGRAMME  
DE IDENTITEIT VAN HET  
PROGRAMMA



# LE TERRITOIRE DE COOPÉRATION HET SAMENWERKINGSGBIED



# LA STRATÉGIE : 4 AXES PRIORITAIRES

## DE STRATEGIE: 4 PRIORITAIRE ASSEN

Améliorer et soutenir  
la collaboration  
transfrontalière  
en recherche et  
innovation

Verbeteren en  
ondersteunen van de  
grensoverschrijdende  
samenwerking op het  
gebied van onderzoek en  
innovatie



Accroître la  
compétitivité  
transfrontalière des  
PME

Vergroten van het  
grensoverschrijdend  
concurrentievermogen  
en van de KMO's



Protéger et valoriser  
l'environnement par  
une gestion intégrée  
des ressources  
transfrontalières

Beschermen en  
valoriseren van het  
milieu door een  
geïntegreerd beheer  
van de  
grensoverschrijdende  
hulpbronnen



Promouvoir la  
cohésion et l'identité  
commune des  
territoires  
transfrontaliers

Bevorderen van de  
cohesie en van de  
gemeenschappelijke  
identiteit van de  
grensoverschrijdende  
gebieden



**RECHERCHE ET  
INNOVATION**



**ONDERZOEK EN  
INNOVATIE**



**1**

Accroissement de la recherche et de l'innovation de la zone transfrontalière dans les secteurs stratégiques et les secteurs à forte complémentarité

Versterken van het onderzoek en de innovatie van de grensoverschrijdende zone in de strategische sectoren en de sectoren met een sterke complementariteit



**2**

Accroissement du transfert et de la diffusion des bonnes pratiques innovante dans les secteurs stratégiques et à forte complémentarité de la zone transfrontalière

Grotere overdracht en verspreiding van goede praktijken in de strategische sectoren en de sectoren met een sterke complementariteit in de grensoverschrijdende zone

COMPÉTITIVITÉ DES  
PME



CONCURRENTIEVERMOGEN VAN  
DE KMO'S



3

Créer, valoriser et mutualiser des dispositifs transfrontaliers de développement et d'accompagnement des PME à l'accès aux marchés

Gezamenlijk voorzieningen creëren, valoriseren en met elkaar delen om de kmo's te ontwikkelen en te begeleiden bij het zoeken naar toegang tot de markten

ENVIRONNEMENT



MILIEU

4 Valoriser et développer de manière innovante et durable le patrimoine transfrontalier via le tourisme

Op innoverende en duurzame wijze het grensoverschrijdend patrimonium valoriseren en ontwikkelen via toerisme

5 Développer la gestion intégrée et durable des ressources naturelles et des écosystèmes transfrontaliers

Ontwikkelen van het geïntegreerde en duurzame beheer van de natuurlijke hulpbronnen en van de grensoverschrijdende ecosystemen

6 Anticiper et gérer les risques naturels, technologiques et industriels ainsi que les situations d'urgence

Anticiperen op en beheren van de natuurlijke, technologische en industriële risico's en van de noodsituaties

## INCLUSION SOCIAL



## SOCIALE INCLUSIE



Renforcer et pérenniser la mise en réseau et l'offre de services transfrontaliers à la population en matière sanitaire

Versterken en bestendigen van de grensoverschrijdende netwerking en van het grensoverschrijdend dienstenaanbod voor de bevolking op gezondheidsvlak



Renforcer et pérenniser la mise en réseau et l'offre de services transfrontaliers à la population en matière sociale

Versterken en bestendigen van de grensoverschrijdende netwerking en van het grensoverschrijdend dienstenaanbod voor de bevolking op sociaal vlak



Favoriser l'emploi et la mobilité transfrontalière des travailleurs et intégrer les marchés de l'emploi

Bevorderen van de werkgelegenheid en de grensoverschrijdende arbeidsmobiliteit en integreren van de arbeidsmarkten

# LE BUDGET HET BUDGET

## AXES PRIORITAIRES PRIORITAIRE ASSEN

**59.491.966 €**



**37%**

**Recherche et  
innovation**  
Onderzoek en  
innovatie

**25.496.557 €**



**16%**

**Compétitivité des  
PME**  
Concurrentievermo-  
gen van de KMO's

**42.494.261 €**



**27%**

**Environnement  
Milieu**

**32.295.639 €**



**20%**

**Inclusion sociale  
Sociale inclusie**

**BUDGET TOTAL FEDER  
TOTAAL EFRO BUDGET**

**159.778.423 €**



## Une plus-value transfrontalière

### Een grensoverschrijdende meerwaarde

- Résultats optimisés  
Geoptimaliseerde resultaten



## Une mise en œuvre transfrontalière

### Een grensoverschrijdende uitvoering

- Complémentarité des opérateurs  
Complementariteit van de projectpartners



## Un impact transfrontalier

### Een grensoverschrijdende impact

- Bénéfice pour les populations et/ou le territoire  
Ten voordele van de bevolking en/of de regio

# LA GOUVERNANCE

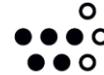
## HET BESTUUR

- L' Autorité de Gestion  
De Beheersautoriteit

La Wallonie, représentée par Wallonie-Bruxelles International  
Wallonië, vertegenwoordigd door Wallonie-Bruxelles International



Wallonie

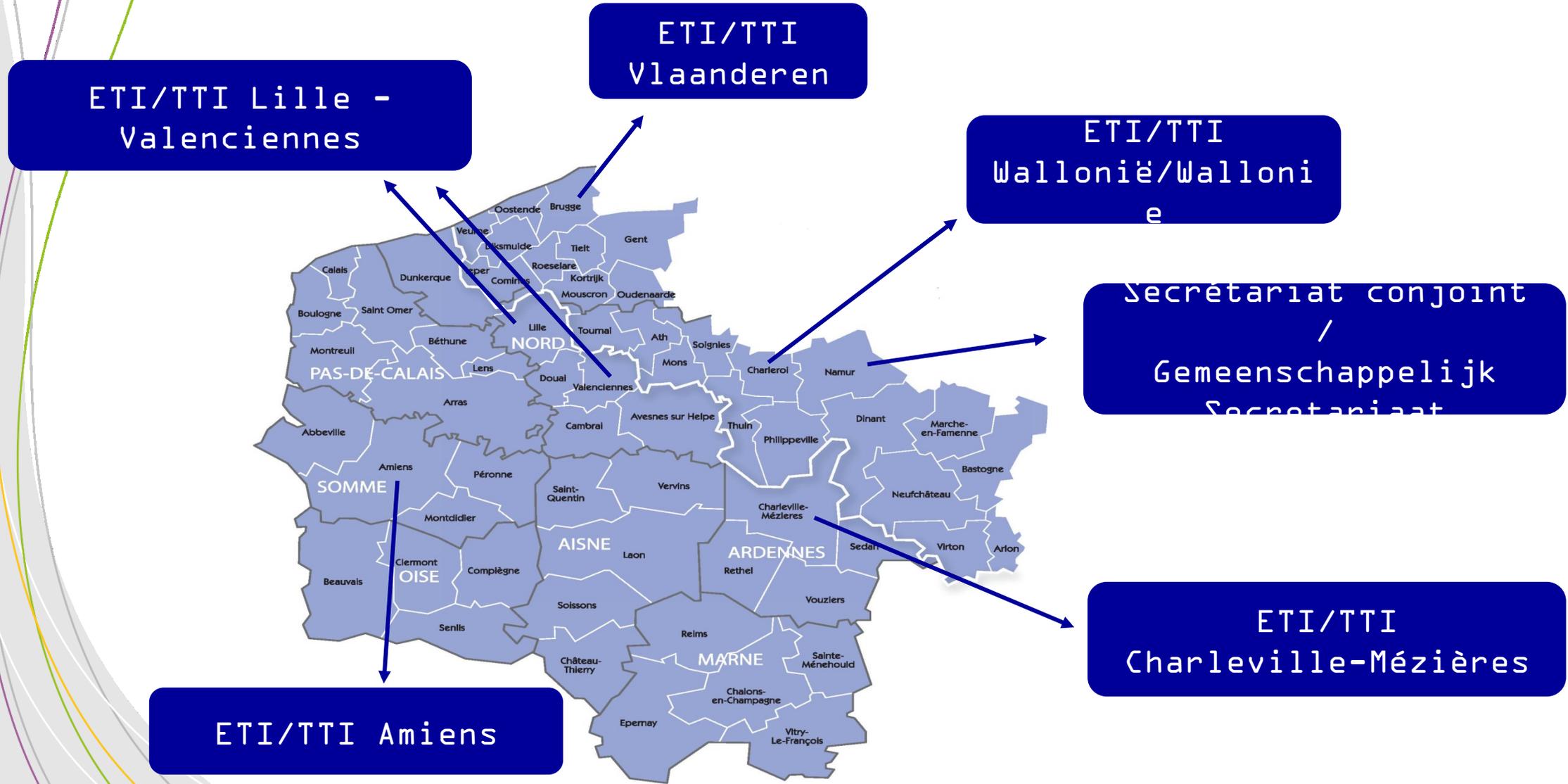


Wallonie - Bruxelles  
International.be

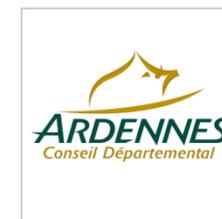
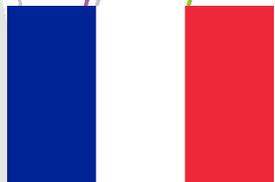
Assistée dans ses missions par :  
Bijgestaan in haar taken door:

- Le Secrétariat conjoint / Het Gemeenschappelijk Secretariaat
- L'Equipe technique / Het Technisch Team

# L'ASSISTANCE TECHNIQUE TECHNISCHE BIJSTAND



# LES AUTORITÉS PARTENAIRES DE PARTNERAUTORITEITEN



APPLICATION  
DE GESTION

VOUS ÊTES UN CITOYEN

VOUS ÊTES UN ACTEUR



**Interreg**

France-Wallonie-Vlaanderen



UNION EUROPÉENNE  
EUROPESE UNIE

**PROGRAMME DE COOPÉRATION  
TRANSFRONTALIÈRE**

avec le soutien du Fonds Européen de Développement Régional

**SUIVEZ-NOUS !**

**VOLG ONS!**

[www.interreg-fwvl.eu](http://www.interreg-fwvl.eu)



@InterregFWVL



Interreg France-  
Wallonie-Vlaanderen



Interreg France-  
Wallonie-Vlaanderen



MERCI DE VOTRE ATTENTION  
WE DANKEN U VOOR UW AANDACHT

[www.interreg-fwvl.eu](http://www.interreg-fwvl.eu)

 @InterregFWVL

1



## Reprise et finition des pièces issues de FA



Stéphane GUERIN



2

## Impact TTH et finition des pièces issues de Fabrication Additive

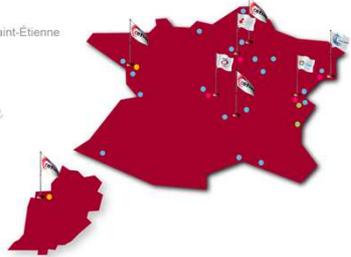
### CETIM

- ▶ Institut Technologique de Mécanique
  - ▶ Piloté par les industriels mécaniciens sous la tutelle de l'État

- 3 sites principaux : Senlis, Nantes, Saint-Étienne
- 19 délégations
- 4 centres associés et partenaires  

- 2 centres de ressources : Mécatronique, Contrôle non destructif
- 2 filiales dédiées aux essais matériaux de suivi de production  


**Fondation cetim**  
Association Française de la Mécatronique Industrielle



Priorités



Conception  
Simulation  
Essais



Mécatronique  
Contrôle  
Mesure



4 axes  
technologiques



Matériaux  
Procédés



Développement  
durable

- ➔ Appuyer la mécanique et accompagner les PME
- ➔ Activité de prestations en forte croissance

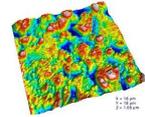


3

## Exigences de plus en plus forte sur la finition des pièces

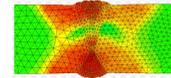
### ▶ Accroissement des précision et des qualités de surface

- ▶ Dimensionnel – forme...
- ▶ Critères de rugosité 2D / 3D – portance...



### ▶ Matériaux

- ▶ Maîtrise des contraintes matières  
Résistance à la fatigue, contraintes résiduelles...
- ▶ Mise en œuvre de matériaux complexes  
Bases nickel, alliage titane aéro...



### ▶ Complexités des pièces

- ▶ formes, accessibilités, canaux internes, micro usinage...
- ▶ Reprise des pièces issues de fabrication additive



### ▶ Réduction des coûts et des délais de fabrication



- Demande croissante en ébavurage et en finition de surface
- Recherche de procédés automatisés



1 er 2.02.2017

4

## Axes de travail CETIM sur la finition des pièces

- ▶ Evolution de l'usinage vers la reprise globale des pièces, en intégrant l'ébavurage et la finition des surfaces

### → 4 axes de travail autour de la finition

- Connaissance des technologies de finition et d'ébavurage



- Développement de la technologie PECM



- Intégration des opérations de polissage ébavurage sur CU

- Reprise des pièces issues de fabrication additive



1 er 2.02.2017

5

1 er 2.02.2017

Quelles solutions pour la finition de surface des pièces métalliques issues de fabrication additive ?



6

1 er 2.02.2017

## Finition des pièces métalliques issues de fabrication additive

### Enjeux

- ▶ Tolérances et état de surface
- ▶ Tenue à la fatigue
- ▶ Préparation mise en revêtement
- ▶ Assemblage
- ▶ ...



### Données FA

- ▶ Formes complexes
- ▶ Formes internes
- ▶ Supports de fabrication
- ▶ Etat de surface médiocre et hétérogène
- ▶ Prise de pièce difficile
- ▶ Surépaisseur
- ▶ Peu de rigidité
- ▶ Propreté (médical)
- ▶ ...

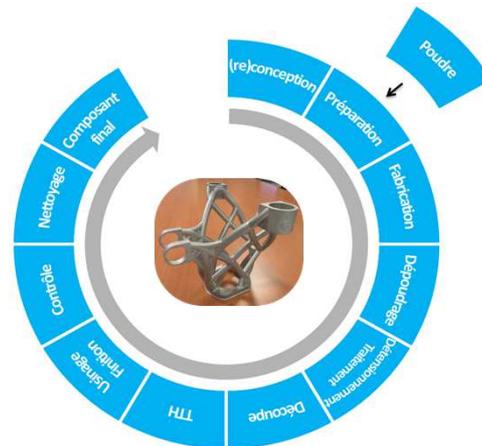
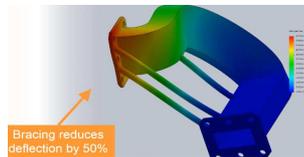


7

1 er 2.02.2017

## Pris en compte du process de finition dès la conception

- ▶ Prise de pièce
- ▶ Rigidité pièce
- ▶ Supports de fabrication
- ▶ Taille et forme des canaux
- ▶ Taille des structures lattices
- ▶ ...

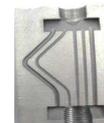


8

1 er 2.02.2017

## Typologies des pièces issues de FabAdd

- ▶ Pièces rigides à bonnes accessibilités
- ▶ Pièces fragiles à faibles accessibilités
- ▶ Canaux intérieurs
- ▶ Pièces à structure organique (issue de l'optimisation topologique)
- ▶ ...



9

1 er 2.02.2017

## Procédés de reprise et finition envisageables

- ➔ Fonction du matériau, de la géométrie, du Ra, de la précision de la pièce
- ▶ Pièces rigides à bonnes accessibilités



- ➔ Usinage : fraisage 3 et 5 axes...
- ➔ Tribofinition, sablage



- ▶ Pièces fragiles à faibles accessibilités



- ➔ Procédés mécaniques, chimiques



- ▶ Canaux intérieurs



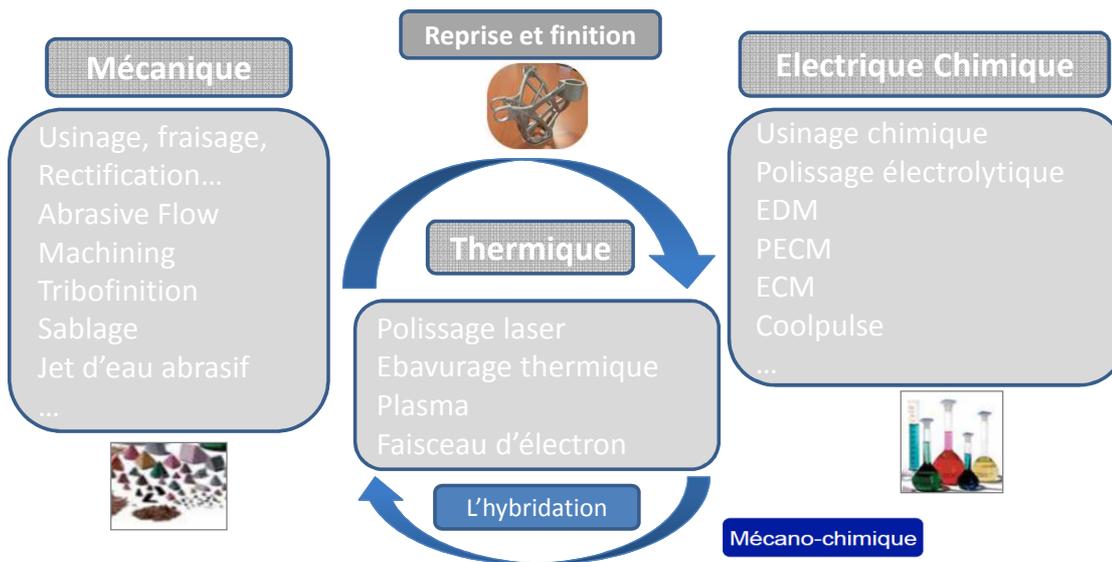
- ➔ Abrasive Flow Machining
- ➔ Procédés chimique, ECM...



10

1 er 2.02.2017

## Procédés de reprise et de finition



11

## Formation : Fabrication additive, quels post-traitements mettre en œuvre ?

- ▶ Propreté des pièces
    - ▶ Comment la mesurer et la maîtriser, normes...
  - ▶ Présentation des solutions de dépoudrage et de nettoyage
  - ▶ Solutions de parachèvement
    - ▶ Usinage : dégauchissage, moyens de bridages, stratégies d'usinage...
    - ▶ Autres procédés : tribofinition, sablage, AFM, ECM, chimique...
- **Session de formation sur 2jrs, les 16 et 17 octobre 2018 à Saint Etienne**

Fabrication additive : quels post-traitements mettre en œuvre ?

**FA06**

NOUVEAU

**Fabrication additive : quels post-traitements mettre en œuvre ?**



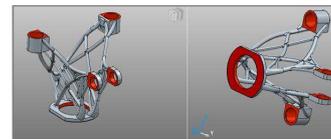
Savoir identifier et définir les opérations de dépoudrage, nettoyage et parachèvement pour les produits issus de la fabrication additive (fusion laser - LBM)



12

## Solution de reprise et finition par usinage à l'outil coupant

- ▶ Opérations réalisées
  - ▶ Supprimer les supports
  - ▶ Reprendre les zones fonctionnelles
  - ▶ Obtenir la bonne rugosité
  - ▶ ...



13

## Reprise par usinage d'un point pivot

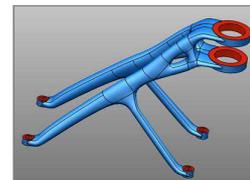
### ► Caractéristiques et contraintes

- ▶ Matière : TA6V
- ▶ Issue de SLM
- ▶ Potentiellement déformée sous les effets de la construction et du traitement
- ▶ Références à prendre sur la pièce
- ▶ Suppression des 8 supports
- ▶ Usinage des 6 zones fonctionnelles  
(alésages et surface d'appui)

### ► Résultat : reprise des surfaces

- ▶ Mise en œuvre de la mesure sur machine
- ▶ Fraisage et perçage 2D, 5 axes positionnés

➔ **Besoin de dégauchir et recalcr la pièce (palpage et best fit)**

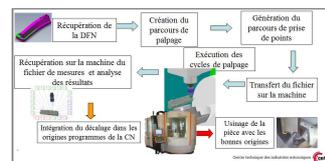


T 012.02.2017

14

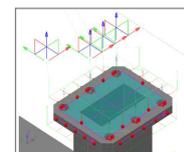
### ► Moyens de mesure sur ou hors machine pour sécuriser les opérations de reprise et finition

- ▶ Contrôler la pièce
- ▶ Valider les déformations
- ▶ Repositionner la pièce



### ► Problématique d'écart de position ou de forme sur pièce

- ▶ Mise en place d'outils pour quantifier ces écarts
- ▶ Correction des écarts par repositionnement des parcours d'outil
- ▶ Recalage (Best Fit)



T 012.02.2017

15

1 er 2.02.2017

► Moyens de serrage spécifique pour la prise de pièce

➔ Reprise des pièces issues d'optimisation topologique



- Système adaptatif par picot (à mémoire)  
(Matrix)



- Système modulaire  
(Norelem, Halder...)



16

1 er 2.02.2017

- Encapsulation  
(Impression 3D)

➔ Répartition des forces de serrage  
autour de la pièce



➔ Réduction des vibrations, des risques de déviation  
et d'endommagement des surfaces



17

## Fraisage pour la reprise et la finition de pièces Fab Add

### ► Avantages

- ▶ Solution polyvalente (opérations 2D, 3D...)
- ▶ Accessibilité grâce au 5 axes
- ▶ Pas de problème sur Ra de départ ( Ra >> 20µm)
- ▶ Pas de limite sur la taille des pièces à reprendre
- ▶ Suppression possible des supports accessible
- ▶ Recalage de la pièce sur machine (palpage, dégauchissage)
- ▶ Usinage de tous les matériaux

### ► Limites

- ▶ Rigidité de la pièce
- ▶ Moyen de bridage
- ▶ Canaux et forme interne (si pas d'accessibilité)



1 er 2.02.2017

18

## Cellule d'usinage pour la reprise des pièces issues de fabrication additive à St-Etienne

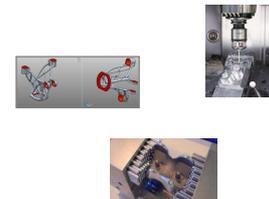
### ► Machine 5 axes continu Hermle

- ▶ Volume pièce: Ø 450 haut. 355 mm
- ▶ Cinématique: A / C +/- 120 °
- ▶ Broche HSK63 18 000 tr/min



### ► Equipements associés

- ▶ Système de dégauchissage, palpage
- ▶ Mesure sur machine, Best fit, logiciel Autodesk...
- ▶ Logiciels de programmation Cfa0 Autodesk, WorkNc...
- ▶ Moyens de bridage Norelem,, Halder, Matrix...



### ► Prestations

- ▶ Etude de faisabilité et de pré industrialisation



1 er 2.02.2017

## Synthèse sur les potentiels de la technologie

- ▶ Pour la reprise des pièces issues de fabrication additive
  - ▶ Pas de limite de surépaisseur et résultat non dépendant de l'état de surface initial
- ▶ Pour l'usinage des matériaux difficiles
  - ▶ Vitesse de dissolution non dépendante de la dureté
  - ▶ Bonne usinabilité des bases nickel
- ▶ Pour la réalisation de détails fins, de textures et pour la fonctionnalisation
  - ▶ Temps de réalisation très court
  - ▶ Reproduction de détail de quelques  $\mu\text{m}$  à plusieurs millimètres
- ▶ Pour le polissage et la finition de surface
  - ▶ Etat de surface poli miroir (Jusqu'à  $Ra\ 0,03\mu\text{m}$ ) sur des aciers chargés en chrome et  $Ra < 0,2\ \mu\text{m}$  sur la majorité des aciers
- ▶ Pour la réalisation d'outillage
  - ▶ Temps de réalisation jusqu'à 7 fois inférieur par rapport à l'EDM
  - ▶ Amélioration de la durée de vie des poinçons non traités
- ▶ Pour la maîtrise des coûts de fabrication
  - ▶ Très peu d'usure des outillages, très bonne répétabilité
  - ▶ Possibilité de réaliser des usinages en multi posages

50  
  
 Vers le futur

Etat des lieux de la fabrication de pièces par les technologies POUDRES

# Zoom sur la technologie Powder Injection Moulding et sur l'impression 3D polymère, céramique, métal

CRITT-MDTS – Jean-Marc POPOT

# La technologie PIM

## 5. Post-traitements éventuels



## 4. Frittage



Poudre métallique  
ou céramique

Liant (polymères)

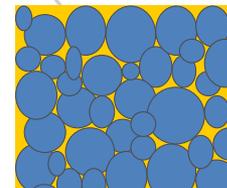


Feedstock

Lock



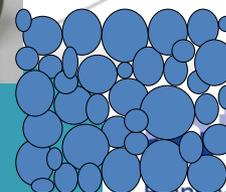
## 2. Injection



Liant / Poudre



## 3. Déliantage



# La technologie PIM

## MIM

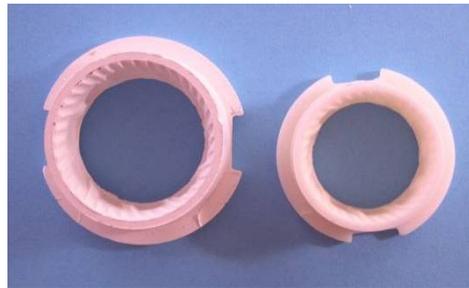
Metal Injection Molding



+

## CIM

Ceramic Injection Molding



=

## PIM

Powder Injection Molding

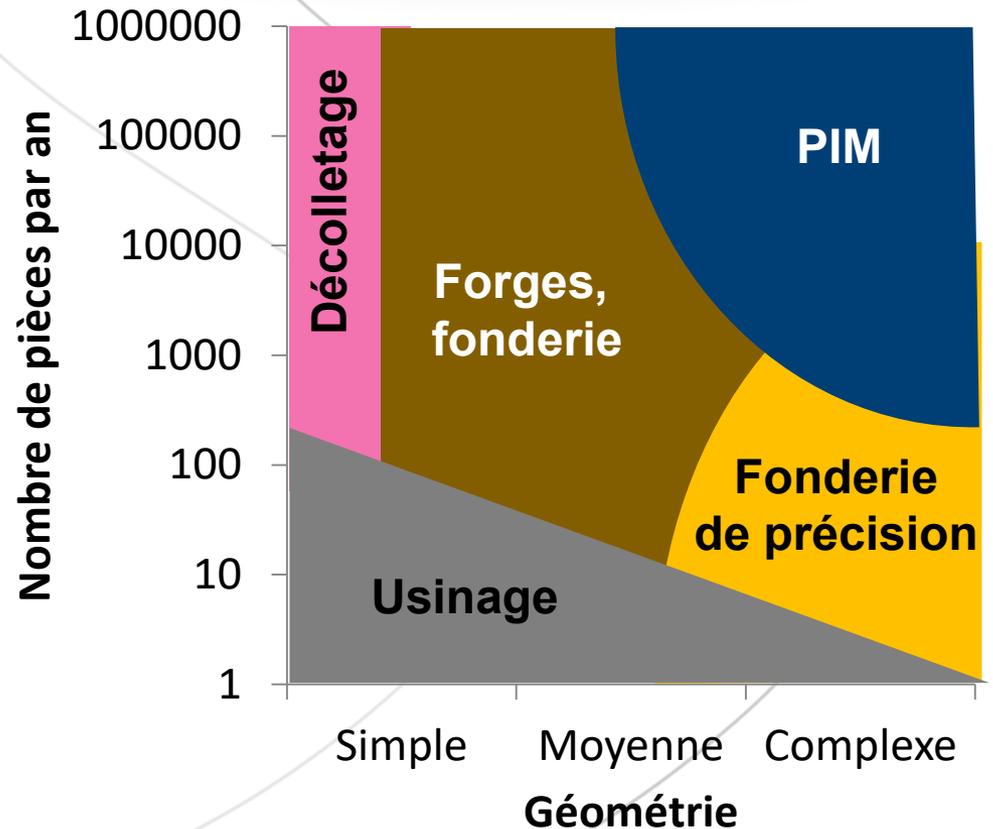


# Positionnement de la technologie PIM



Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

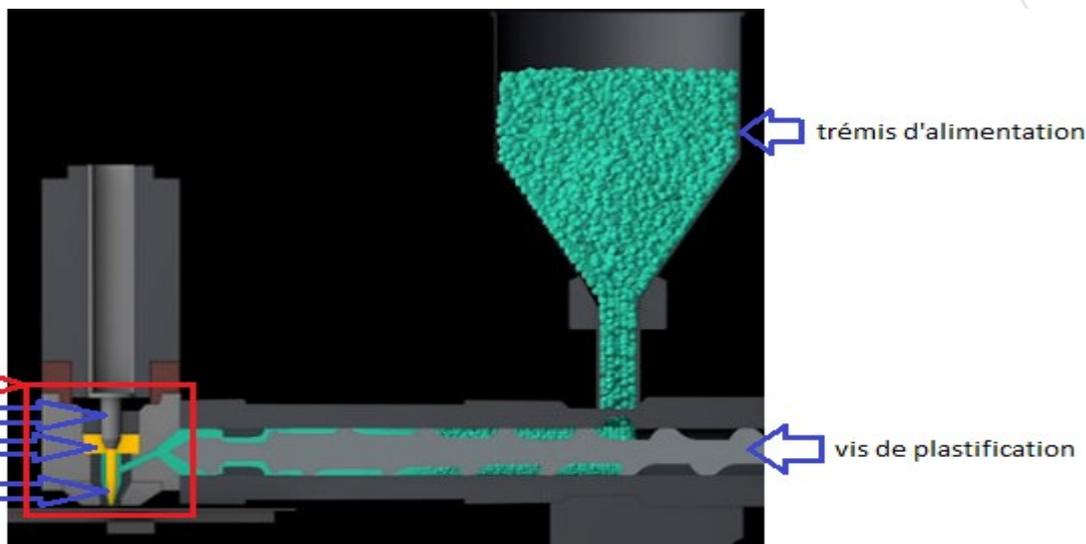
- Géométrie complexe
- Jusqu'à quelques  $\text{cm}^3$
- Moyenne à très grande série



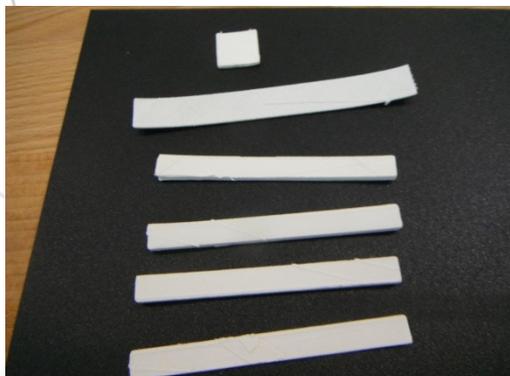
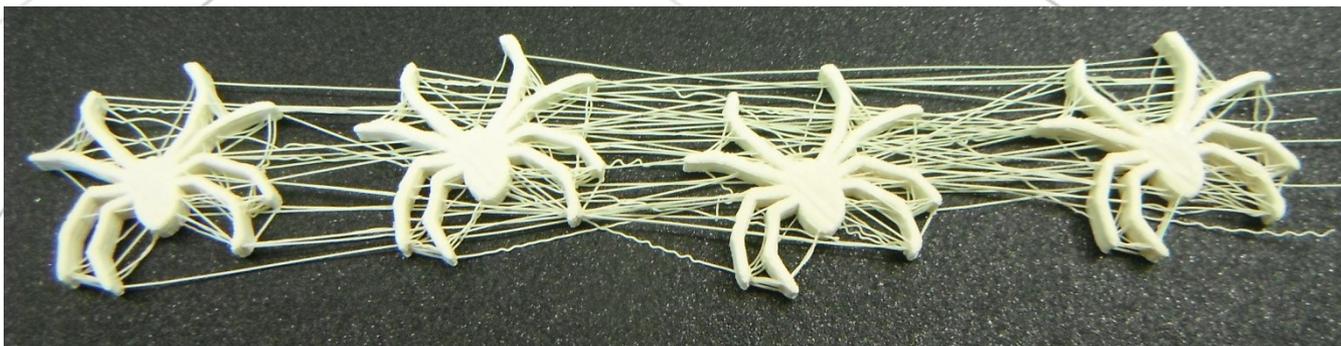
# PIM et fabrication additive

## Travaux du CRITT-MDTS

- Idée: remplacer l'étape d'injection plastique par une étape d'impression 3D ⇒ Projet 3DPIM (2014-2016)
- Acquisition de la machine de fabrication additive « Freeformer » de Arbürg (2015)



Travail sur des pièces en zircone yttrée:



### Bilan:

- Nous avons prouvé qu'il est possible d'imprimer des pièces en zircone yttrée avec de bonnes caractéristiques microstructurales et physico-chimiques
- Nous sommes pour l'instant limités à des pièces de petite taille et de forme assez simple
- Il faut trouver des solutions pour limiter l'usure de la buse lors de l'impression de feedstock
- Le processus d'ouverture/fermeture de la buse doit être optimisé

# PIM et fabrication additive

## Beaucoup d'initiatives

### « PIM like »

- Conclusion du rapport 2018 McKinsey « Factory of the future »:  
*If you only remember two technologies from this paper, they should be Additive Manufacturing and MIM*
- Commercialisation par BASF du « Ultrafuse 316LX », fil composite Inox 316L/polymère pour imprimantes à fusion de fil polymère
- Tous les acteurs majeurs du PIM annoncent qu'ils travaillent sur le sujet  
[www.pim-international.com](http://www.pim-international.com) (juin 2018)



3kg Ultrafuse 316LX filament spool

# PIM et fabrication additive

## Ils travaillent sur le « PIM like »

### Industriels

#### *Producteurs*

- Alliance-MIM (France)
- SAFRAN (France)

#### *Fournisseurs matière première*

- BASF (Allemagne)

### *Fabricants de machines*

- Digital Metal (Suède)
- Desktop Metal (USA)
- ExOne (USA)
- Markforged (USA)
- Xjet (Israël)
- AIM3D (Allemagne)

### Laboratoires

- CRITT-MDTS (France)
- CEA LITEN (France)
- FOTEC (Autriche)

- Fraunhofer IKTS (Allemagne)
- RHP Technology (Autriche)
- Universidad de Castilla la Mancha (Espagne)
- Université de San Diego (USA)

- Rappel des principes d'impression:
  - Polymérisation d'un précurseur liquide  
Stéréolithographie, Digital Light Processing (DLP), Continuous Liquid Interface Production (CLIP)
  - Fusion sélective, couche par couche, d'un lit de poudre  
Selective Laser Sintering (SLS)
  - Dépôt de matière en fusion  
Fused Deposition Modeling (FDM), Freeformer
  - Stratoconception

# Polymères et impression 3D

## Atouts et limites

- **Atout:**
  - Technologies peu onéreuses et accessibles  
Notamment FDM
- **Limites:**
  - Les problème généraux de l'impression 3D  
lenteur, maîtrise du procédé nécessitant beaucoup de savoir-faire, état de surface
  - Faibles caractéristiques des pièces obtenues  
Procédés mal adaptés aux polymères technique ou chargés,  
caractéristiques générales très inférieures aux polymères injectés

# Polymères et impression 3D

## Les pistes de progrès

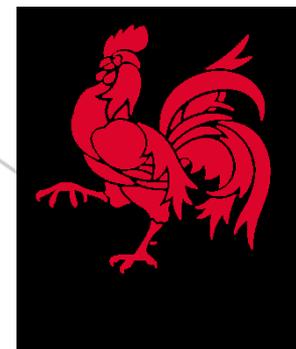
- La matière première:
  - Créer des formulations spécialement adaptées pour les procédés d'impression 3D
  - Elaborer des charges adaptées
- Les procédés:
  - Accroître la densité des pièces obtenues
  - Préserver la cristallinité des polymères imprimés
  - Maîtriser la mise en forme de polymères chargés
- Les pré et post-traitement
  - Prétraitement des charges
  - Post-traitement des pièces obtenues

## Merci de votre attention



Jean-Marc POPOT  
jm.popot@critt-mdts.com

Delphine AUZÈNE  
d.auzene@critt-mdts.com



# *Développement innovant en fabrication additive – soustractive – hybride*

*(céramique – composite – métal)*

*Xavier Buttol, Dorian Deschuyteneer, Fabrice Petit*

CRIBC

*x.buttol@bcrc.be*



Avec le soutien du Fonds Européen de Développement Régional



## AVANTAGES

*Mass customization, Near Net Shape, short Time to market, cost reduction, complex shapes, raw materials economy, ...*

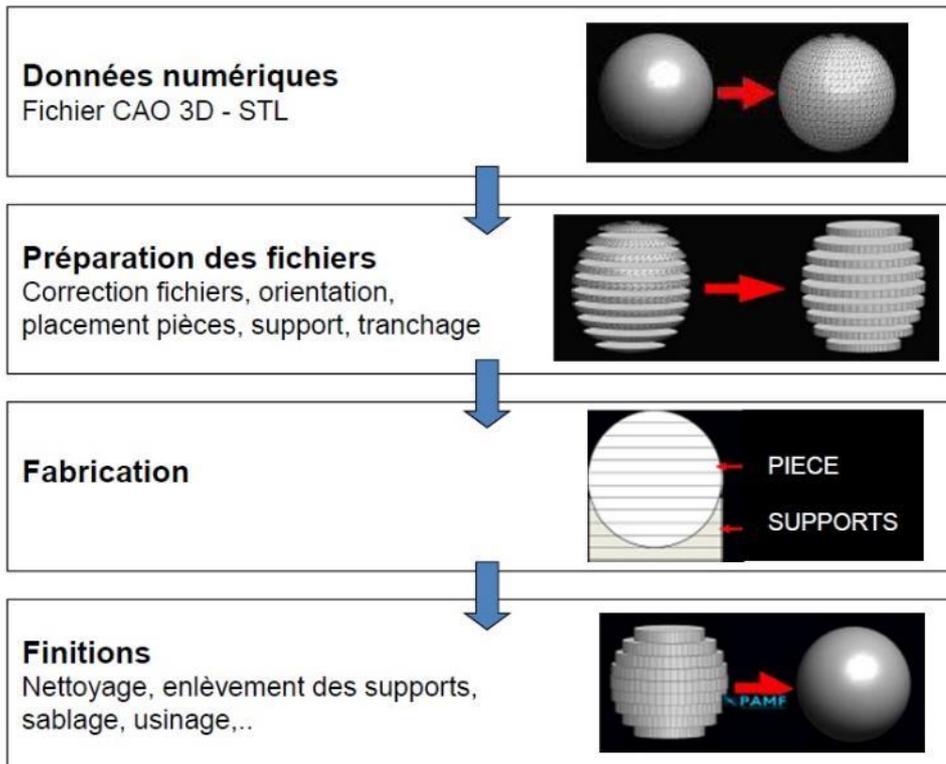
METAL AM : OK

Polymer AM: OK

CERAMIC AM : ?

## Définition :

Procédé de mise en forme d'une pièce par ajout de matière grâce à l'empilement de couches successives en opposition aux procédés par retrait de matière, tel que l'usinage (*ASTM F2792-10*).



## 3 entrées dans tout processus AM :

- CAO
- Matière première
- Energie

2 grandes familles (ASTM 17296)



## Définition :

L'objet est mis en forme et ses propriétés finales obtenues en une seule étape (aucun post traitement thermique).

**Plus pertinent "a priori" mais plus complexe à maîtriser**

## Définition :

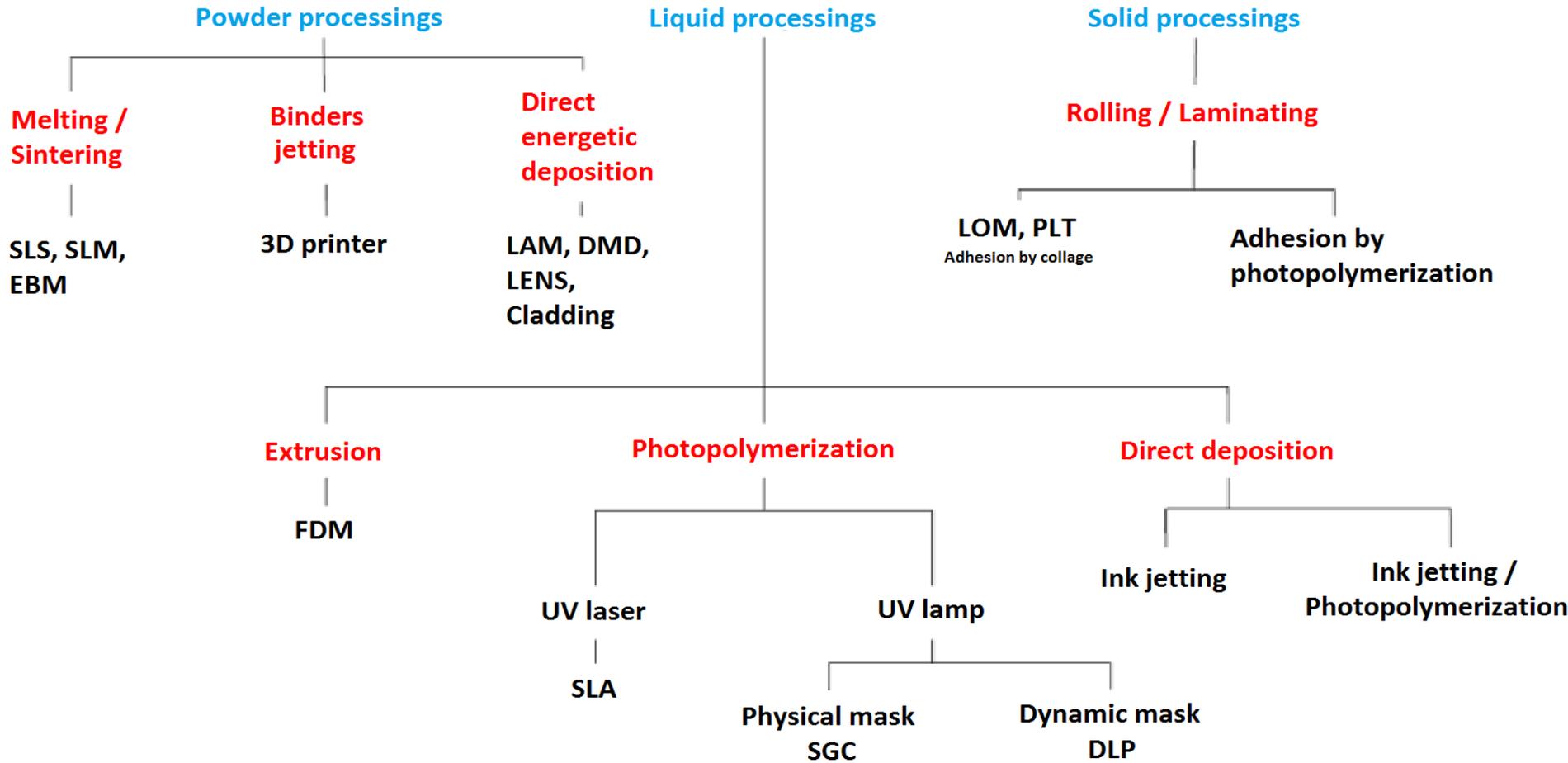
L'objet est mis en forme par technique additive et ses propriétés finales obtenues par frittage (post traitement thermique).

**Moins efficient "a priori" mais plus aisément maîtrisable**

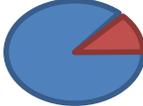
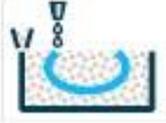
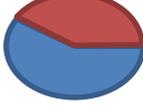
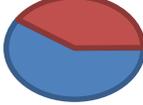
**Plusieurs technologies mais :**

Aucune approche n'est actuellement pleinement satisfaisante.

# Mise en forme par procédé additif

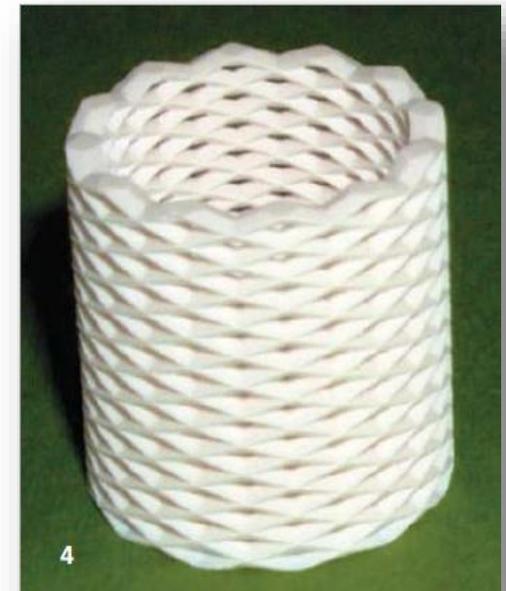
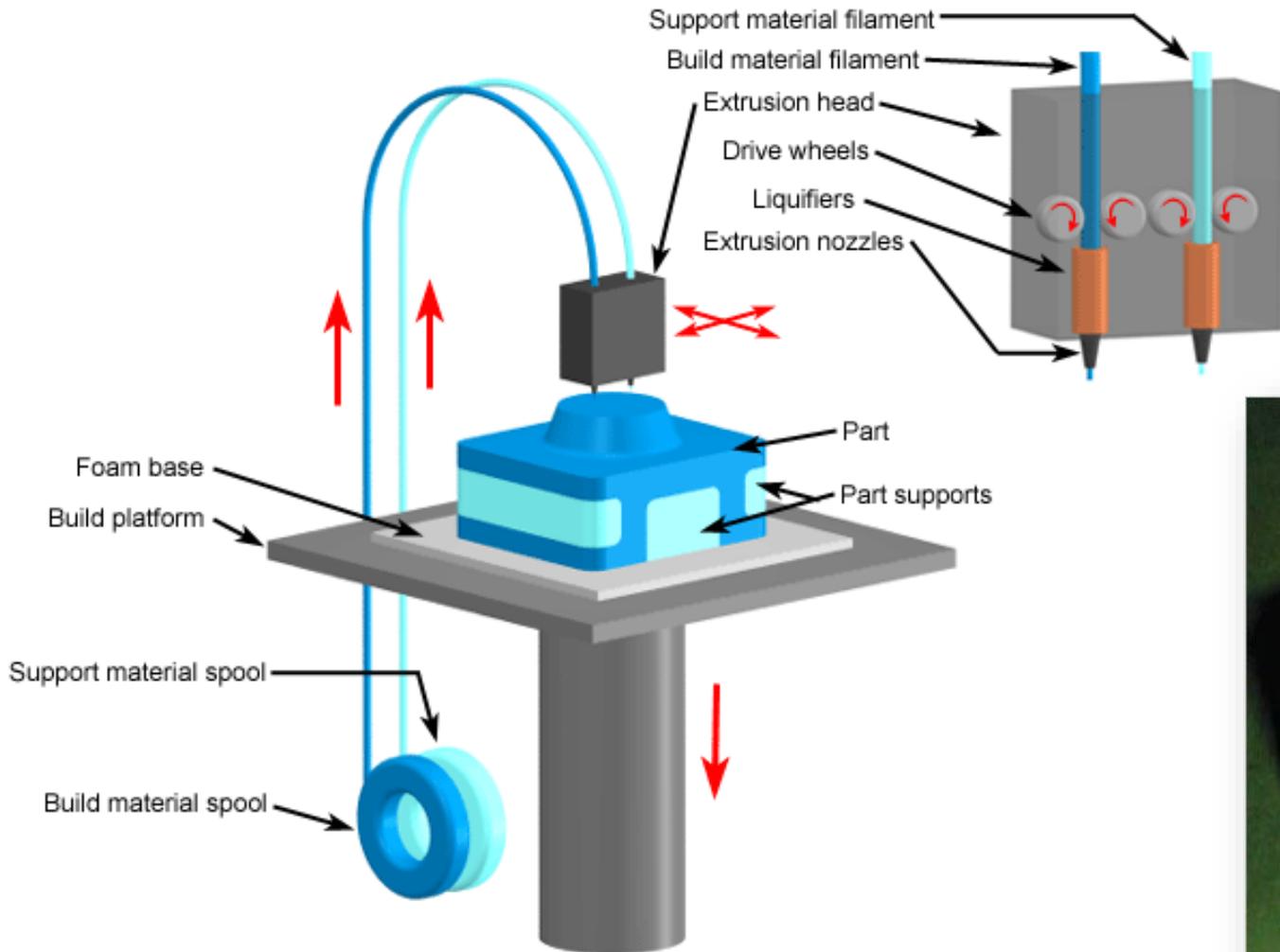


# Quelles sont les technologies additives existantes pour les céramiques ?

Technologies		Matériaux	Direct ?	Pertinence pour les céramiques
	<b>Fusion de lit de poudre</b> : fusion sélective de lits de poudres empilés par apport contrôlé de chaleur (laser, faisceau d'électron)	Polymères, métaux, Céramiques.	Oui	
	<b>Dépôt dirigé d'énergie</b> : fusion de la matière en même temps que son apport	Polymères, métaux.	Oui	
	<b>Procédé de laminage</b> : empilement de tranches solides d'un matériau pour reconstituer un objet	Métaux, céramiques.	Non	
	<b>Projection de liant</b> : utilisation d'une colle pour assurer la consolidation sélective d'un lit de poudre	Polymères, métaux, céramiques.	Non	
	<b>Projection de matière</b> : construction progressive par dépôts de gouttes	Métaux, céramiques.	Non	
	<b>Extrusion de matière</b> : apport sélectif de matière au travers d'un orifice ou d'une buse	Polymères, Métaux, céramiques.	Non	
	<b>Photopolymérisation</b> : photoréticulation sélective d'une résine photosensible par rayonnement UV	Polymères, Métaux, céramiques.	Non	



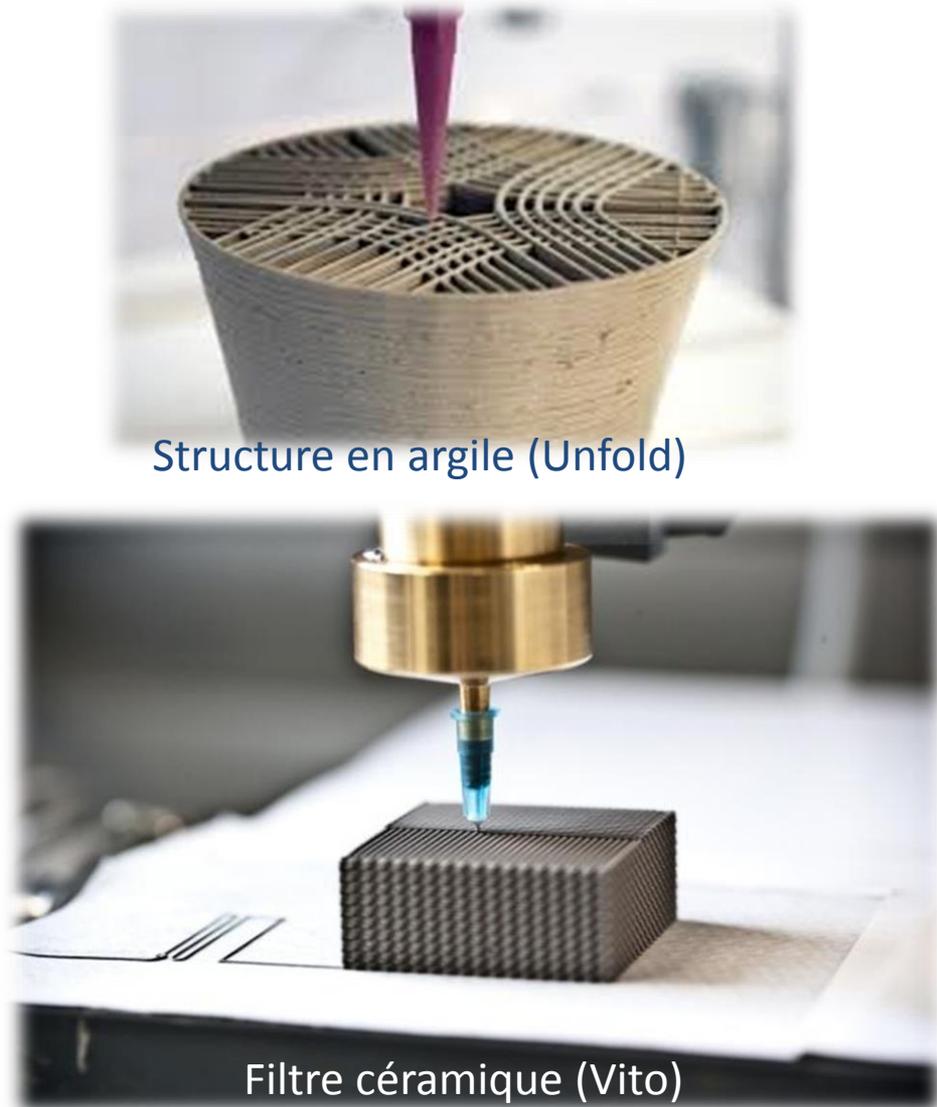
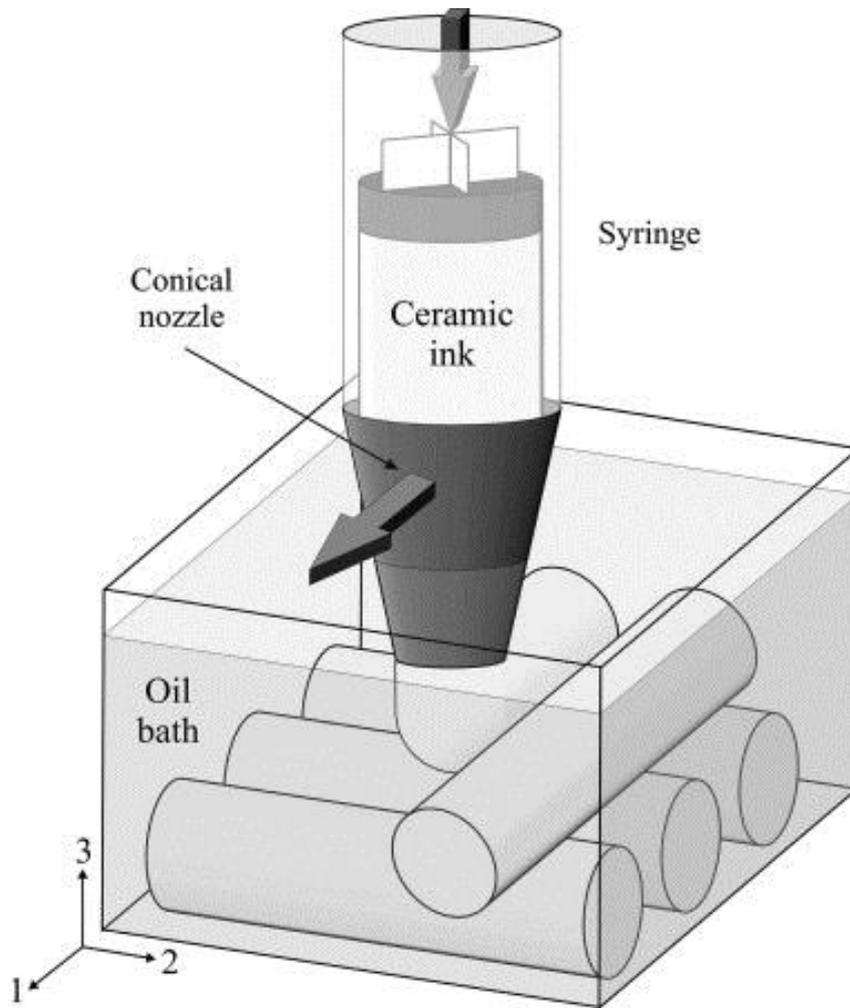
# Méthode par impression thermoplastique (FDM : Fused Deposition Modeling)



4  
*Pièce frittée en zircone  
Source : Fraunhofer IKTS*



# Methode par extrusion directe (Robocasting)





# Methode par extrusion directe (Robocasting)

**Robocasting + post-usinage = hybridation**



Robocasting seul

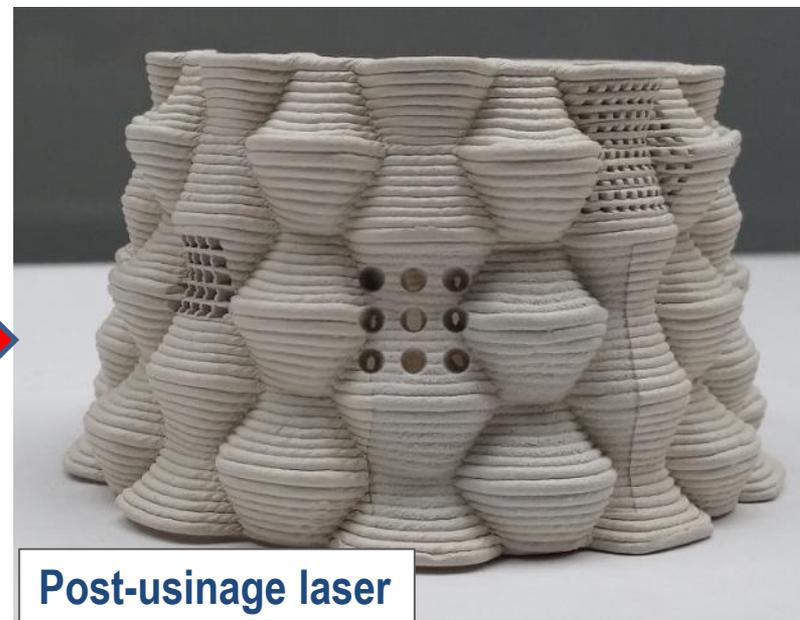
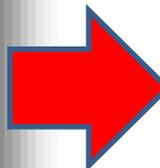


6 cm

Diamètre des cordons extrudés :

approx. 1 mm →

Mise en forme rapide mais  
résolution très limitée



Post-usinage laser

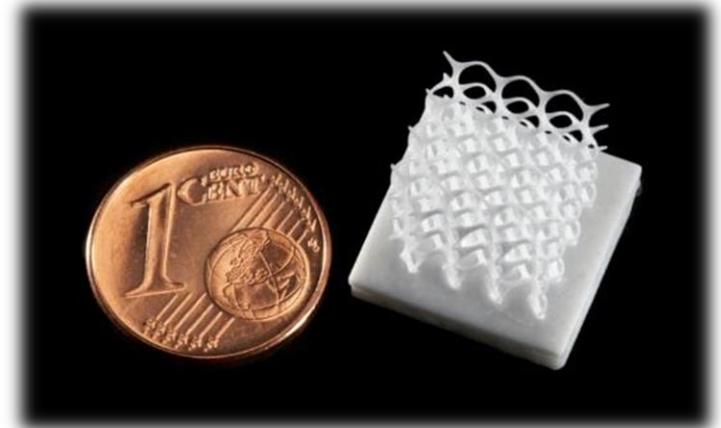
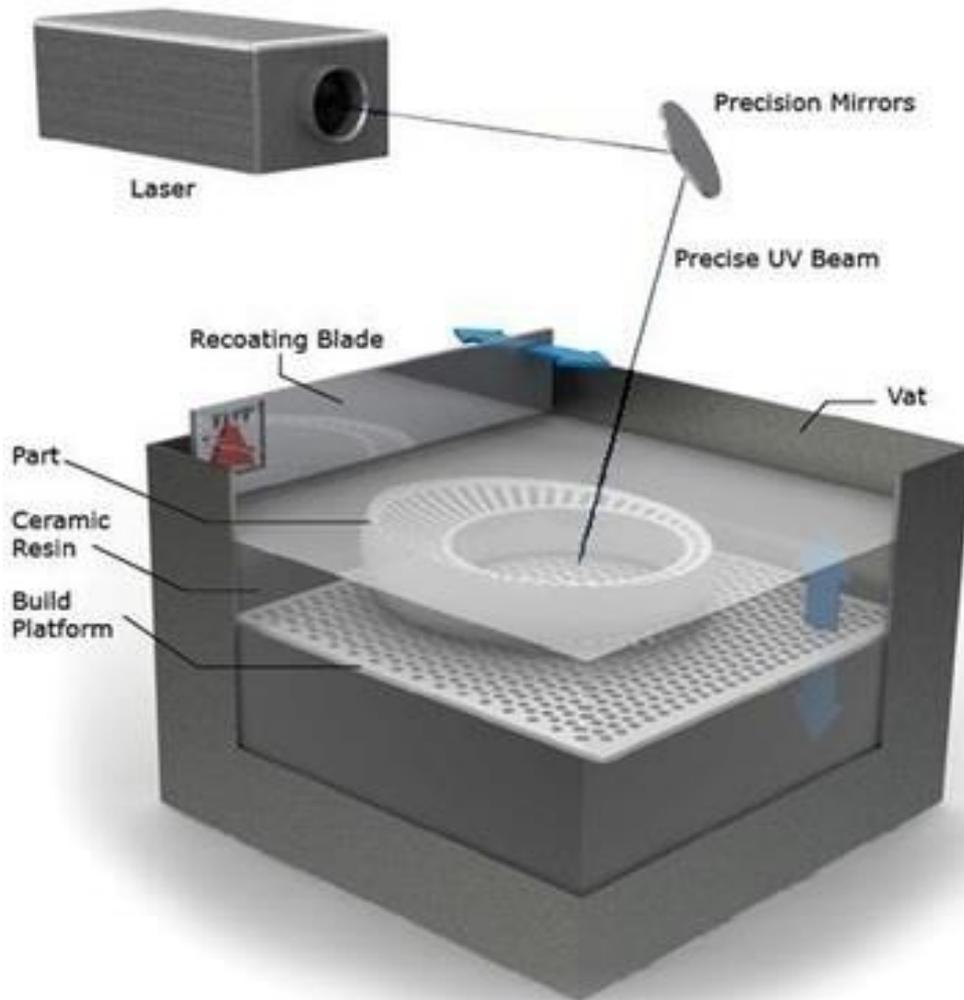


# Méthode par projection de matière au goutte par goutte





# Methode stéréolithographique (SLA : StereoLithography Apparatus)



Pièces en alumine (Lithoz)





# Methode stéréolithographique (SLA : StereoLithography Apparatus)



**Marque** : Admatec

**Principe** : Stéréolithographie céramique

**Volume de fabrication** : 128x80x200 mm<sup>3</sup>

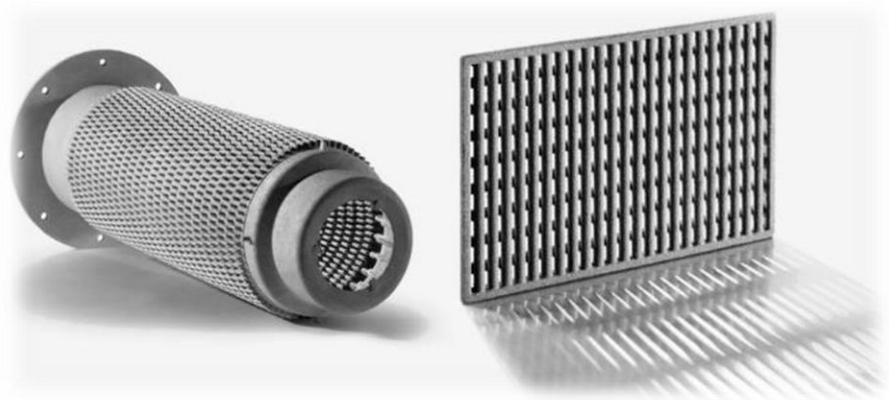
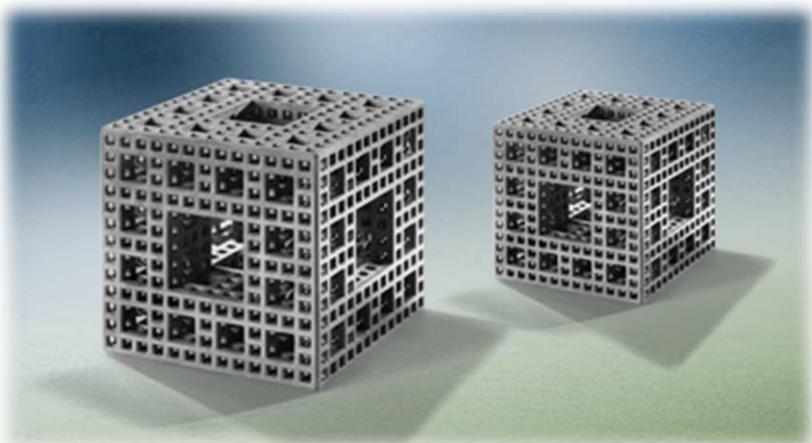
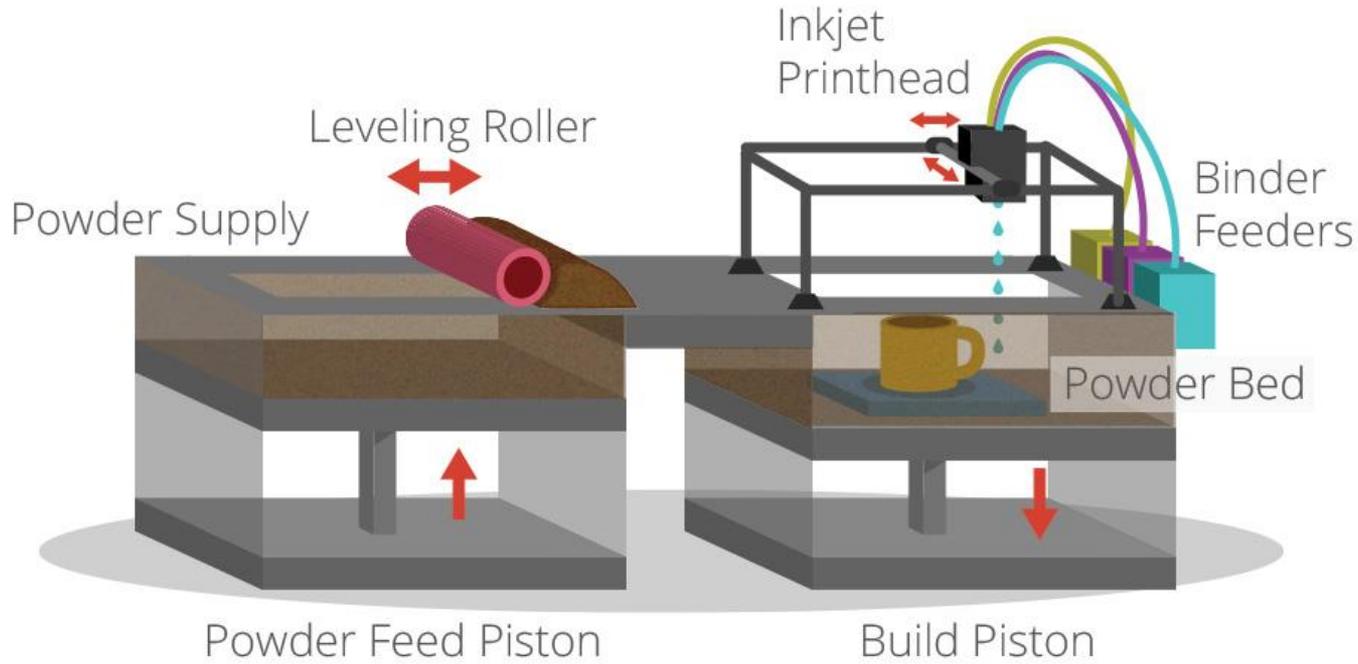
**Matériaux** : Alumine, zircone, ATZ, Silice fondue, Hydroxyapatite

Admaflex 130



# Methode par Impression 3D – Binder Jet

## (3DP : 3D printing)



Pièces en RBSic (Schunck)



# Methode par Impression 3D – Binder Jet (3DP : 3D printing)

## Binder Jet Hybride



**Objectif : Améliorer les densités des objets & leurs états de surface**

### Approche:

- Système innovant de mise en couche accroissant la densité à cru et frittée
- Utilisation d'un laser pour la reprise périphérique des couches imprimées et améliorer les états de surfaces finaux



# Methode par Impression 3D – Binder Jet (3DP : 3D printing)

## Binder Jet Hybride

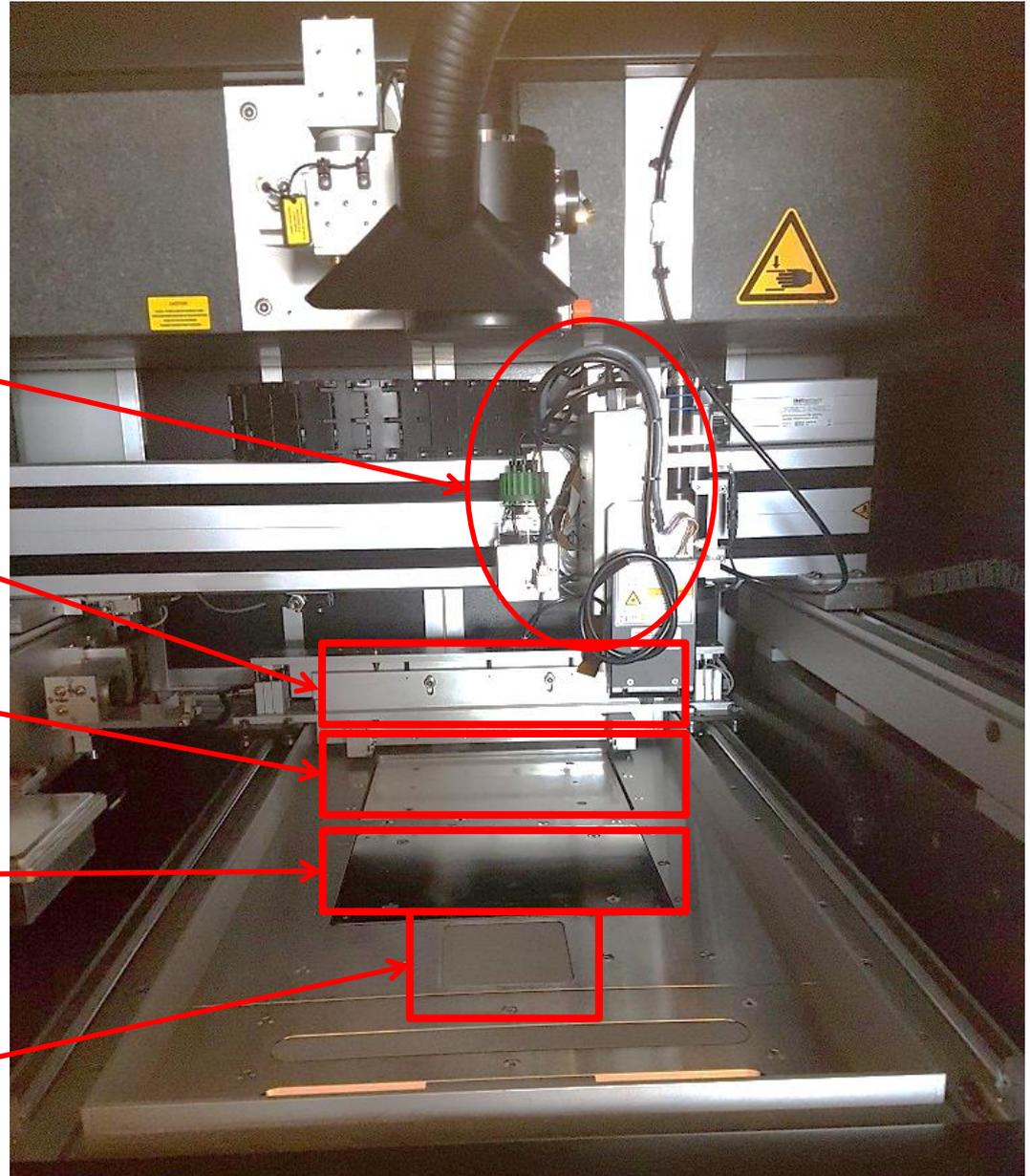
Tête laser  
(frittage sélectif, usinage)

Racle mécanique

Bac d'alimentation en poudre  
(20 cm x 29 cm)

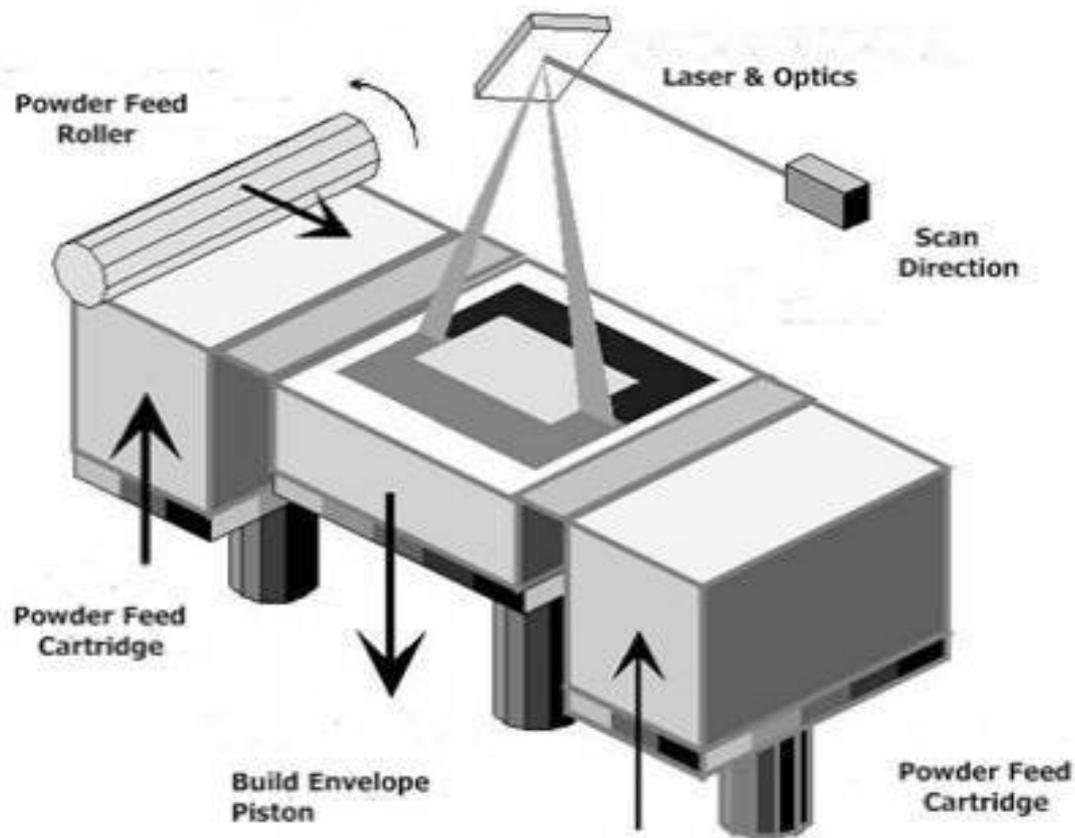
Grand bac de fabrication  
(20 cm x 29 cm)

Petit bac de fabrication  
(10 cm x 10 cm)





# Methode par frittage/fusion laser (SLS/SLM: Selective Laser Sintering/Melting)





# Methode par frittage/fusion laser (SLS/SLM: Selective Laser Sintering/Melting)

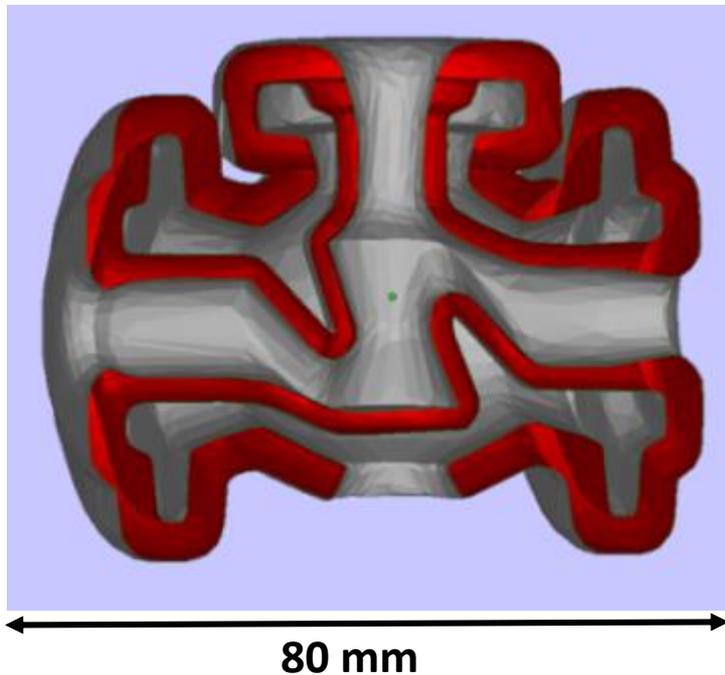


## Renishaw AM 125

- Puissance max laser = 200 W (cw)
- Longueur d'onde Laser = 1070 nm
- Taille du spot = 35 à 200  $\mu\text{m}$
- Volume de fabrication = 125 x 125 x 125 mm
- Epaisseur min couche = 10  $\mu\text{m}$
- Vitesse de construction = 2 à 10  $\text{cm}^3/\text{h}$



# Methode par frittage/fusion laser (SLS/SLM: Selective Laser Sintering/Melting)



Moule de fonderie en alumine réalisé  
Au CRIBC par fusion sélective laser,



# Methode par frittage/fusion laser (SLS/SLM: Selective Laser Sintering/Melting)



Pièces en Alumine (CRIBC)

## Technologies alternatives disponibles dans Tech2Fab

# Usinage laser en cru des céramiques et usinage hybride en cru des céramiques

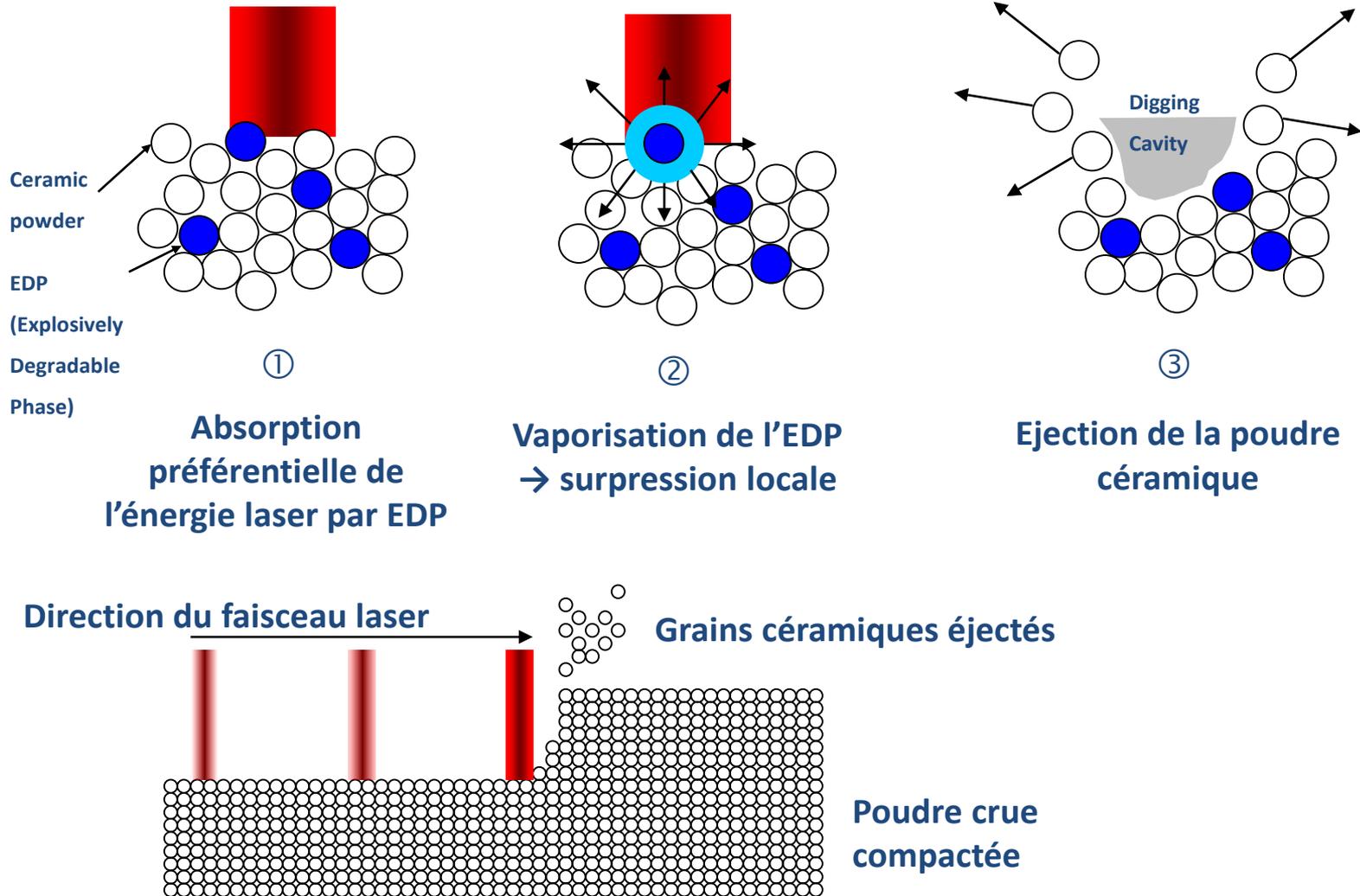


Avec le soutien du Fonds Européen de Développement Régional

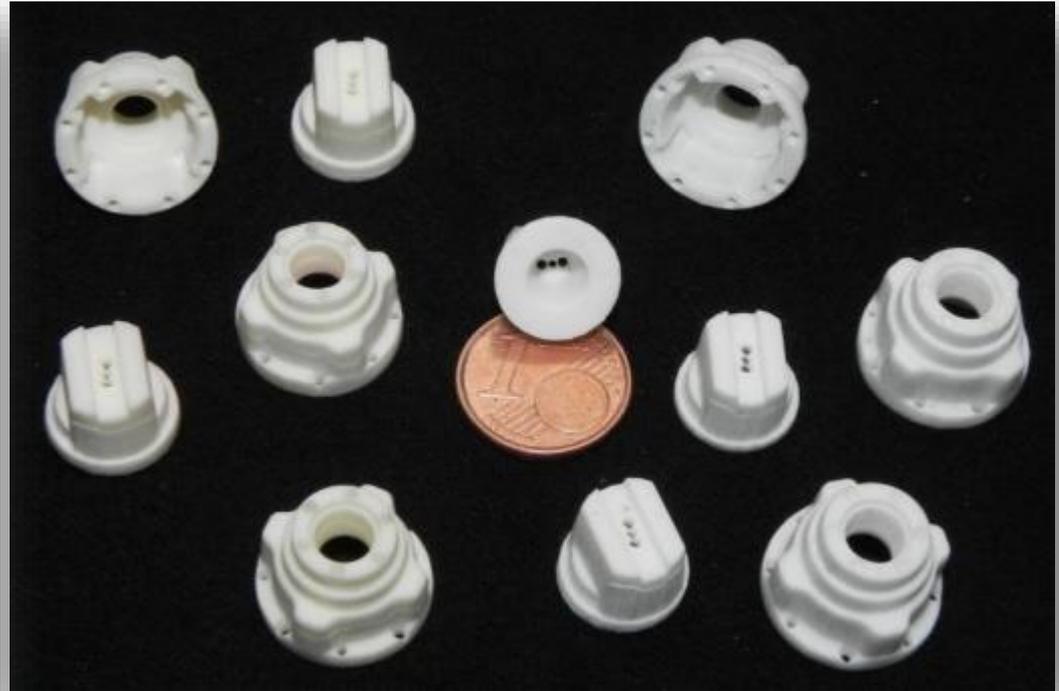
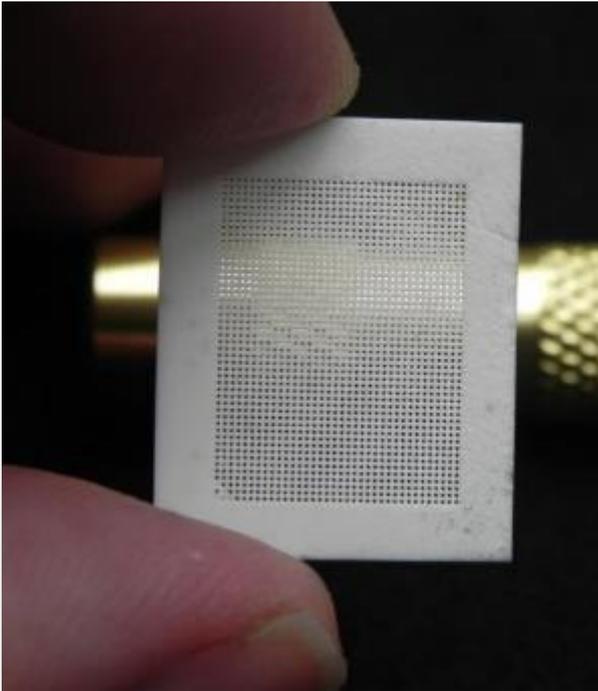
# USINAGE LASER EN CRU DES CÉRAMIQUES

# Usinage laser en cru des céramiques

*Brevet WO/2012/164025 - PCT/EP2012/060261*

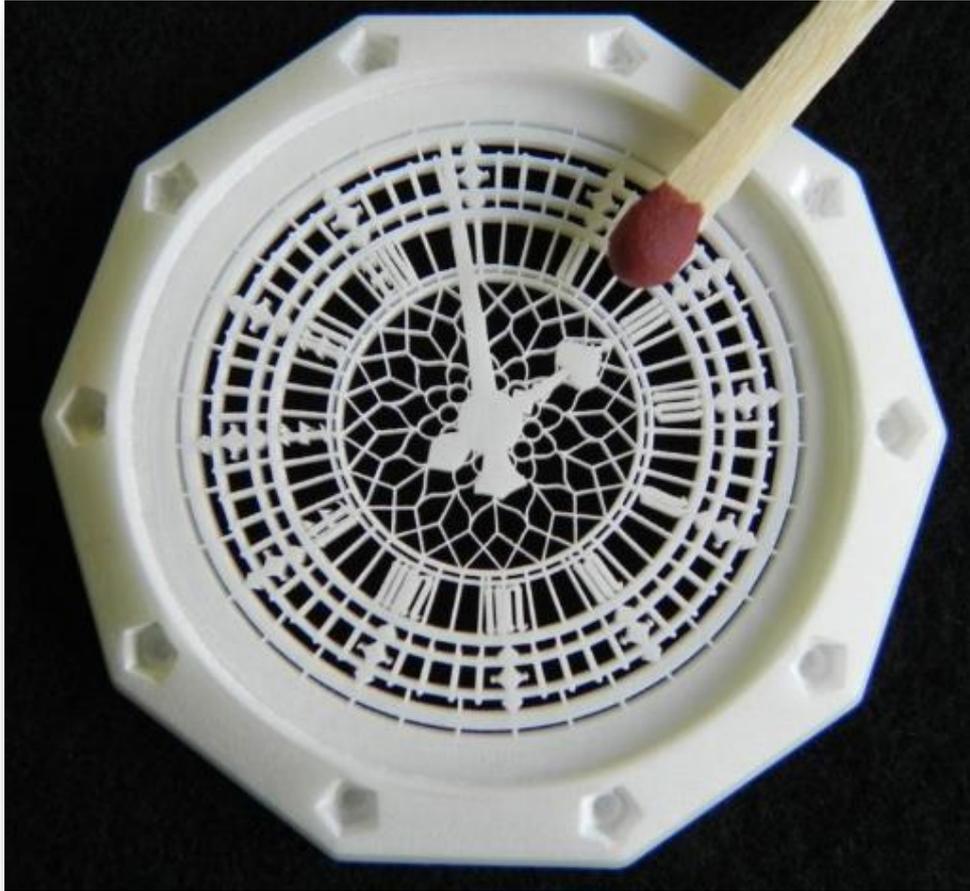


# Usinage laser en cru des céramiques



Pièces céramiques en zirconium oxyde  
ytrium

# Usinage laser en cru des céramiques



Matériau : Zircone blanche  
Temps d'usinage : 1h  
Epaisseur minimale < 100  $\mu\text{m}$

# Usinage laser en cru des céramiques



Zircone yttrée,  
usinée en cru



Zircone yttrée,  
usinée en cru, frittée

# USINAGE HYBRIDE EN CRU DES CÉRAMIQUES

## Fraisage CAD/CAM

### Avantages

- Technologie industrielle mature pour les céramiques
- Taux d'ablation élevé
- Bon fini de surface

### Limitations

- Grande perte de bonne matière
- Usure / casse des outils diamantés
- Risque d'endommagement de la pièce

## Ablation Laser

### Avantages

- Adaptée aux matériaux difficilement fraisable (durs, fragiles)
- Usinage sans contact
- $\varnothing$  spot laser jusqu'à 20  $\mu\text{m}$

### Limitations

- Faible taux d'ablation sur les pièces denses
- Zone affectée thermiquement

**Fabrication hybride soustractive  
(Fraisage CAD/CAM + Ablation laser)**

→ Combinaison des avantages des deux techniques

Équipement prototype imaginé par le CRIBC & construit par OPTEC (Belgium)



## Mécanique

- 5 axes mécaniques pour le positionnement et l'usinage
- 3 axes optiques (xy et z focus rapide)

## Optique

- Caméra numérique haute résolution

## Outils d'usinage

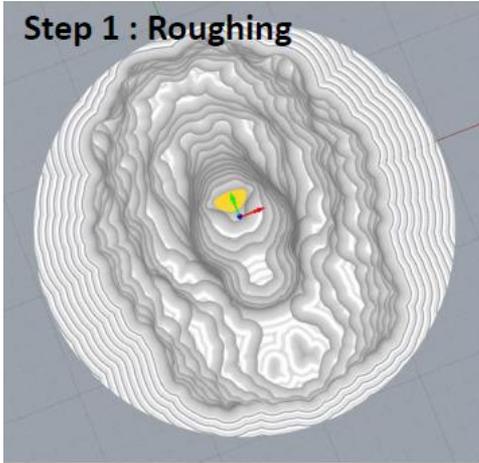
- 1 source laser ns (IPG 100 W moyenne)
- 1 source laser fs (Amplitude systems 10 W moyenne)
- 1 micro-fraiseuse (400 W, 30 000 rpm)

## Scanner for 3D reconstruction

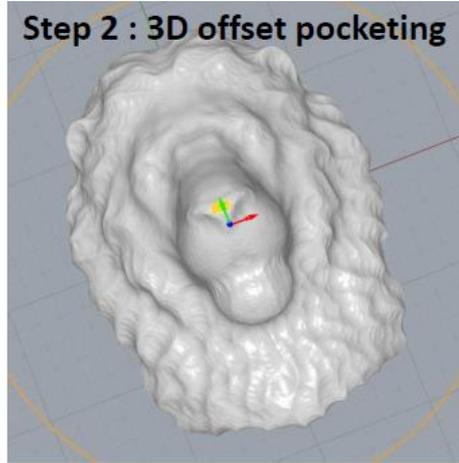
- 1 scanner laser-ligne intégré (micro-epsilon)

+ Possibilité de passer d'un outil à l'autre ...

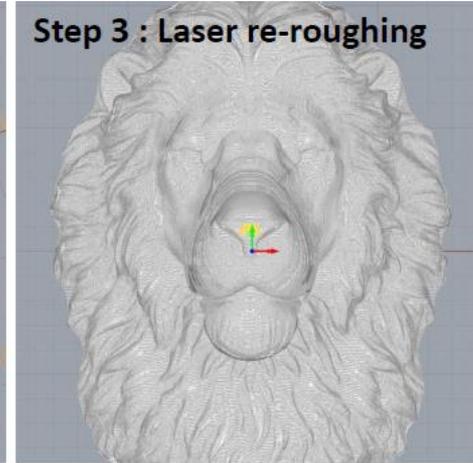
Step 1 : Roughing



Step 2 : 3D offset pocketing



Step 3 : Laser re-roughing



Temps ~10 min



Temps ~1 min



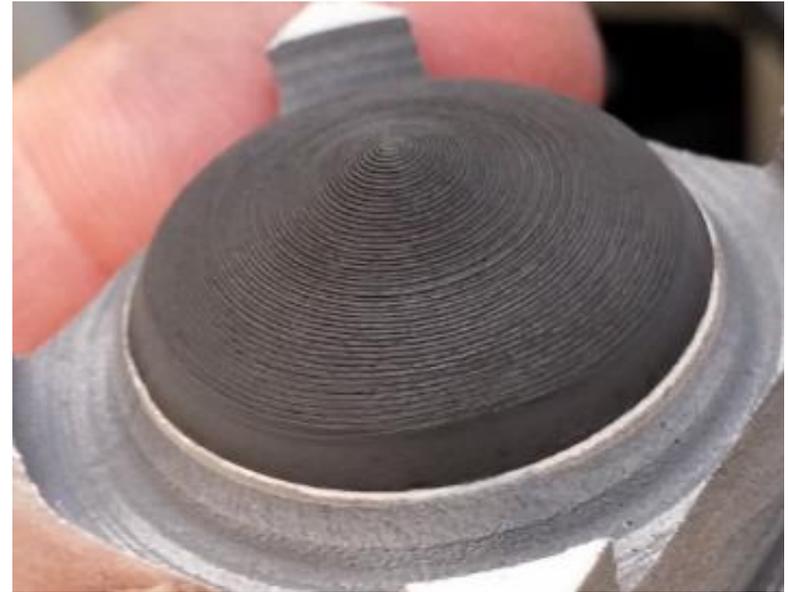
Temps ~4 min

Temps d'usinage total sans hybridation avec un outil de 50µm ~25 h

# Usinage Hybride en cru des céramiques

$\text{Al}_2\text{O}_3$   
 $\text{ZrO}_2$   
WC-Co

...



# Usinage Hybride en cru des céramiques



# Merci de votre attention

## Questions?

Xavier Buttol

Centre de Recherches de l'Industrie Belge de la Céramique

x.buttol@bcrc.be



Avec le soutien du Fonds Européen de Développement Régional

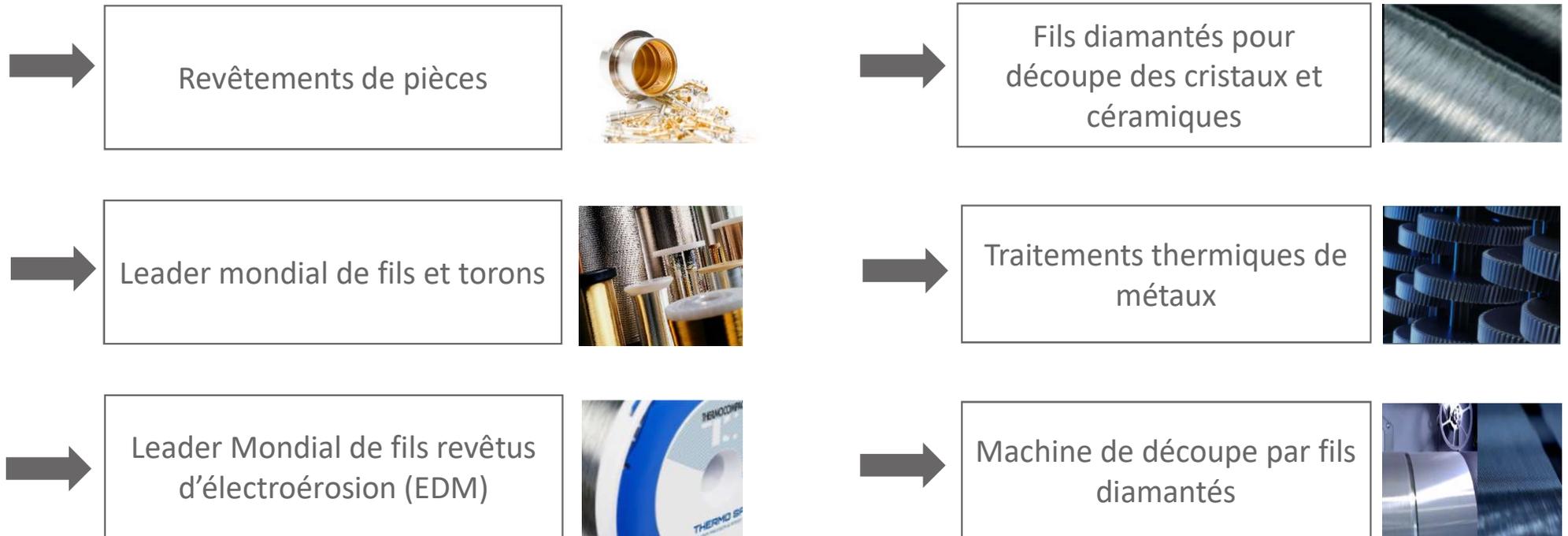


Innovative coatings and wires for high tech industry.



## EXEMPLES DE TECHNOLOGIES DE PRE ET POST TRAITEMENTS DES MATERIAUX DANS LE GROUPE THERMO-TECHNOLOGIES

# ACTIVITES DU GROUPE



# BUSINESS APPLICATIONS



**AERONAUTIC**  
Civil and military  
aircraft cables.  
Coated parts.  
EDM wire for engine



**TELECOM**  
High transmission  
cables.  
Connectors.



**MILITARY INDUSTRY**  
Coated parts.  
Advanced materials.



**MEDICAL**  
Chirurgical special  
wires.



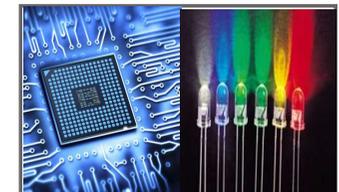
**AUTOMOTIVE**  
Coated parts.  
EDM wires for molds,  
dies and tools.  
High temperature  
cables.



**PHOTOVOLTAIC**  
Diamond wires for  
silicon wafer and  
cropping processing.

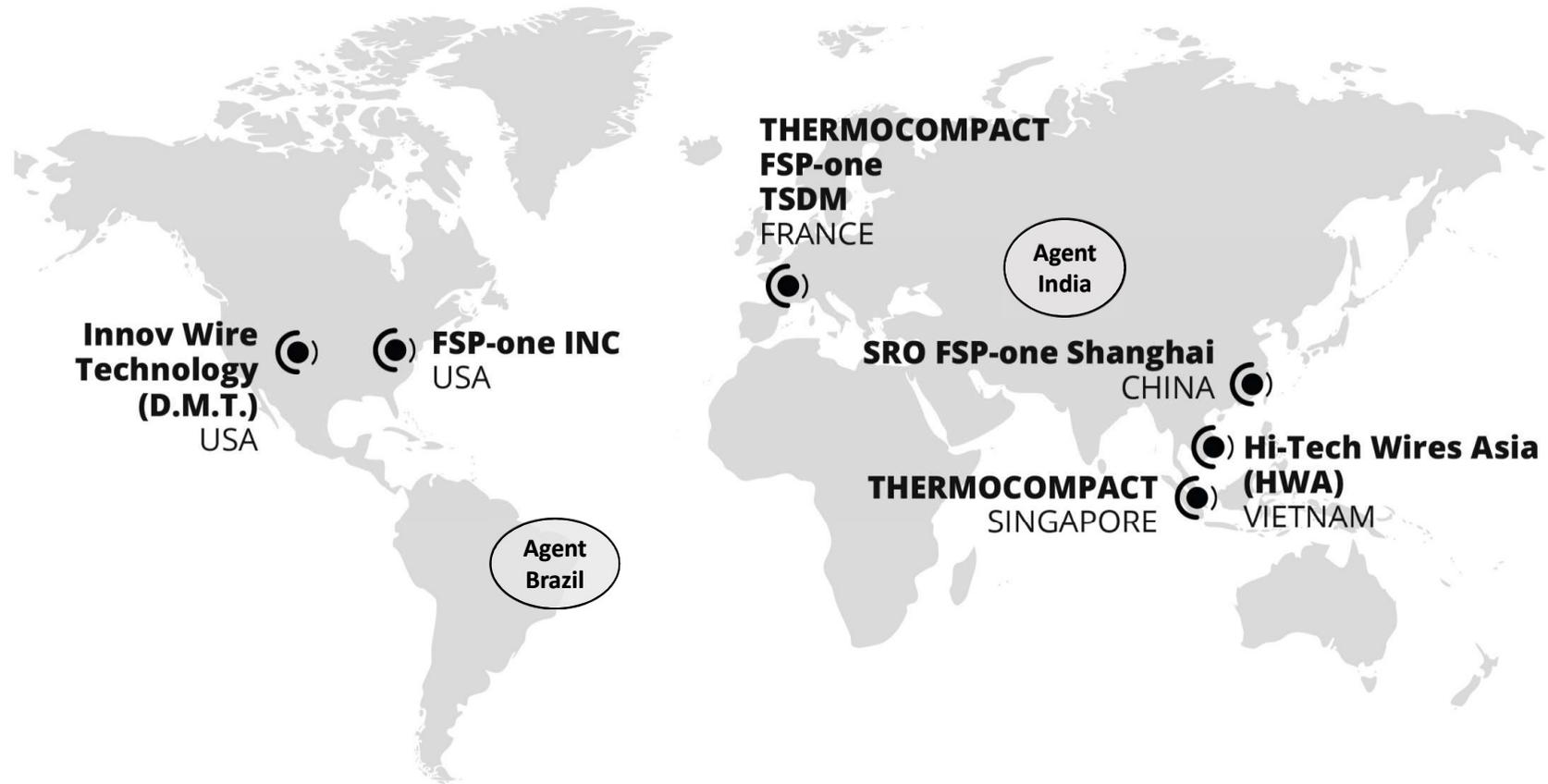


**FINE MECHANICS**  
EDM wires for  
cutting fine  
mechanics.



**ELECTRONICS**  
Connectors -  
Diamond wires for  
sapphire and silicon  
wafer.

# ACTIVITES GLOBALES ET VENTES



# BIENVENUE dans le groupe THERMO TECHNOLOGIES

- 350 employés
- Chiffre d'affaires : 80 M€
- Ventes dans plus de 50 pays
- Focalisé sur besoins clients
- Motivé par des partenariats de business
- Fabrication globale
- Fourniture 100% intégrée
- 12 ingénieurs en R&D
- Produits brevetés
- Etat de l'art pour les Produits fabriqués



# REPARTITION VENTES GROUPE THERMO TECHNOLOGIES

**Chiffre d'Affaires : 80 M€**

*Export 65%*



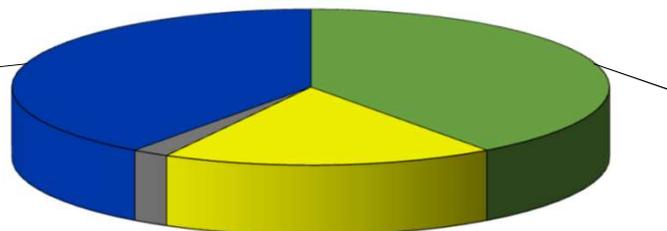
**Fils pour EDM**

4000 tonnes  
Export 95 %



**Fils spéciaux**

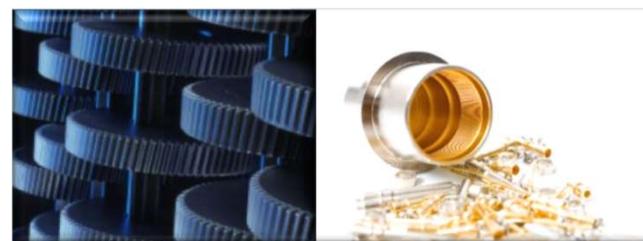
1000 tonnes  
Export 60 %



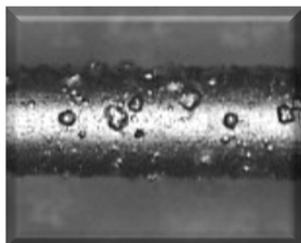
**Scies de découpe  
par fils diamantés**



**Revêtements  
Traitements thermiques**



**Fils abrasifs**



## Thèmes abordés

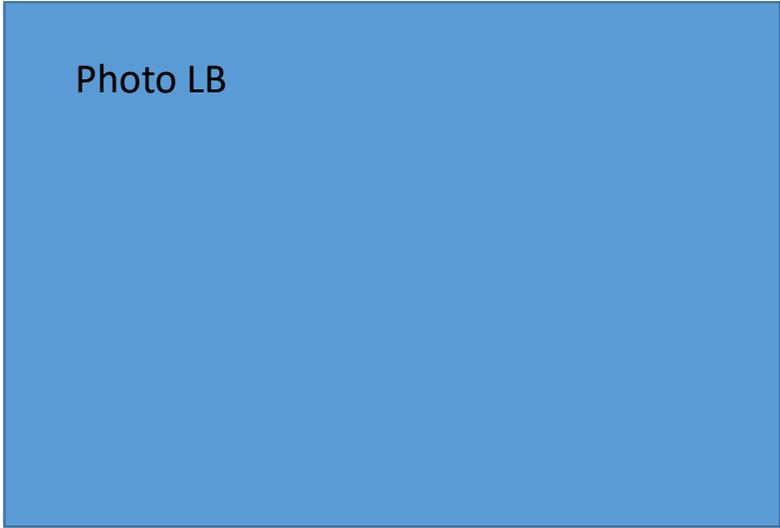
- Revêtements par voie humide
- Traitements en continu par voie sèche
- Traitements thermiques
- Découpe après frittage

## Revêtement métallique de pièces de fabrication additive 3D

- Pièce d'antenne satellite

Revêtement Ag électrolytique  
sur pièce brute sans traitement  
de densification

Photo LB



- Procédé en développement avec partenariat THALES

## Nickelage de pièces en plastique

- Revêtement multicouche (Cu chimique, Cu électro, Ni chimique)



- Procédé en développement avec partenariat ATOTECH

Préparation de surface avant revêtement électrolytique par  
procédé en *continu*

*vitesse: 5m/s      fils Cu ou CuZn diamètre 1mm*

*objectif: remplacer le couple dégraissage/activation*

- Traitement plasma atmosphérique
- Traitement laser
- Traitement cryogénique

Guide : Techniques de préparation de surface « sèches »

# PlasmaCLEANER

Chemical-free cleaning wire, tube or strip

*Idee: Plasma atmosphérique*

Élimination des résidus de dégraissage et activation

quid possibilité sur laiton?



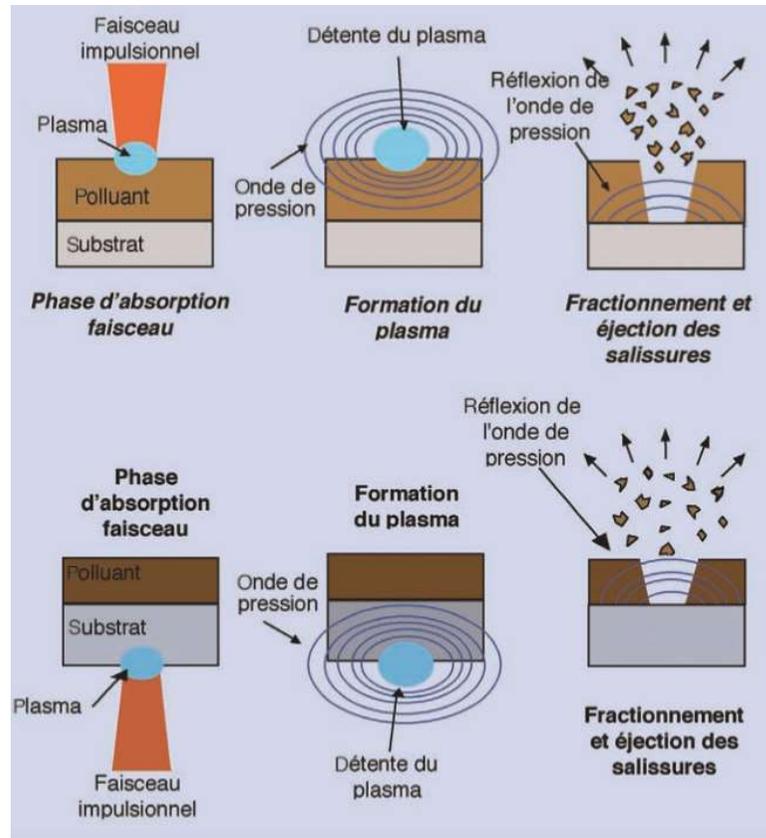
Oxidised copper wire



Plasma treated copper wire

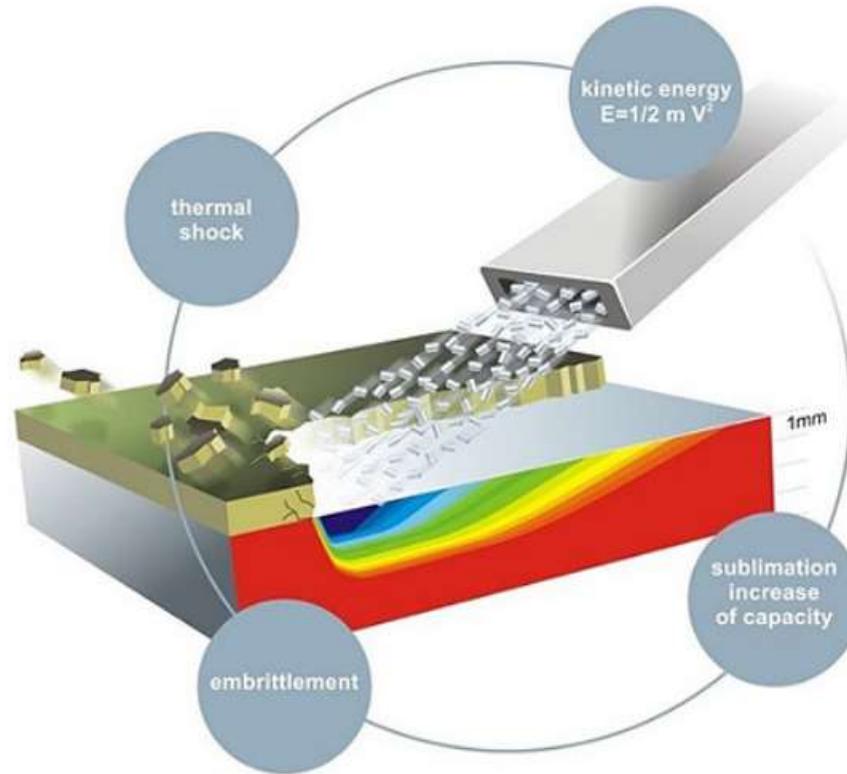
## Nettoyage de surface par laser

Quid des puissances nécessaires/ surfaces



## Nettoyage et préparation de surface par Cryogénie

Principe



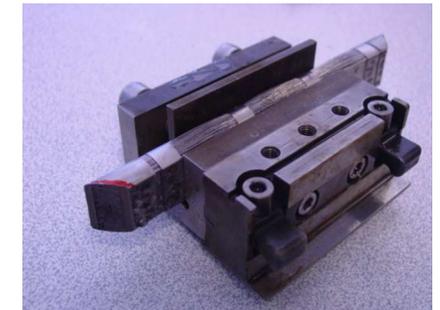
Quid efficacité sur petite cible (un fil de 1mm) ?

# Fabrication MMC pour pièces aéronautiques

- Fibres SiC revêtues par toronnage

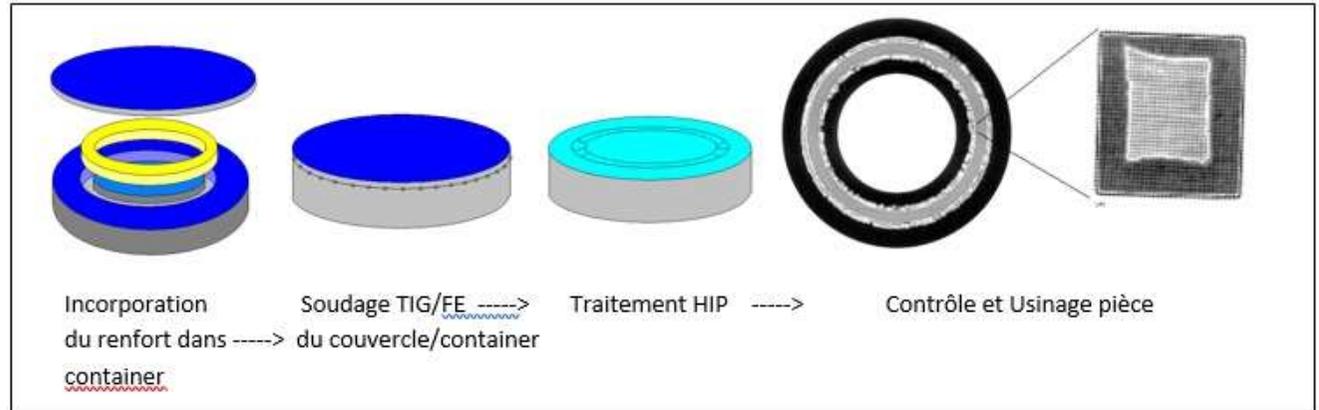


- Fabrication du renfort

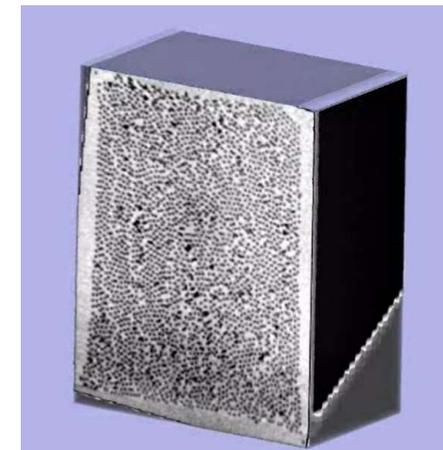
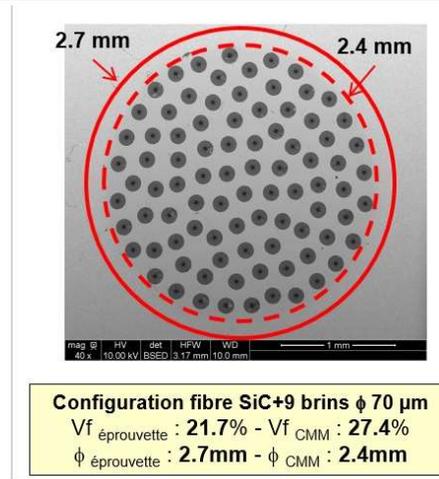


# Fabrication MMC pour pièces aéronautiques

- Liaison avec matrice



- Contrôle

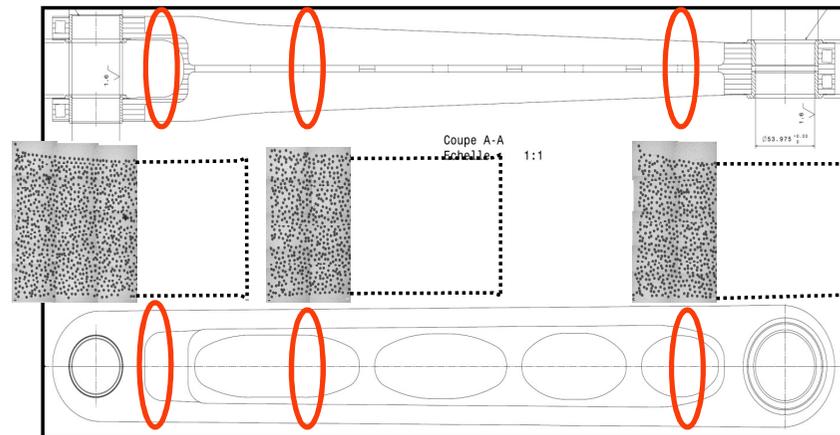


# Fabrication MMC pour pièces aéronautiques

- Usinage (barre de frein)



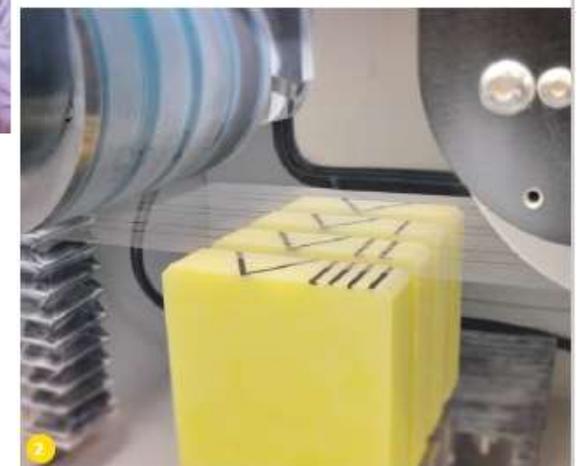
- Contrôle final



# Découpe après frittage

## Céramiques « GOS » dans détecteurs Rayons X d'un Scanner

- Mélange de poudres (Gd<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S)
- Frittage HIP
- Découpe des wafers (plaques) sur machine IWT multifils



Courtoisie de Siemens Healthineers GmbH

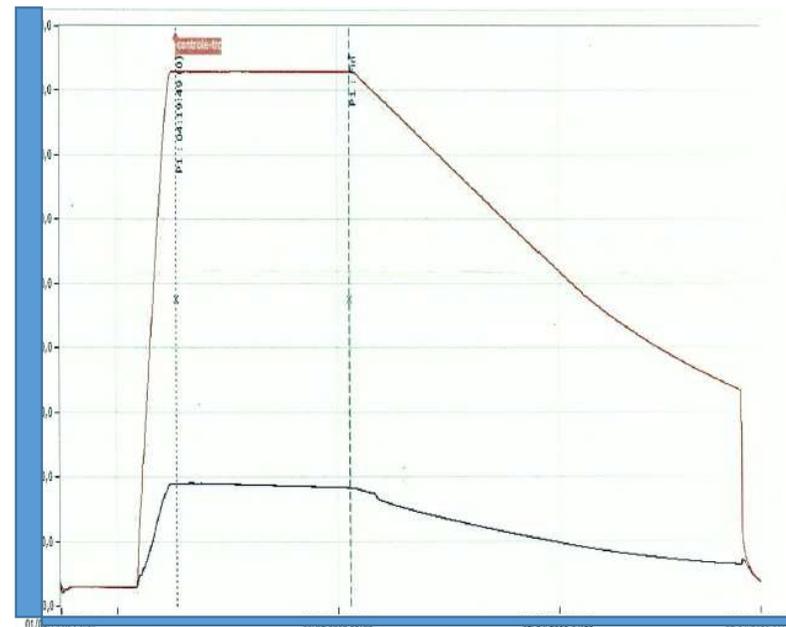
## Traitements thermiques magnétiques

- Recuit magnétique des alliages à haute perméabilité magnétique  
exemple: crochet (TR57) pour métier à tisser Staübli



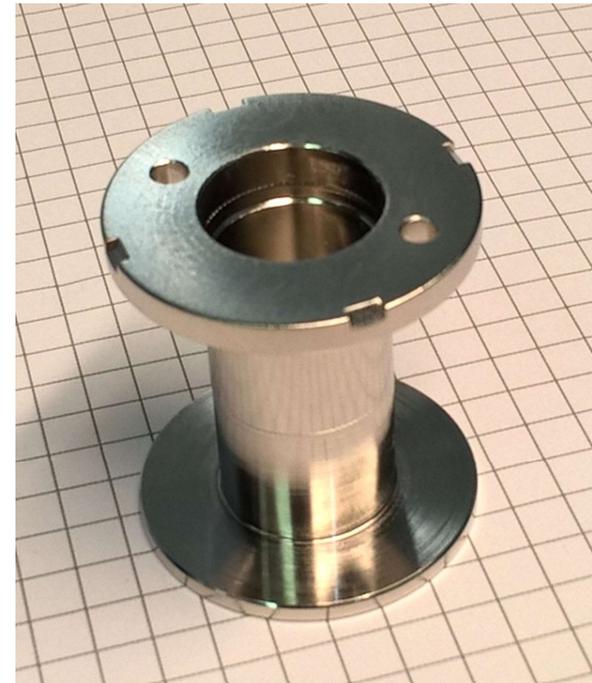
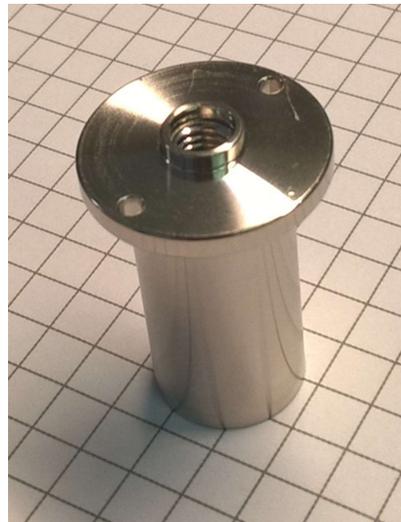
Après nickelage

Avant Ni mais  
après recuit mag



## Traitements thermiques diffusionnels

- Recuit diffusionnel de Ni dans Fe



Courtoisie Zodiac

- \* Traitement de détentionnement (éliminer contraintes)
- \* Traitement de densification (éliminer porosité)
- \* Traitement de diffusion de métalloïdes  
(dureté, corrosion, fatigue .....)

exemples Safran:  
moules bi-composants  
pour la fonderie à cire perdue,  
fabrication de petits outils,  
prototypage rapide d'outillages  
à tester avant leur usinage en métal.



Copyright Usine Nouvelle

## Post Traitement de pièces INCONEL/(TZM)

### Unique sur le marché

- Traitement de vieillissement suivi d'un traitement superficiel afin d'augmenter la durée de vie des outillages
- Marchés outillage, fonderie, aéronautiques

## Conclusions:

- Présence des sociétés du groupe Thermo-Technologies dans les secteurs avancés de l'aéronautique, l'automobile, l'électronique, l'énergie et le médical.
- Partenaire hautement qualifié pour répondre aux besoins des industriels des secteurs de pointe.
- Partenaire à l'affût des innovations dans ses métiers.

Thank you.

[www.thermo-technologies.com](http://www.thermo-technologies.com)



# Fabrication et densification de Matériaux céramiques mise en forme par technique additive

Jean-Christophe HORNEZ

M. Dehurtevent, L. Robberecht, S. Chamary, H. Curto, F. Jean, A. Leriche,  
A. Thuault, F. Chai, P. Béhin, F. Monteiro, E. Meurice, F. Bouchart.



## Histoire de la stéréolithographie (SLA)

La première version de cette technologie de fabrication additive est apparue dès les années 1970 avec les travaux du chercheur japonais Dr Hideo Kodama. Ce dernier inventa **une technique d'impression par couches en utilisant la lumière ultraviolette** pour durcir les polymères photosensibles.

Le terme "stereolithography" a été développé en 1986 par Chuck Hull lorsqu'il a breveté le processus. La même année Hull fonda la première entreprise d'impression 3D, **3D Systems Inc** pour assurer la commercialisation de son brevet.



Chuck Hull

Hull définit la **stéréolithographie** comme une méthode de **création d'objets en 3D par impression successive** de couches minces, en utilisant une matière durcissable au contact de lumière ultraviolette. Un faisceau concentré de lumière ultraviolette est appliqué sur la surface du photopolymère liquide pour sécher et durcir les prototypes

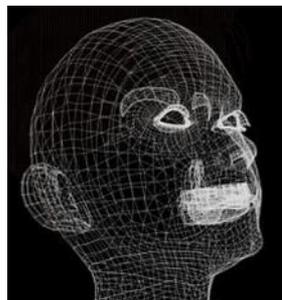
## Technique d'impression par SLA

\* Le processus débute avec un modèle de l'objet à fabriquer. Ce modèle est obtenu grâce à un logiciel de **CAO** ou par acquisition numérique d'un objet existant qu'on veut reproduire.

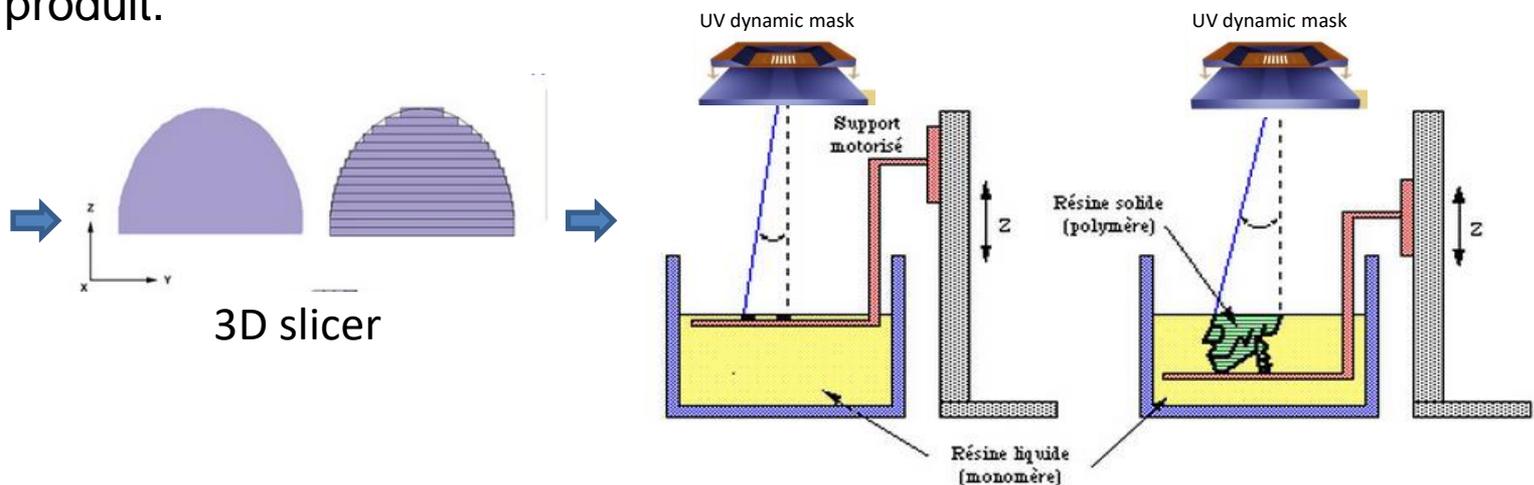
\* Le modèle une fois dessiné doit être exporté dans un format standard, le format **STL** (pour STereoLithography). Ce format décrit les modèles sous formes de surfaces triangulaires contigües.

\* Le modèle (en 3D) est découpé en tranches (2D) d'épaisseur fixe. Cette épaisseur est choisie par l'opérateur et détermine la résolution de la restitution. Ce paramètre détermine donc la précision de l'objet qui va être produit.

\* L'objet est produit.



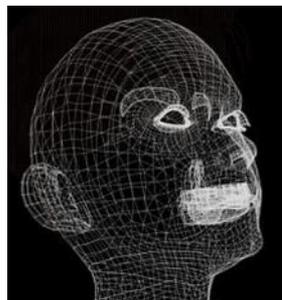
CAO



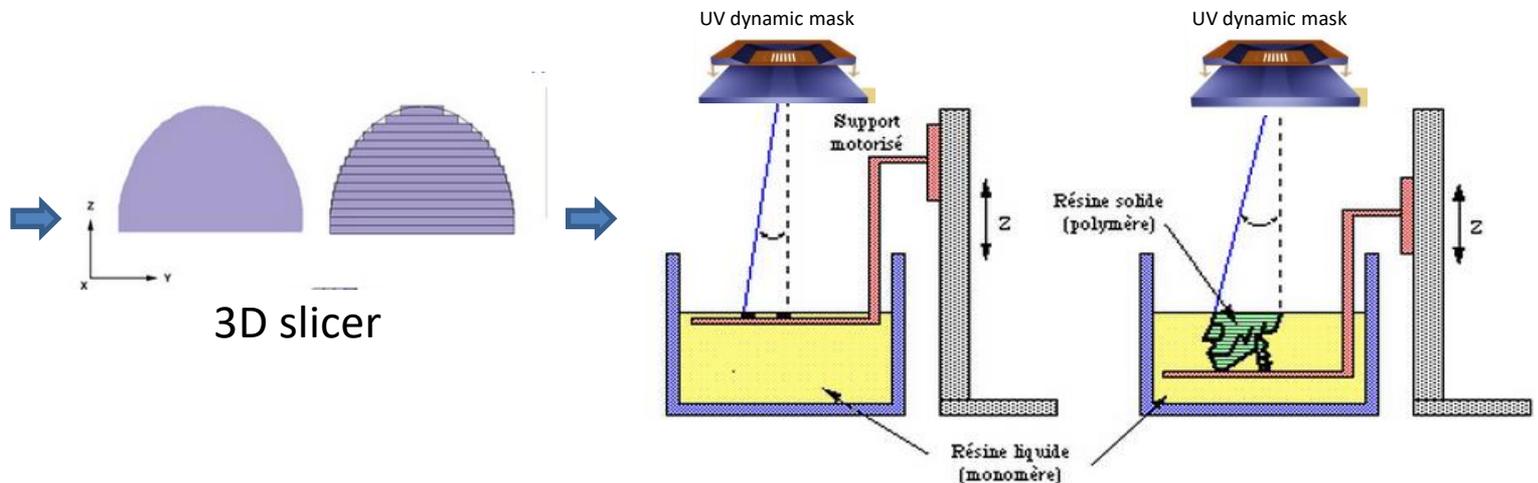
## Technique d'impression par SLA

\* La résine utilisée est généralement un mélange de monomères acrylates ou époxy et d'un photoinitiateur. Le rôle du photoinitiateur est, comme son nom l'indique, d'initier la polymérisation du matériau sous l'effet de la lumière.

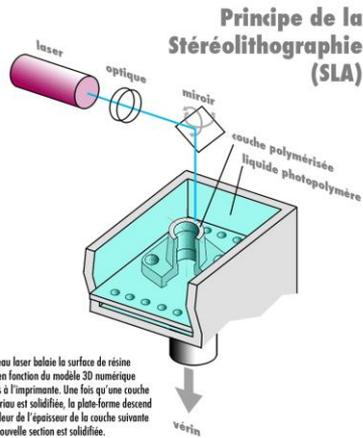
\* Dans ce procédé, une plateforme mobile est plongée dans une cuve de résine liquide. Cette plateforme supporte le modèle en cours de fabrication. La plateforme est positionnée à une profondeur  $H$  en dessous du niveau de la résine.



CAO

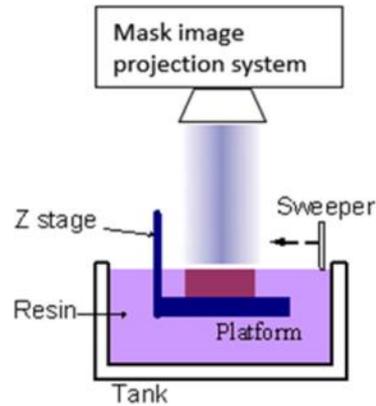
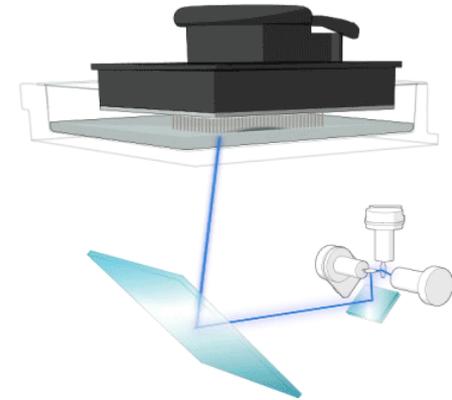


## Technique d'impression par SLA

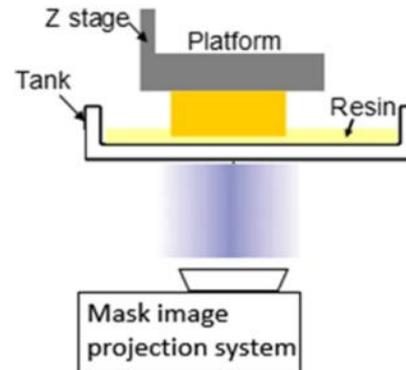


← LASER →

Masque dynamique

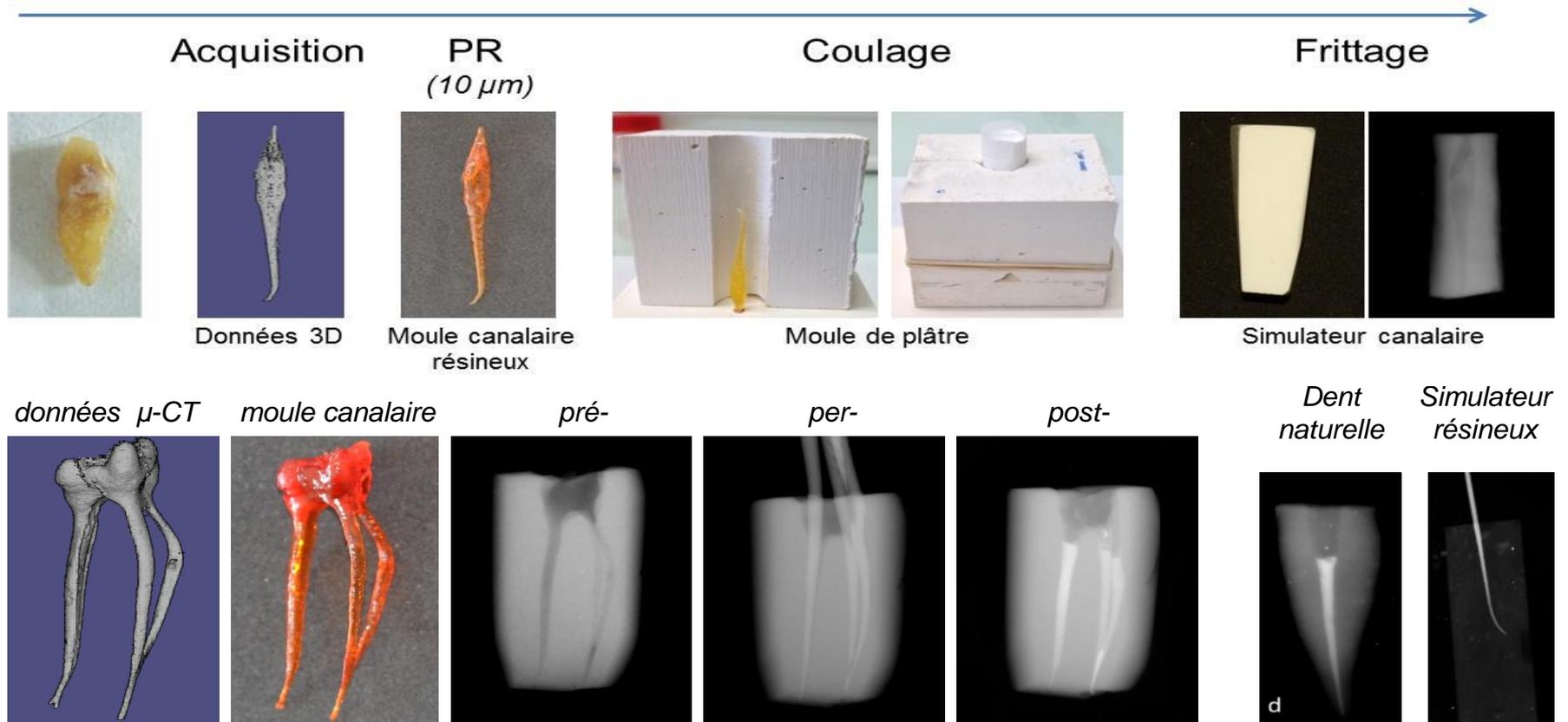


(a)



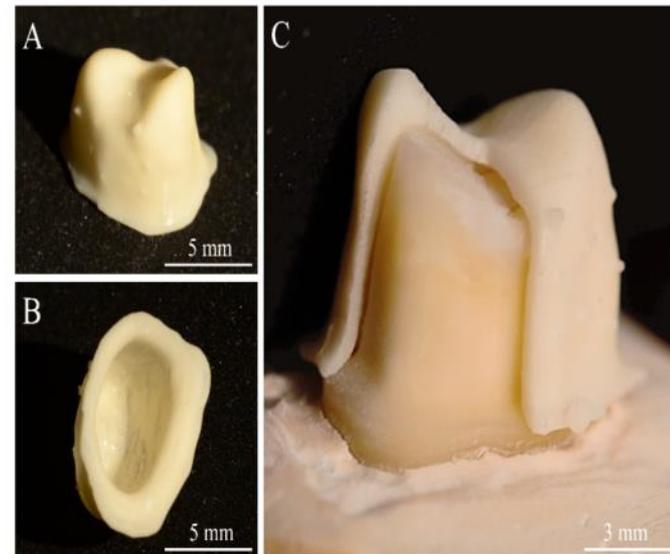
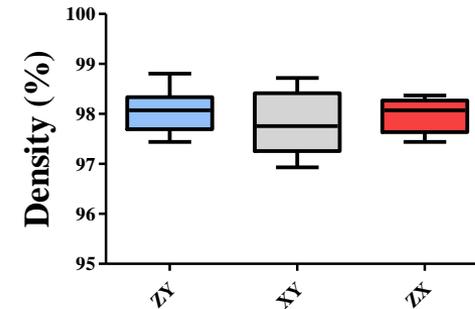
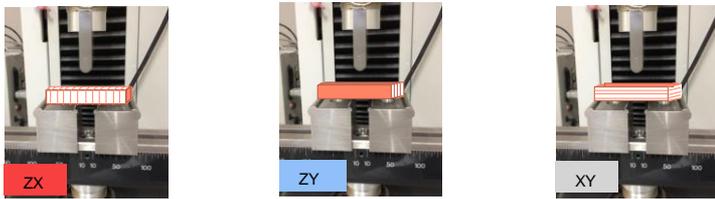
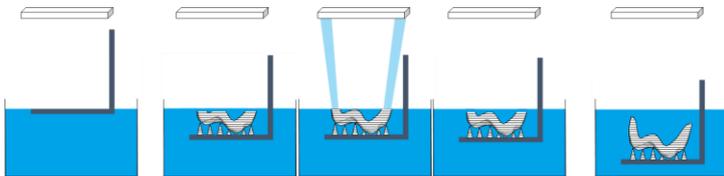
(b)

Mise en forme de céramique en utilisant un négatif organique

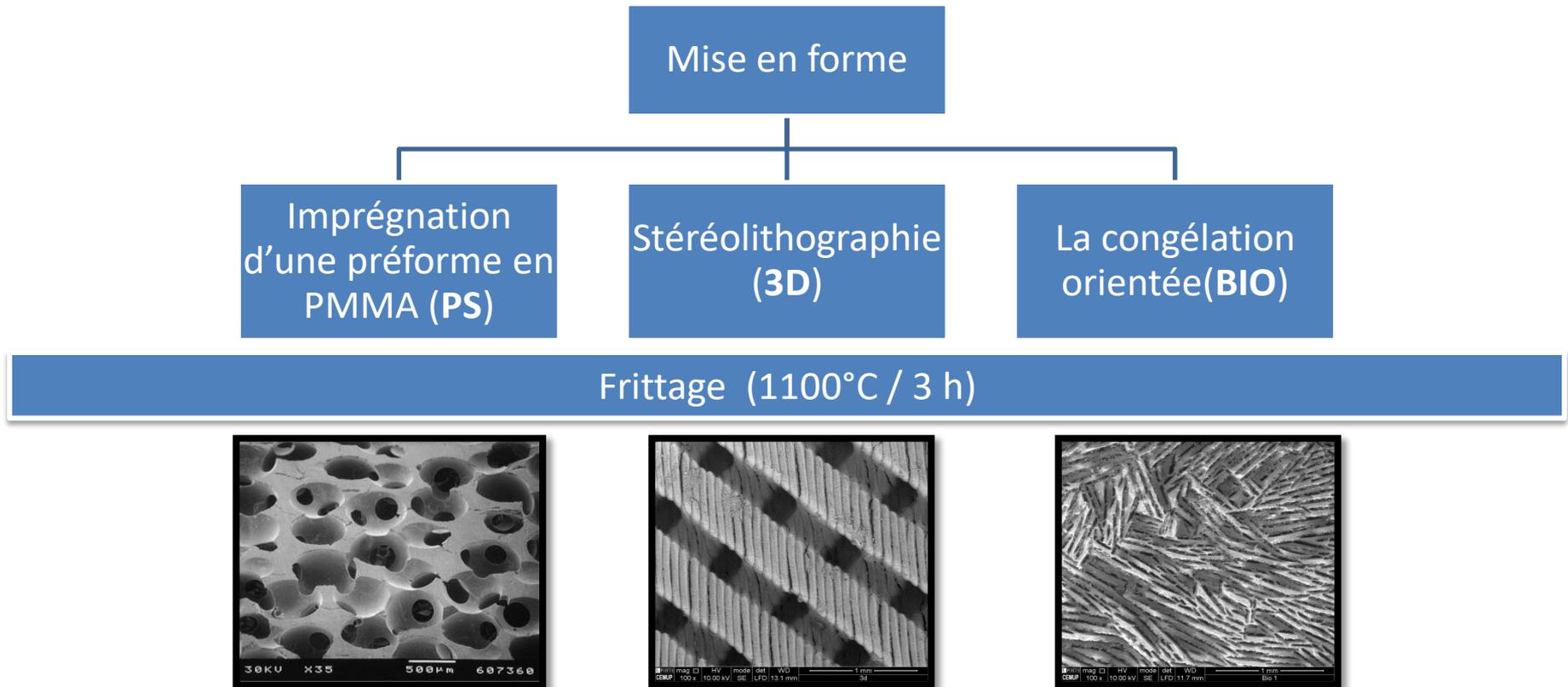


Simulateur reproductible et fidèle à la géométrie initiale  
Radio-opacité proche de la dent naturelle

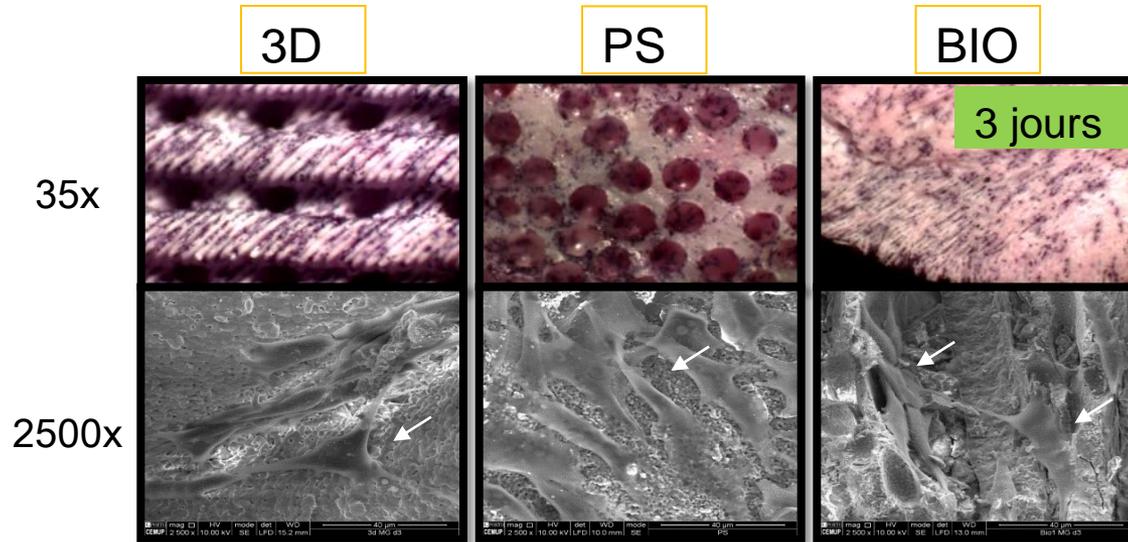
## Mise en forme d'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) par impression 3D



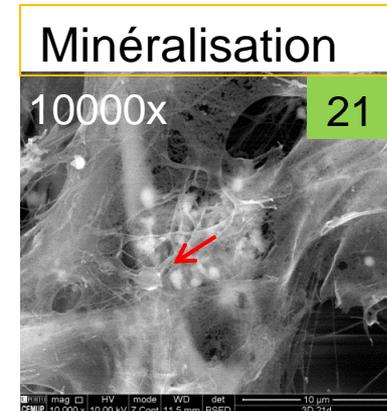
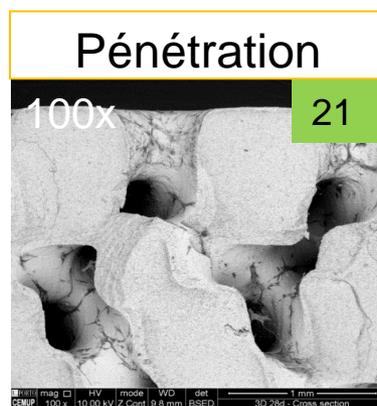
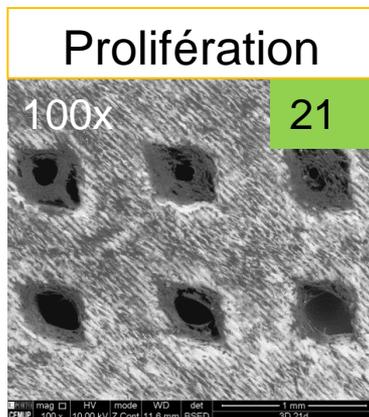
Etude des liens entre une architecture poreuse de TCP et la recolonisation cellulaire



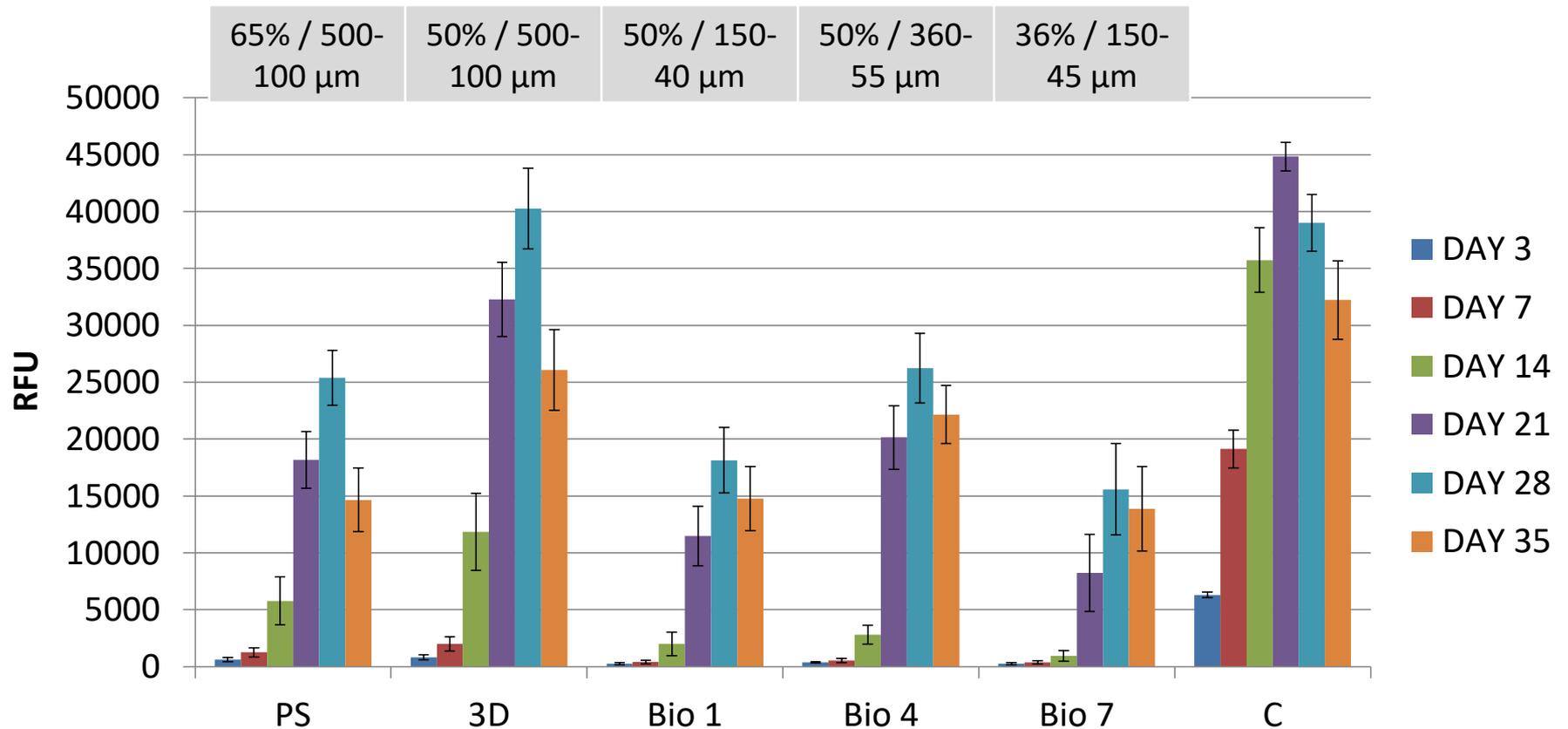
Etude des liens entre une architecture poreuse de TCP et la recolonisation cellulaire



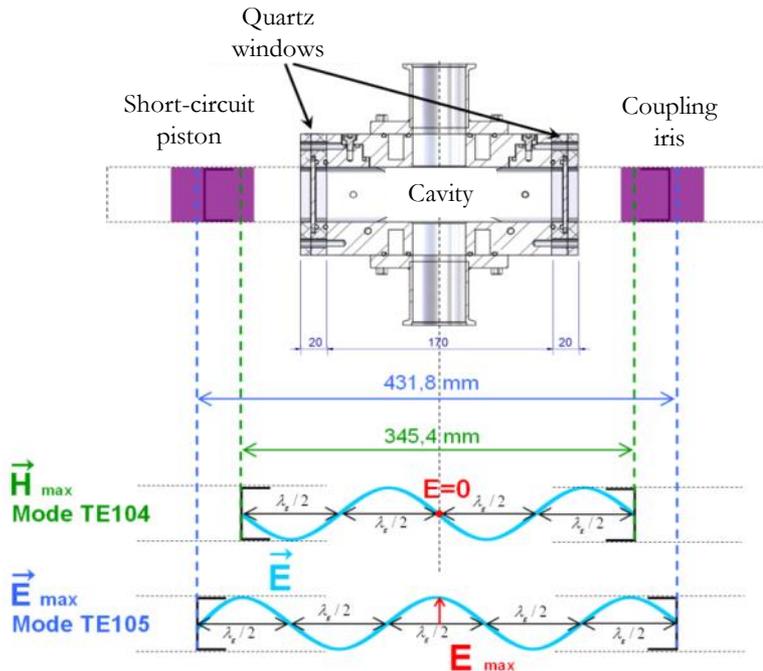
Test préliminaire:  
MG63



## Evaluation de la prolifération cellulaire de Cellules souches mésenchymateuses humaines



## Frittage micro-ondes de céramiques



2.45GHz Single mode resonant-cavity

- ✓ Vitesse de chauffe rapide (plus de 200°C/mn)
- ✓ Traitement thermique court
- ✓ Consommation énergétique faible (100-400W)
- ✓ Déliantage et frittage en une seule étape



Green body  
reached by SLA

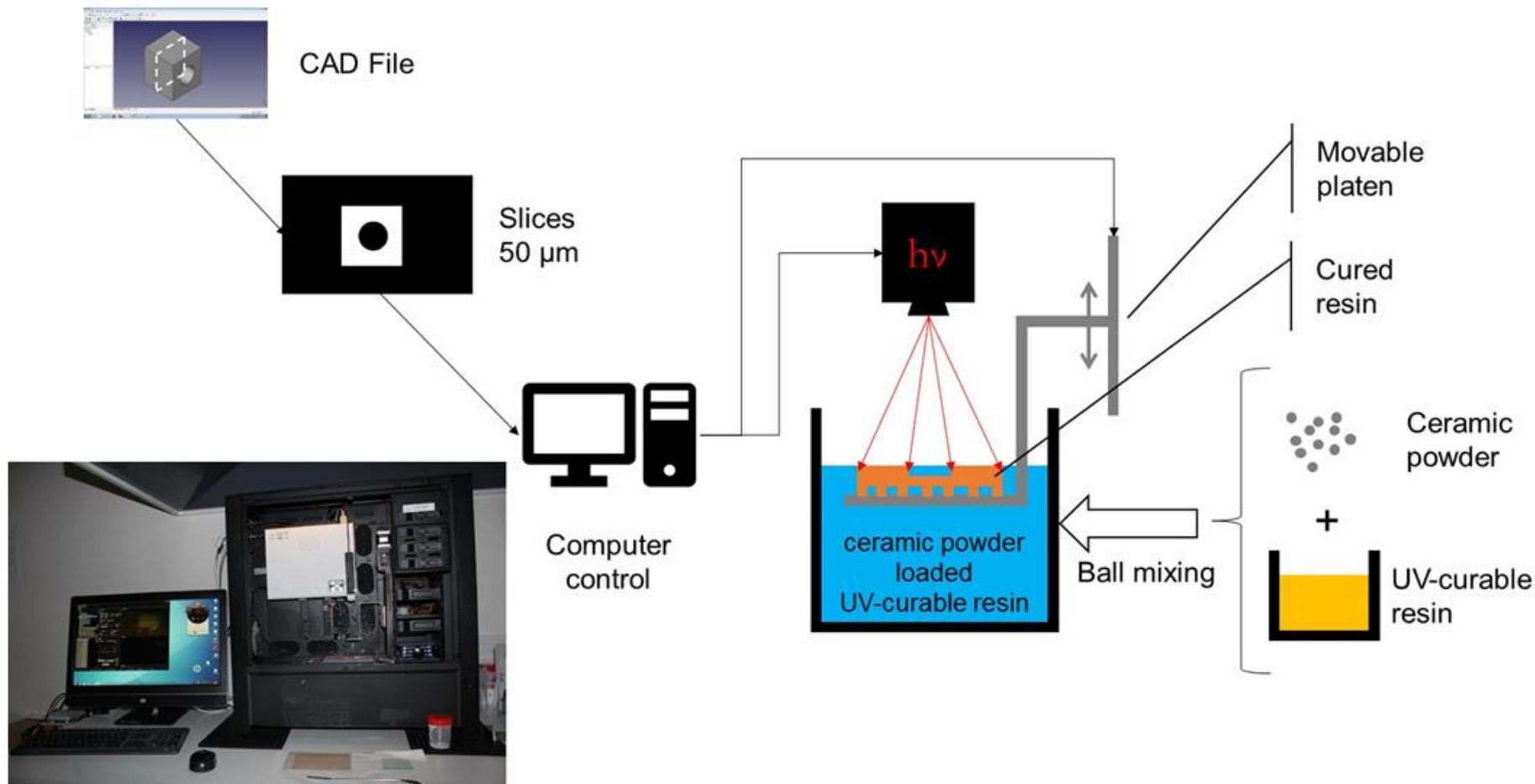
$\mu$ w sintered  
piece

- ✓ Densité des parois : 98.2%

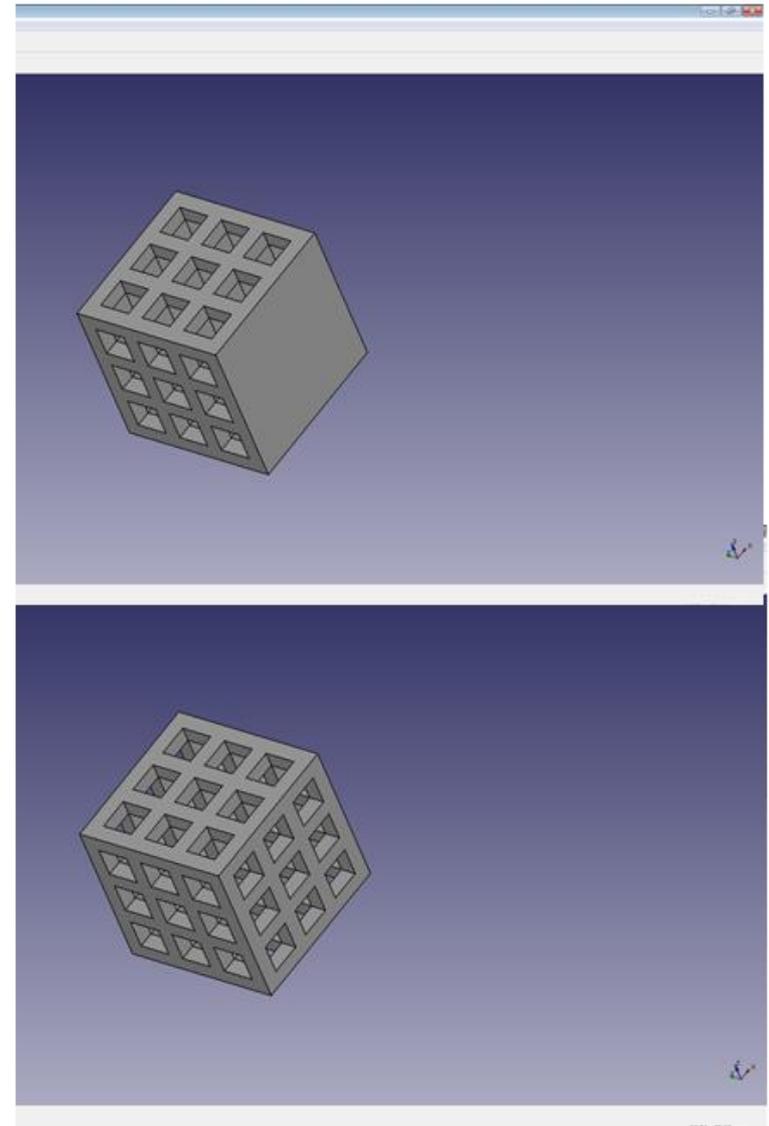
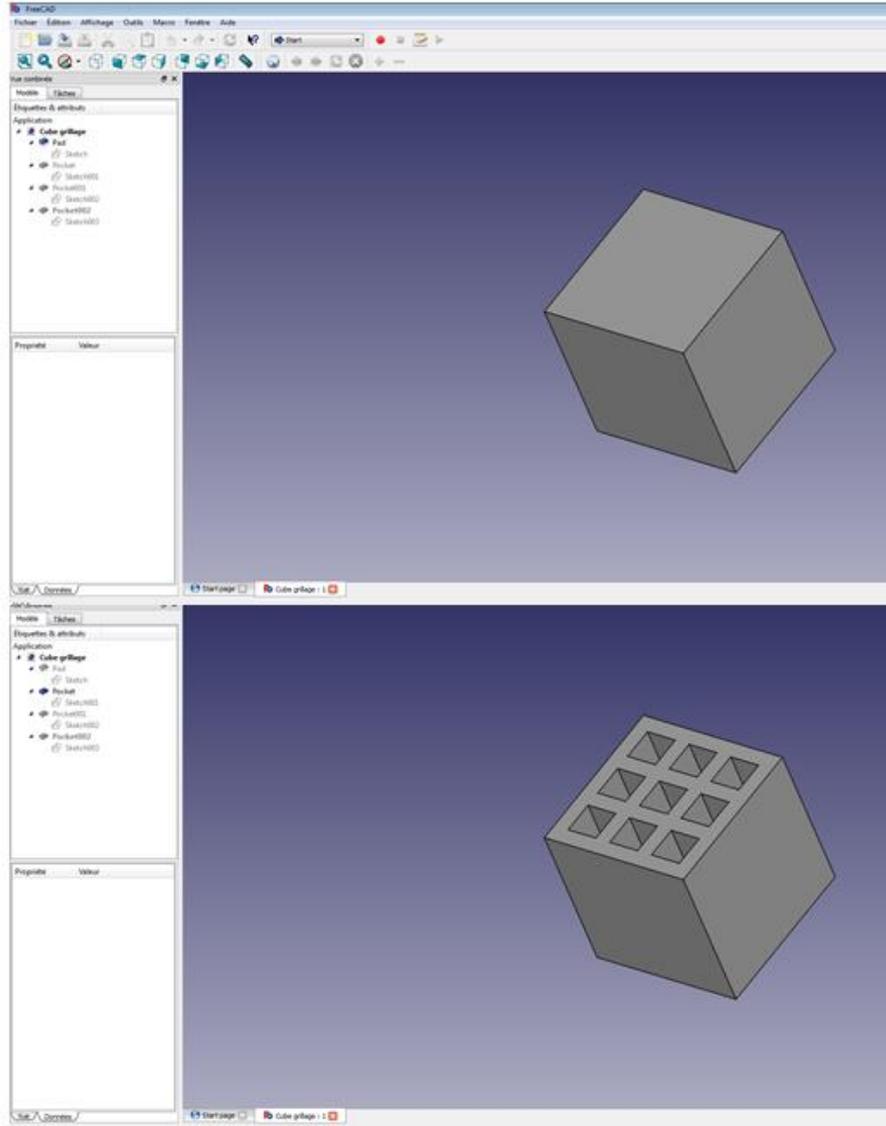
# Impression 3D par stéréolithographie (SLA)



# Schéma de fonctionnement



## TECH2FAB



## TECH2FAB

Creation Workshop - ( Slice Profile : slice 50µ, Machine : base CBS printer, Scene : )

File Help

3D View | Slice View | Control | Configure

**Support Generation**

Supports

Manual  
Deg -45.0+

Support shape

-0.2 +  
-0.4 +  
-0.6 +  
-0.6 +  
-0.6 +

Automatic  
Adaptive v2

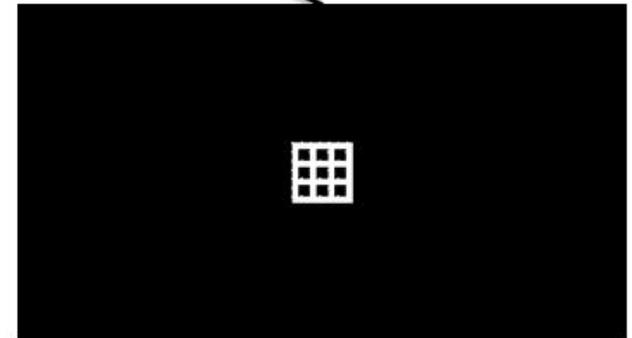
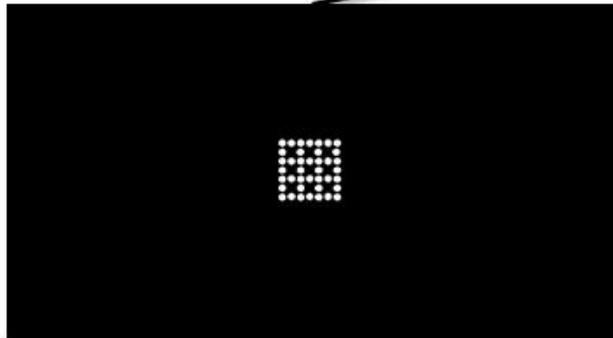
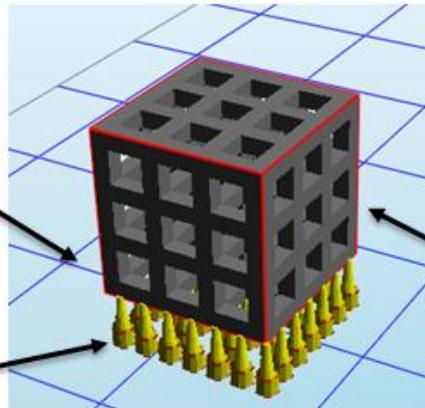
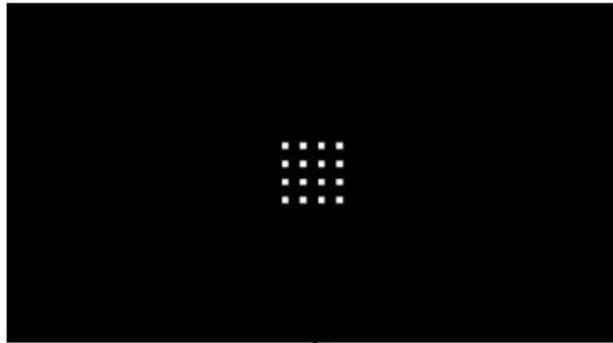
Minimum Gap (mm)  
-1.9 +

Supports  
Support 0  
Support 1  
Support 2  
Support 3

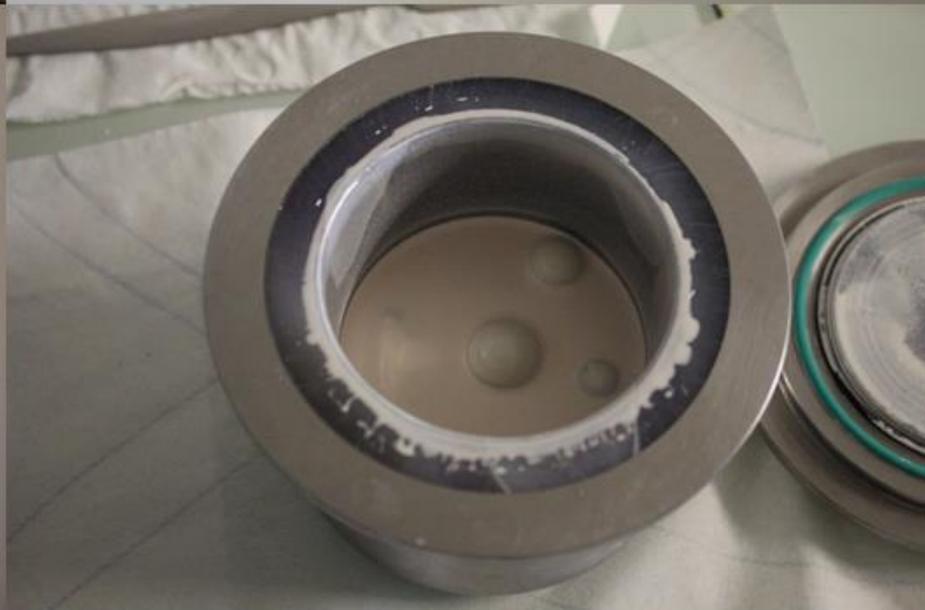
Remove all Supports

Scene  
Object Info  
Move (mm)  
X - 10.0 +  
Y - 10.0 +  
Z - 3 +  
Mirror  
Scale %  
Rotate  
View Options

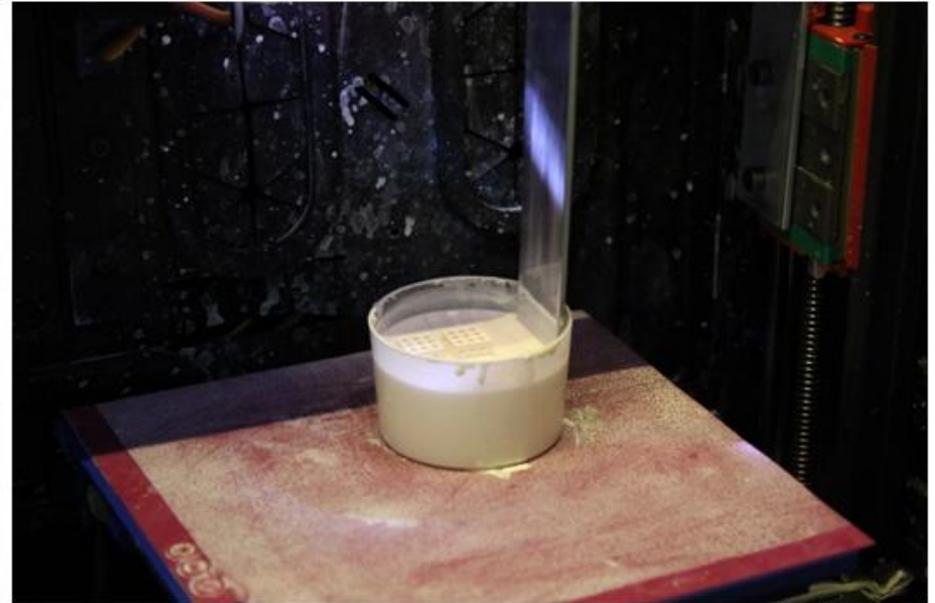
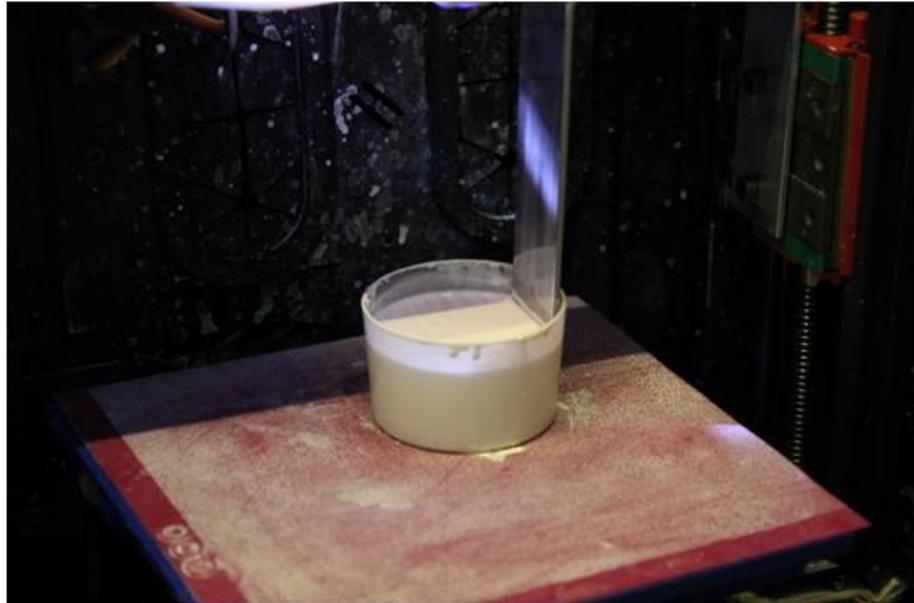
Tranches de 50 $\mu$ m d'épaisseur



# Préparation de la résine

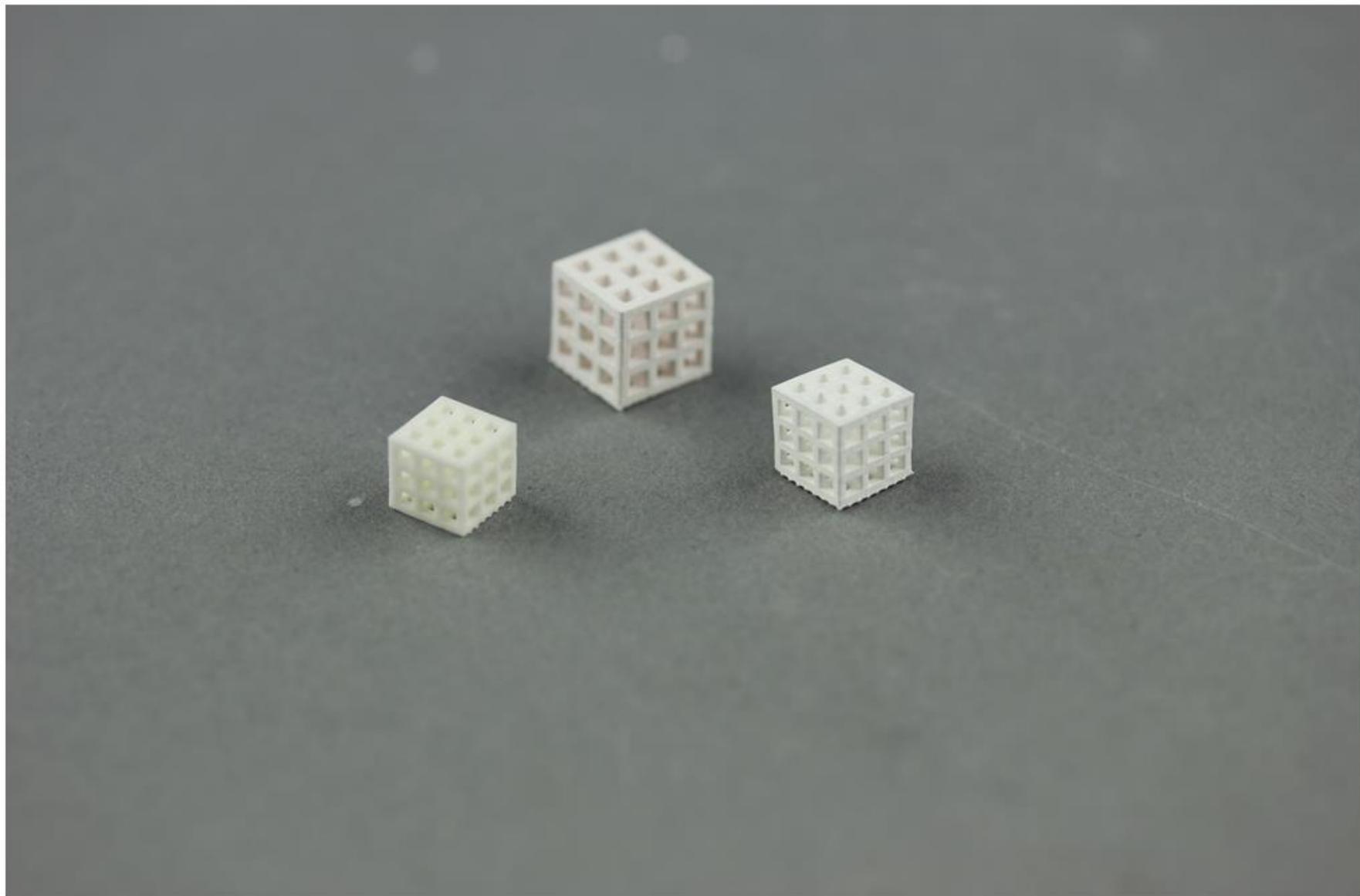


# Prélèvement des pièces

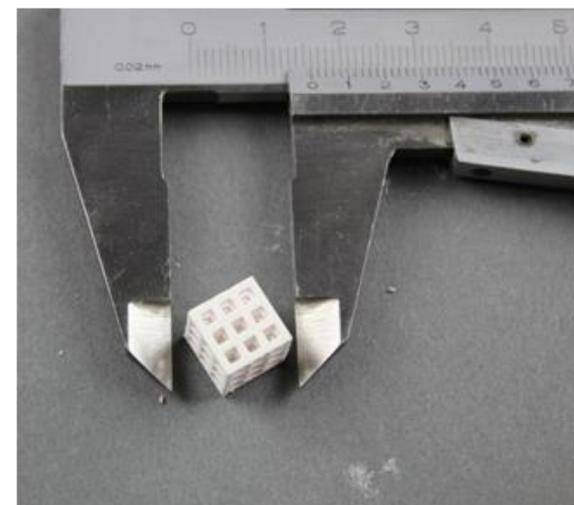
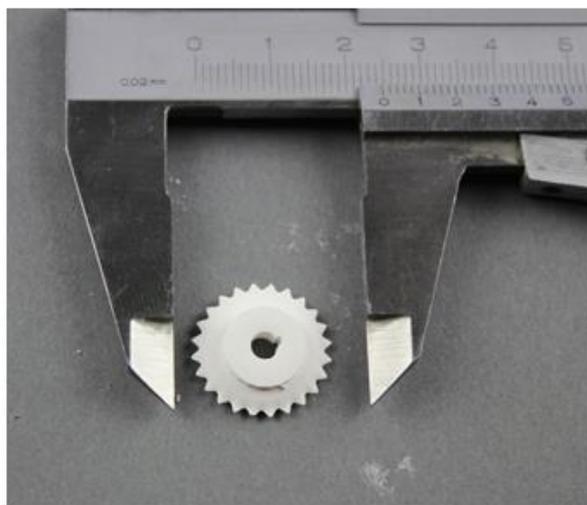
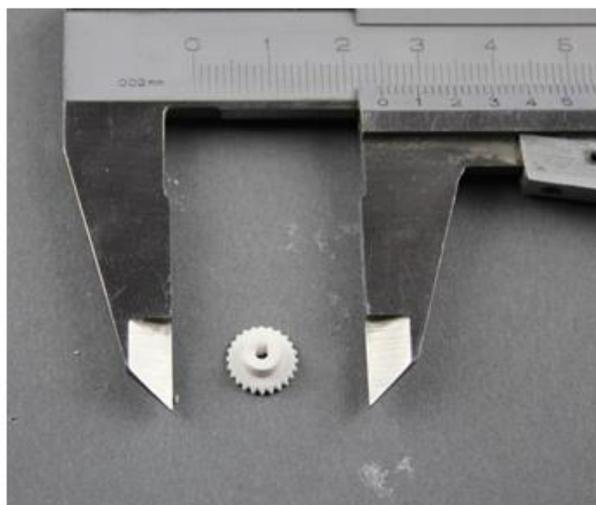
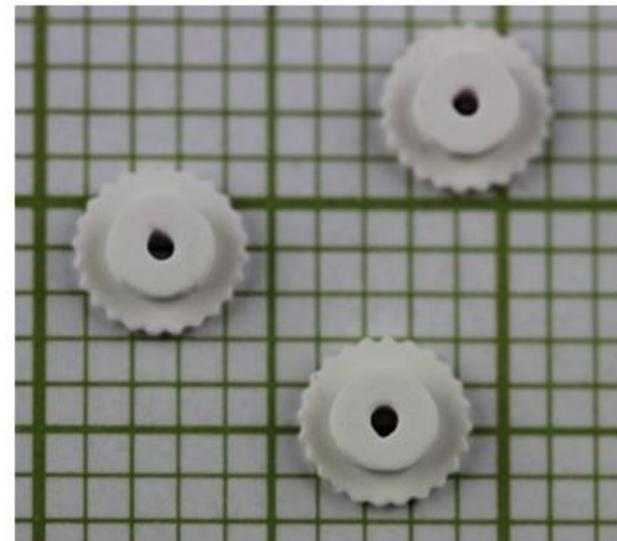
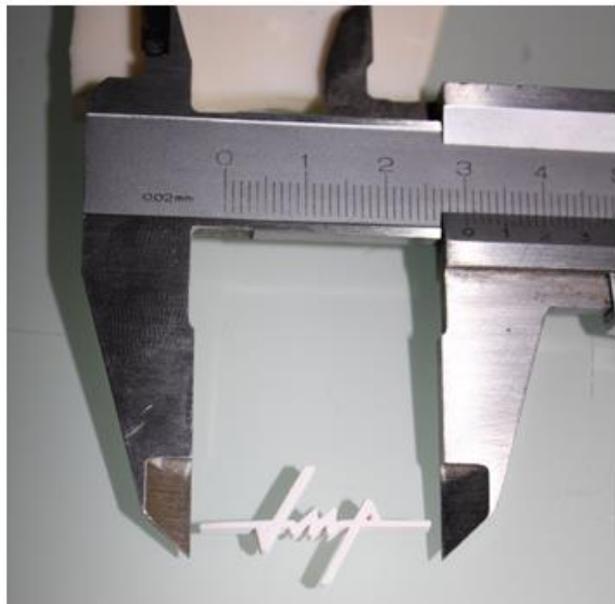


Les pièces sont détachées avec  
une spatule

# Séchage, déliantage et frittage



# Quelques pièces



# Merci pour votre attention

## Questions?



CRIBC (chef de file)

[www.bcrc.be](http://www.bcrc.be)  
Mons  
+32 (0)65 40 34 34



Materia Nova

[www.materianova.be](http://www.materianova.be)  
Mons  
+32 (0) 65 55 49 02



UVHC-LMCPA

[www.univ-valenciennes.fr](http://www.univ-valenciennes.fr)  
Maubeuge  
+33 (0) 3 27 51 16 76



CRITT-MDTS

[www.critt-mdts.com](http://www.critt-mdts.com)  
Charleville-Mézières  
+33 (0) 3 24 37 89 89



Matikem

[www.matikem.com](http://www.matikem.com)  
Villeneuve d'Ascq  
+ 33 3 61 76 02 45



POM Oost-Vlaanderen

Gent  
+32 (0) 9 267 86 33



Wallonie



AVEC LE SOUTIEN DU FONDS EUROPÉEN DE DÉVELOPPEMENT RÉGIONAL

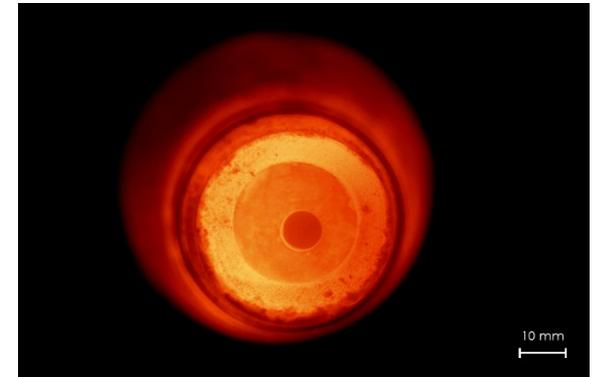
# Frittage par chauffage micro-ondes

Anthony THUAULT, Hugo CURTO

Laboratoire des Matériaux Céramiques et Procédés Associés (LMCPA) – Maubeuge  
Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis (UVHC)



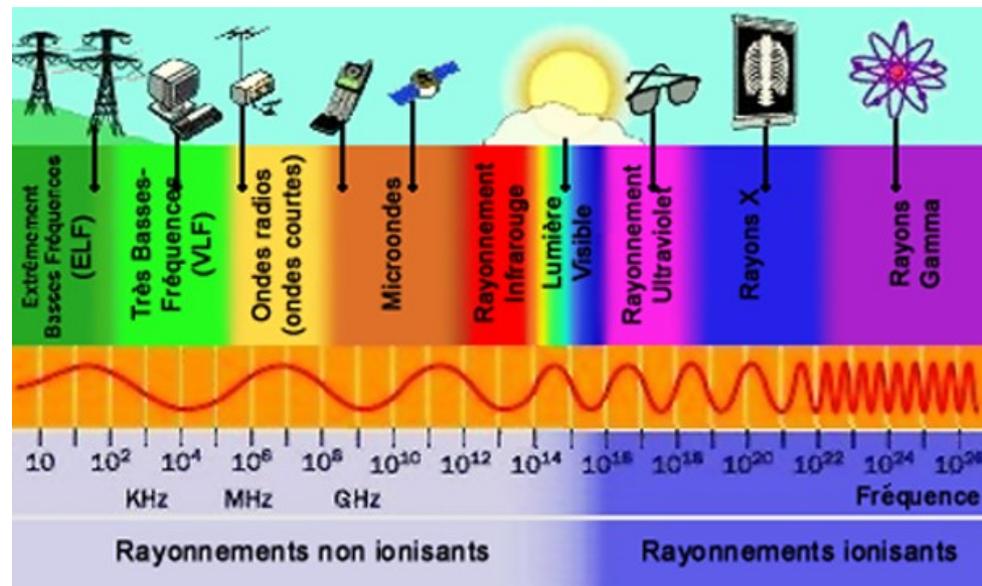
1. Principe du chauffage micro-ondes
2. Dispositif micro-ondes
3. Exemple d'application au laboratoire
4. Vers d'autres tailles d'échantillons



## Principe du chauffage par micro-ondes

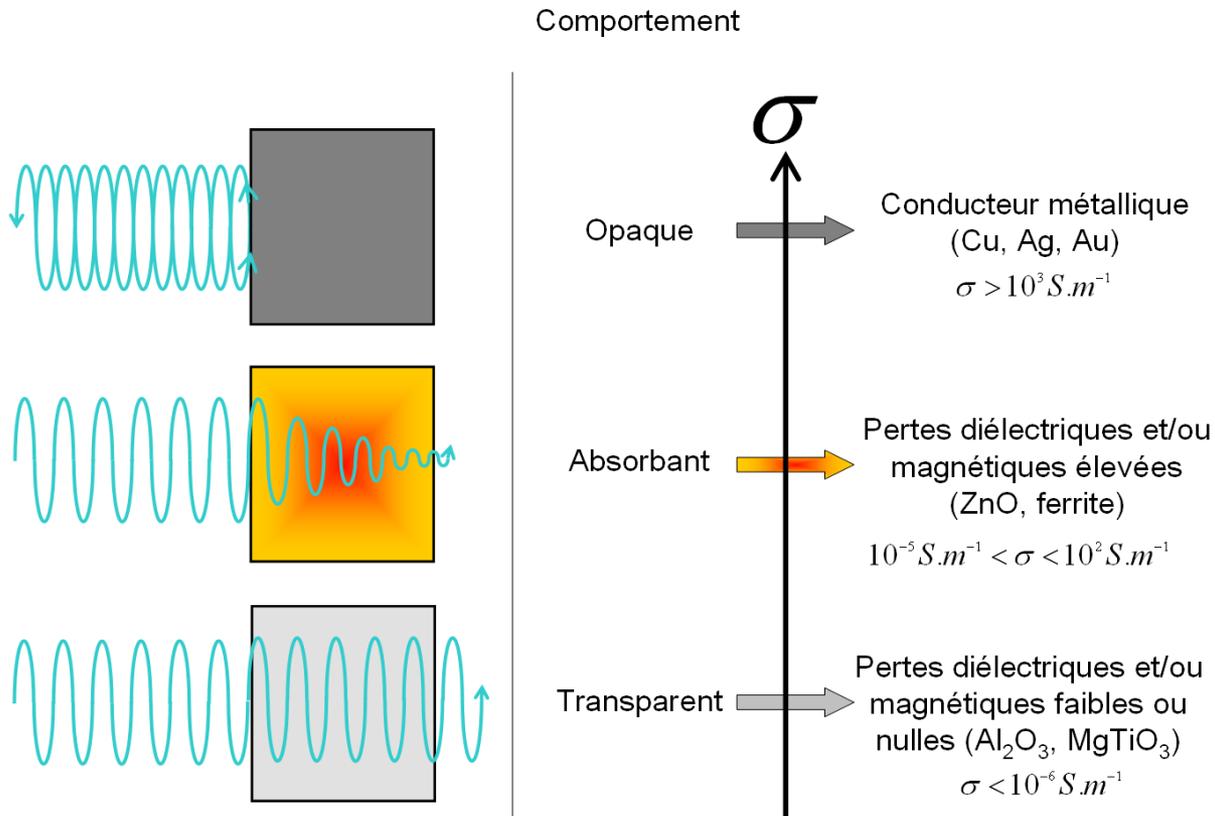
- Le rayonnement micro-ondes
  - Rayonnement électromagnétique caractérisé par une longueur d'onde et une fréquence

$$300 \text{ MHz} < \nu < 300 \text{ GHz} \text{ et } 1 \text{ mm} < \lambda < 1 \text{ m}$$



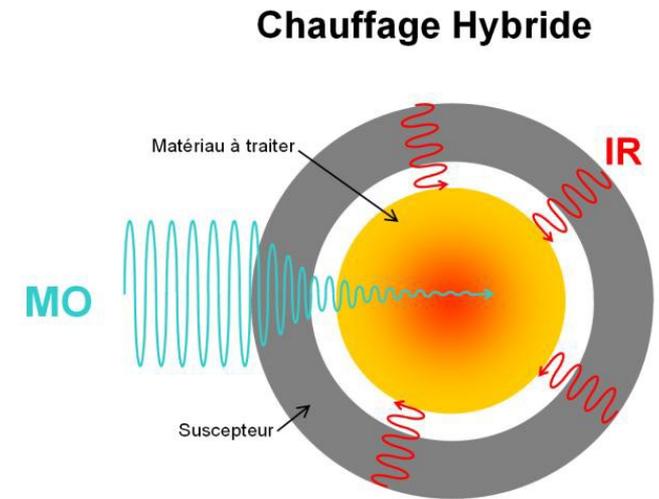
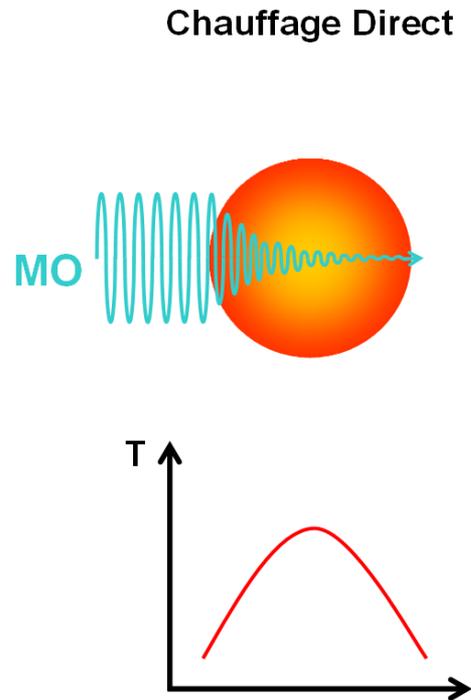
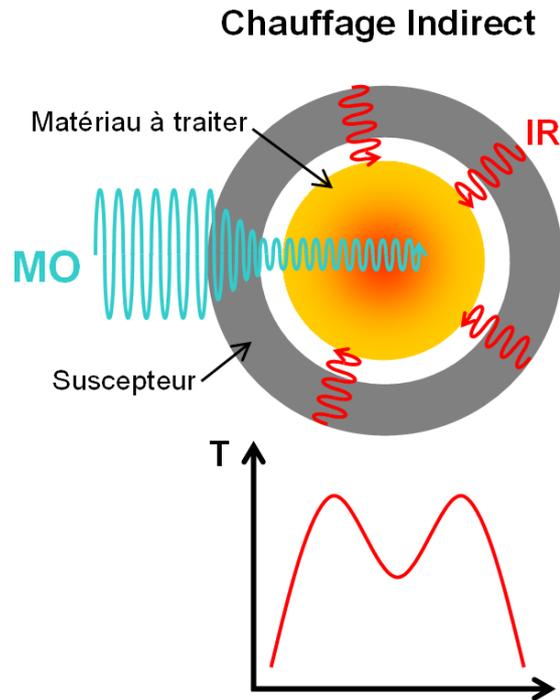
## Principe du chauffage par micro-ondes

- Interaction micro-ondes / matière



## Principe du chauffage par micro-ondes

- Interaction micro-ondes / matière



## Matériaux compatibles et applications

### ■ Métaux

- Frittage
- Brasage
- Traitements de surface par diffusion

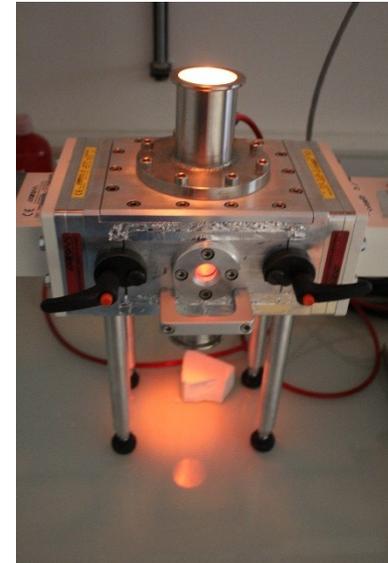
### ■ Céramiques

- Déliantage
- Frittage

### ■ Organiques

- Synthèse
- Polycondensation de polymères

1. Principe du chauffage micro-ondes
2. **Dispositif micro-ondes**
3. Exemple d'application
4. Vers d'autres tailles d'échantillons



## Dispositif micro-ondes

- Équipement Sairem (Lyon, France)
  - Générateur 2 kW, 2,45 GHz
  - Cavité monomode résonante



Pyromètre

Iris de couplage

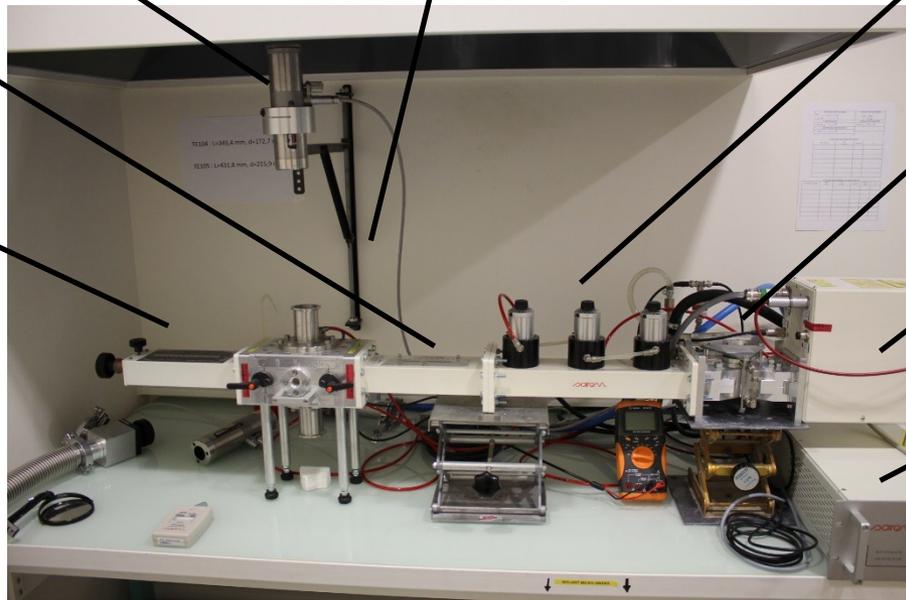
Piston coupe-circuit

Adaptateur d'impédance

Circulateur

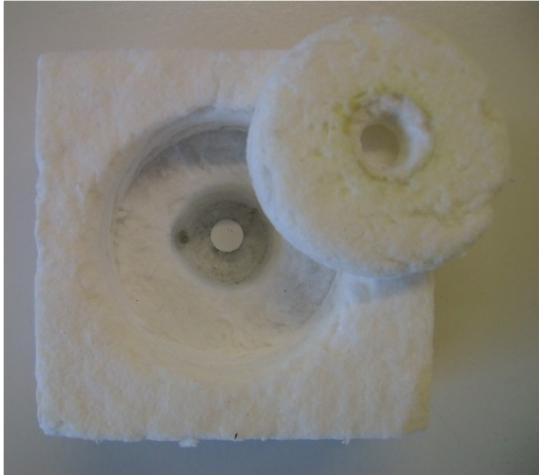
Magnétron

Générateur



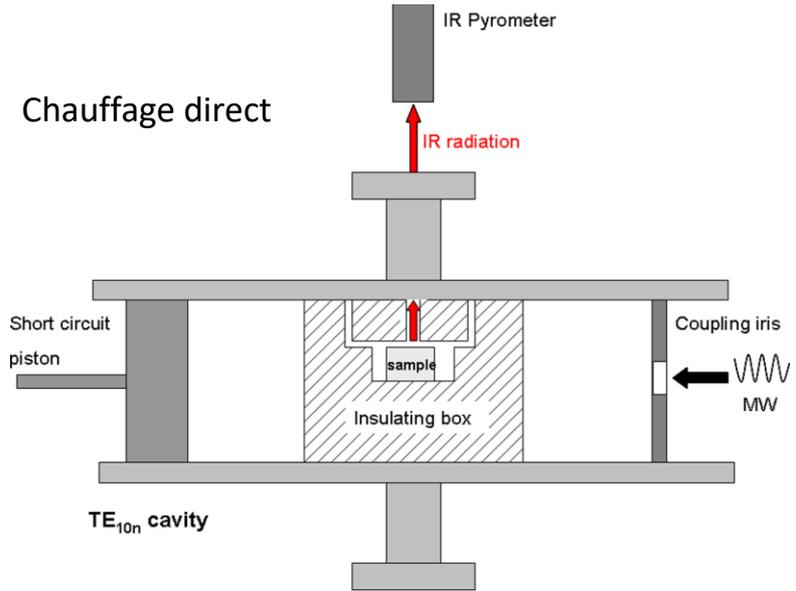
## Dispositif micro-ondes

- Equipement Sairem
  - Chauffage direct / hybride

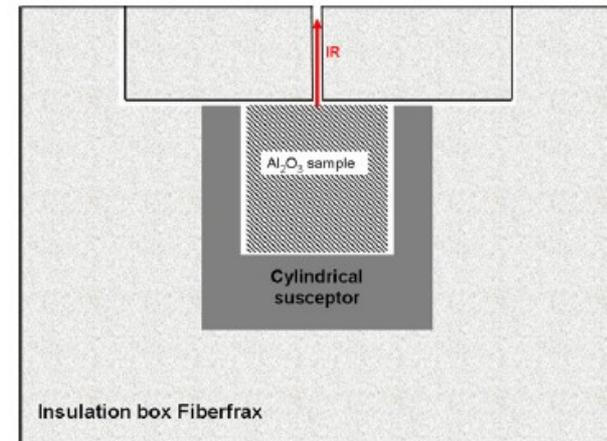


Dimensions maximales des pièces :  
30 mm de diamètre, 12 mm de hauteur

A. Thuault *et al.*, Improvement of the hydroxyapatite mechanical properties by direct microwave sintering in single mode cavity, Journal of the European Ceramic Society, 2014



Chauffage hybride



1. Principe du chauffage micro-ondes
2. Dispositif micro-ondes
3. Exemple d'application
4. Vers d'autres tailles d'échantillons



## Matériau

- Hydroxyapatite  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ 
  - Composition proche de celle de l'os
  - Applications comme substituts osseux
  - Bonne absorption des micro-ondes



## Contexte

- Augmentation des propriétés mécaniques en vue d'utiliser l'hydroxyapatite pour des applications structurales
- Détermination des effets de l'utilisation du chauffage par micro-ondes sur les propriétés microstructurales et mécaniques

## Pourquoi utiliser le chauffage par micro-ondes ?

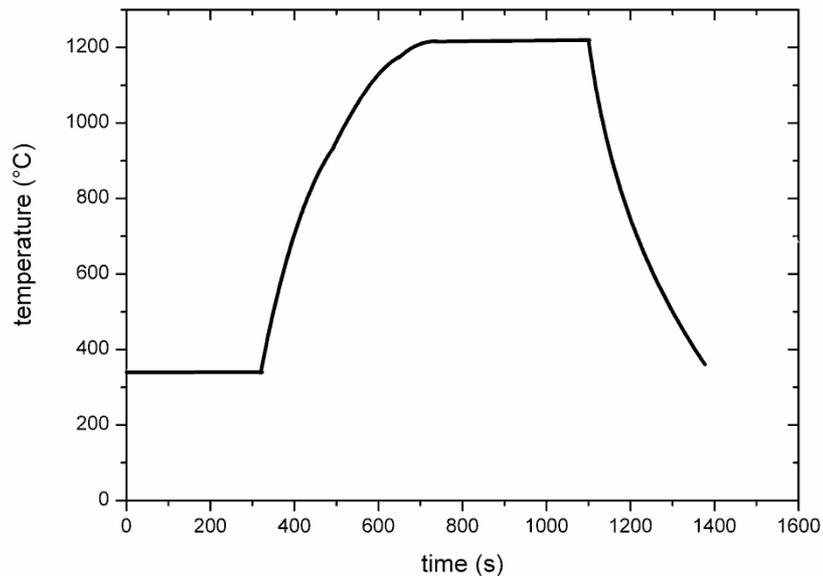
- Temps de traitements thermiques courts
- Faible consommation énergétique
- Microstructure fine
- Hautes propriétés mécaniques
- Traitement de pièces de formes complexes

## Couplage possible avec les techniques de fabrication additive

- Obtention de substituts osseux personnalisés en quelques heures

## Paramètres du cycle thermique

- Échantillons massifs de 7 mm de diamètre mis en forme par coulage
- Chauffage direct
- 5 températures de frittages : 1190, 1210, 1230, 1250 et 1270°C
- 3 temps de palier : 5, 10 et 15 minutes



- 250 W durant 5 minutes pour initier le chauffage (350°C)
- 300/320 W pour atteindre la température de frittage en 5 minutes
- Descente à 350°C en 5 minutes

- Cycles thermiques très courts : 20 à 30 minutes

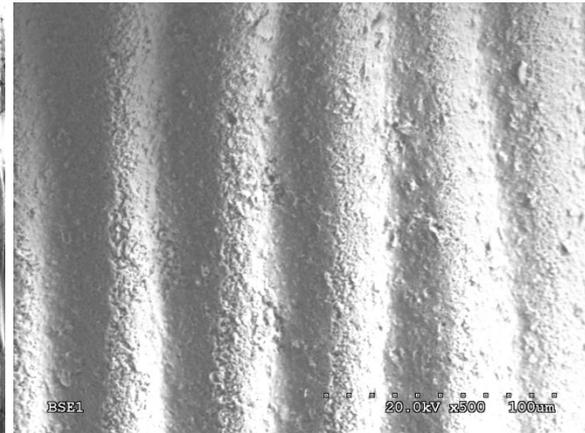
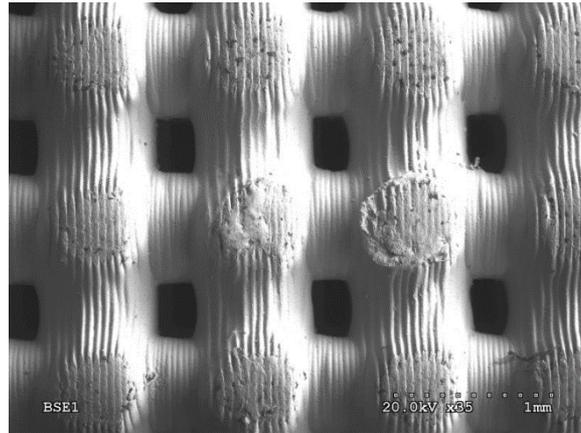
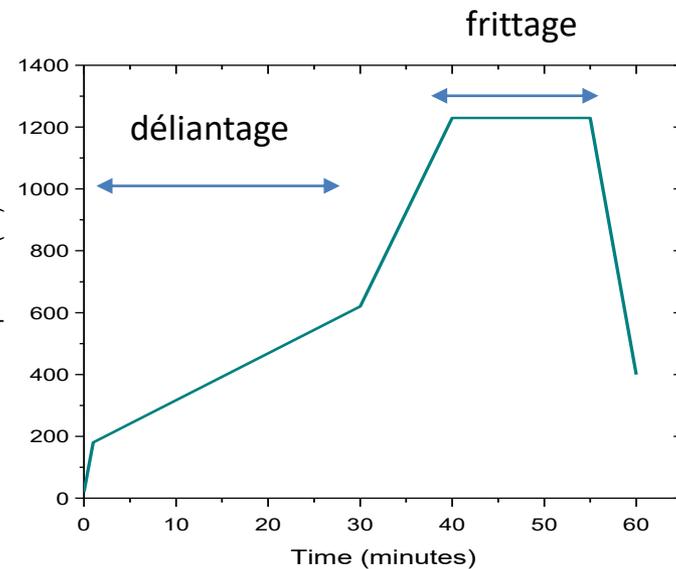
## Comparaison des propriétés micro-ondes / conventionnel

Propriété	Conventionnel	Micro-ondes
Densité relative (%)	97,3	99,6
Taille de grain ( $\mu\text{m}$ )	2,6	1,0
Module d'élasticité (GPa)	122	143
Dureté (GPa)	6,1	9,6
Contrainte à rupture en compression (MPa)	430	531
Ténacité ( $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ )	0,92	1,12
Durée du cycle thermique (h)	~15	~0,5

- Après chauffage par micro-ondes, possibilité d'obtenir des pièces aux propriétés au moins égales ou supérieures à celles observées après chauffage conventionnel, en des temps plus courts

## Frittage par micro-ondes de pièces de formes complexes

- Fabrication additive (stéréolithographie)
  - Chauffage hybride (déliantage)
  - 80 à 380 W
  - 1230°C durant 15 minutes
  - Pas de déliantage préalable



- Densité des parois 98,2 %

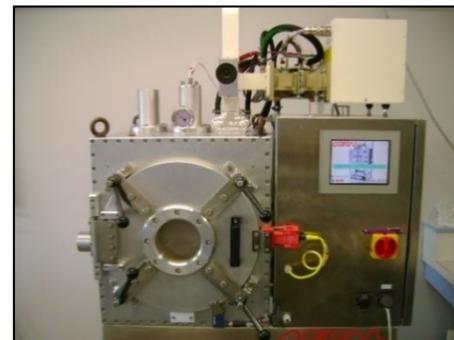
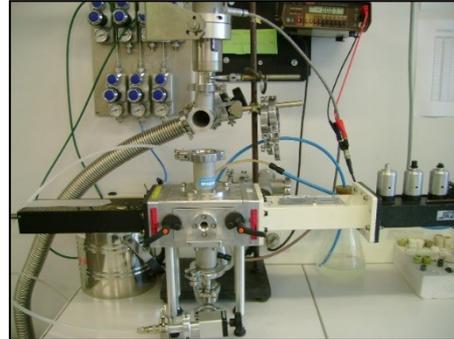
1. Principe du chauffage micro-ondes
2. Dispositif micro-ondes
3. Exemple d'application
4. Vers d'autres tailles d'échantillons



Four continu à chauffage micro-ondes  
Sairem, France

## Équipements

- Monomode à 2,45 GHz
  - Volume utile : 0,3L
  
- Monomode à 915 MHz
  - Volume utile : 9L
  
- Multimode à 2,45 MHz
  - Volume utile : 96L



CRISMAT Caen

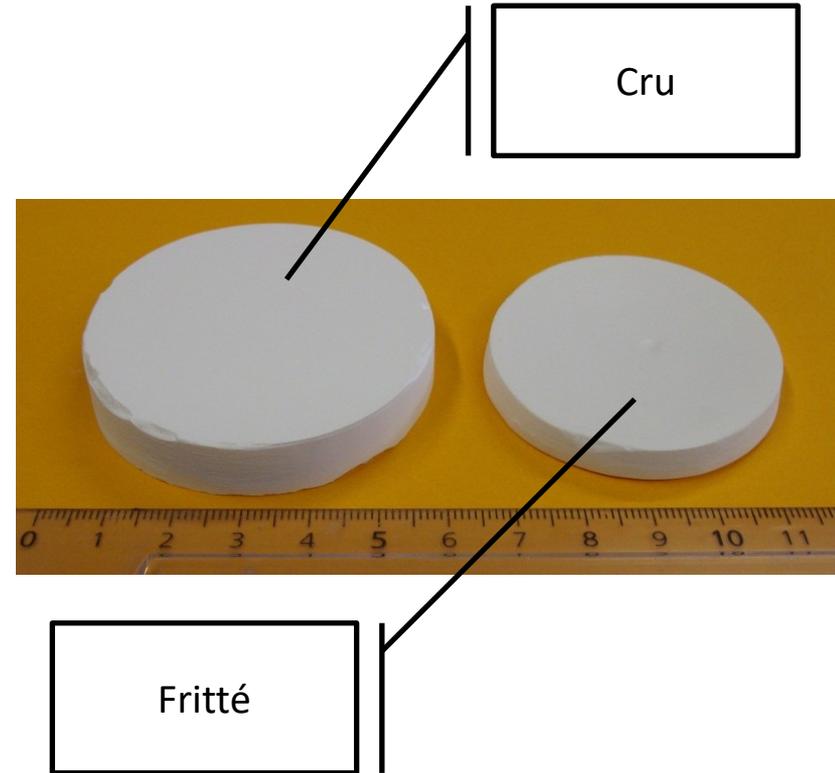
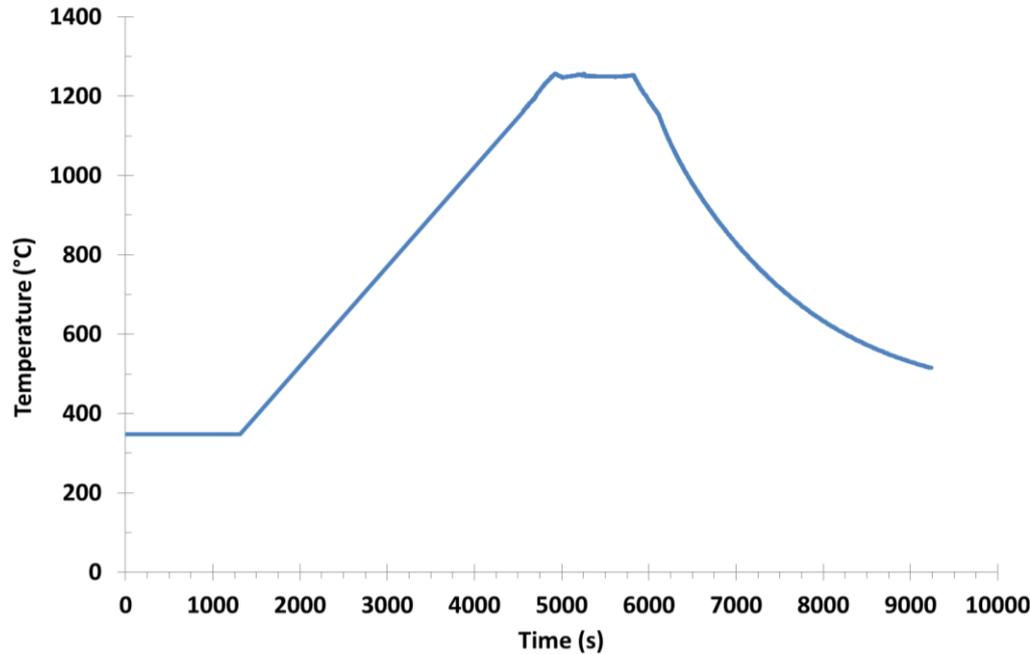
## Micro-ondes monomode à 915 MHz

- Pièce 50 mm de diamètre, 13 mm d'épaisseur



## Frittage à 915 MHz

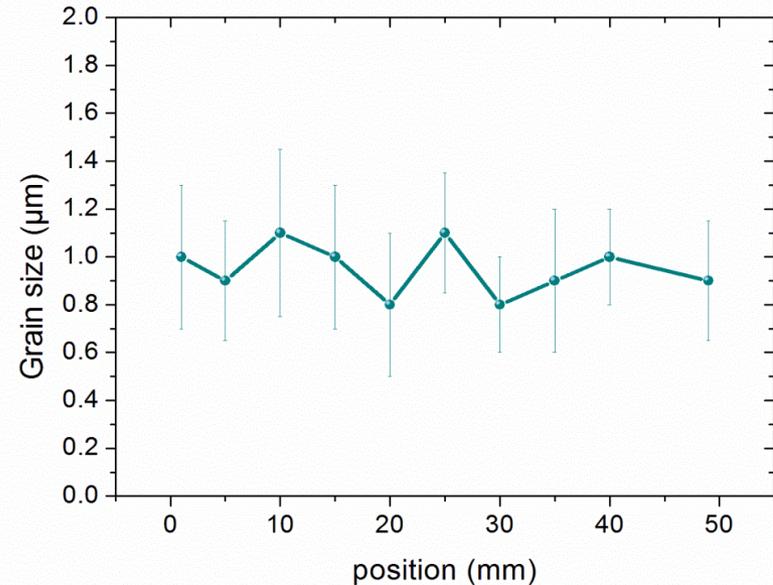
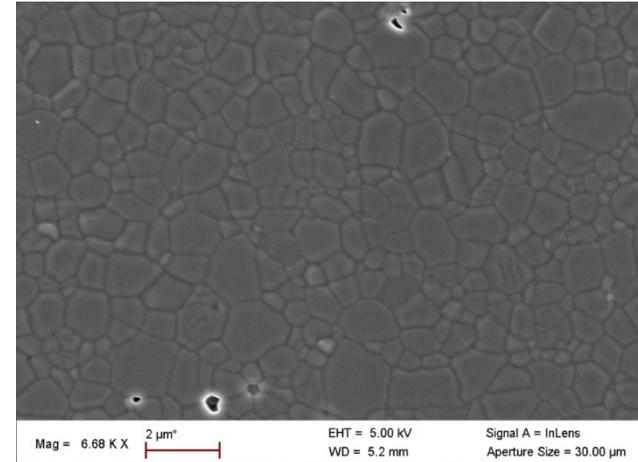
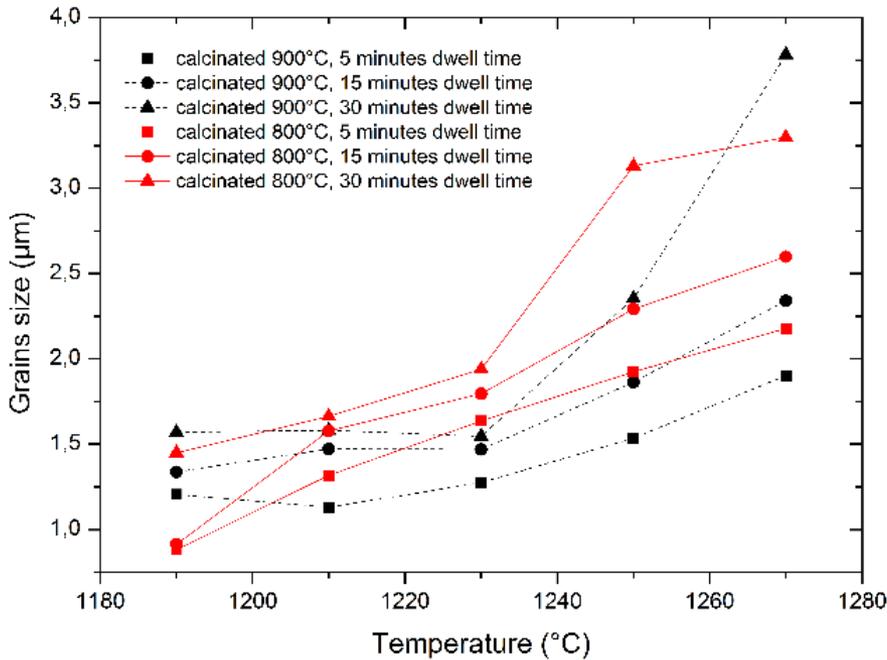
1250°C durant 15 minutes :



Cycle thermique court, environ 2 heures

## Frittage à 915 MHz

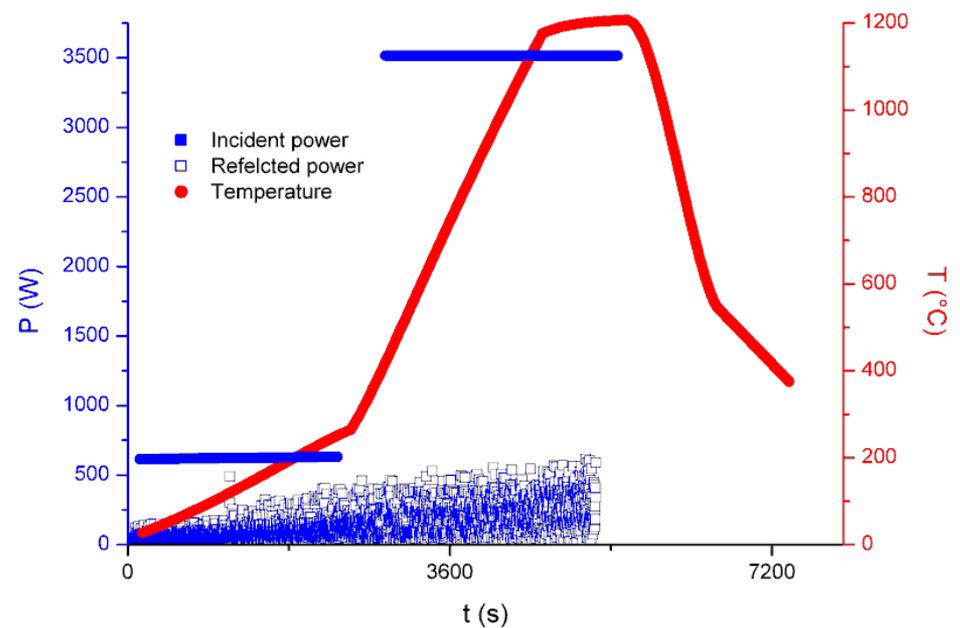
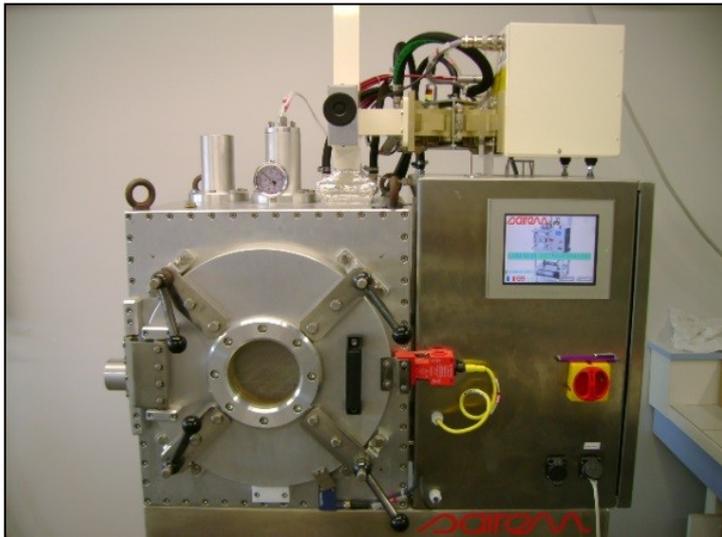
- Densité 99,1 %
- Taille de grain : 0,9  $\mu\text{m}$
- Module d'élasticité : 139,8 GPa
- Dureté : 7 GPa



Pièce dense avec microstructure contrôlée

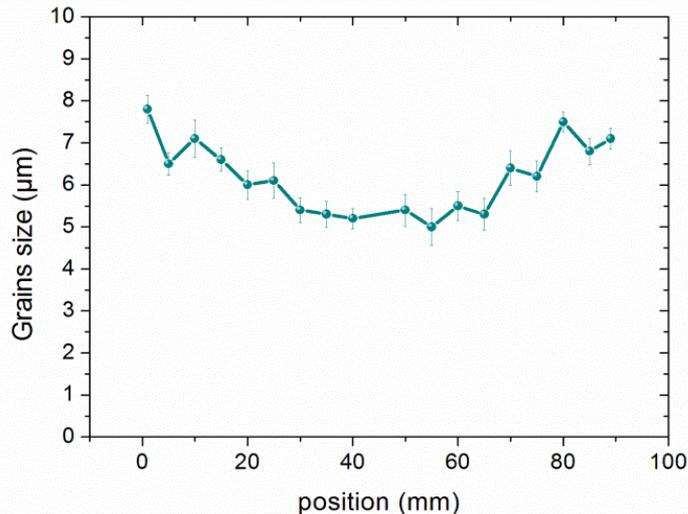
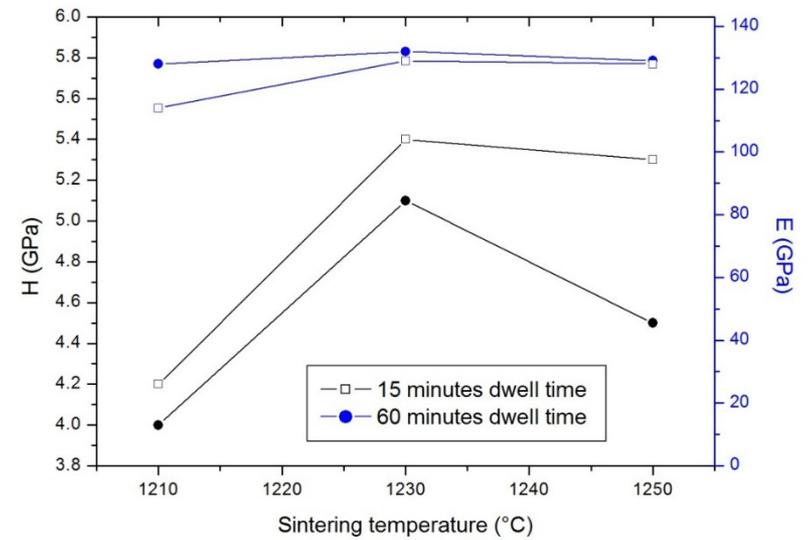
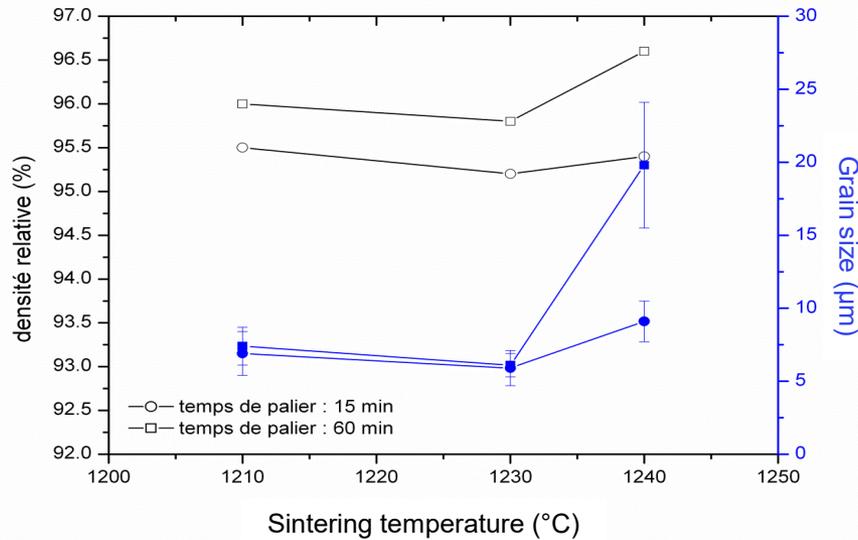
## Frittage à 2,45 GHz multimode

- 90 à 200 mm de diamètre
- Volume cavité : 96L



- Cycle thermique d'environ 2 heures

## Frittage à 2,45 GHz multimode



Chauffage principalement indirect

## Comparaison des techniques

Propriété	Conventionnel	2,45GHz mono	915MHz	2,45GHz multi
Densité relative (%)	97,3	99,6	99,1	96,5
Taille de grain ( $\mu\text{m}$ )	2,6	1,0	0,9	5
Module d'élasticité (GPa)	122	143	140	130
Dureté (GPa)	6,1	9,6	7	5,2
Durée traitement thermique (h)	15	0,5	2	2

- Propriétés comparables après traitements micro-ondes et conventionnel pour des pièces de grandes dimension.

## Conclusions

### ■ Intérêts

- Réduction du temps d'élaboration
- Diminution de l'énergie consommée
- Amélioration des propriétés mécaniques
- Possibilité de densifier des pièces de formes complexes

### ■ Limitations

- Cadence de production (batch)

Vers des procédés continus (300°C)



Sairem  
Lyon,  
France

*Merci pour votre attention*

[anthony.thuault@univ-valenciennes.fr](mailto:anthony.thuault@univ-valenciennes.fr)



# Merci pour votre attention



**CRIBC (chef de file)**

[www.bcrc.be](http://www.bcrc.be)  
Mons  
+32 (0)65 40 34 34



**Materia Nova**

[www.materianova.be](http://www.materianova.be)  
Mons  
+32 (0) 65 55 49 02



**UVHC-LMCPA**

[www.univ-valenciennes.fr](http://www.univ-valenciennes.fr)  
Maubeuge  
+33 (0) 3 27 51 16 76



**CRITT-MDTS**

[www.critt-mdts.com](http://www.critt-mdts.com)  
Charleville-Mézières  
+33 (0) 3 24 37 89 89



**Matikem**

[www.matikem.com](http://www.matikem.com)  
Villeneuve d'Ascq  
+ 33 3 61 76 02 45



**POM Oost-Vlaanderen**

Gent  
+32 (0) 9 267 86 33



**Wallonie**



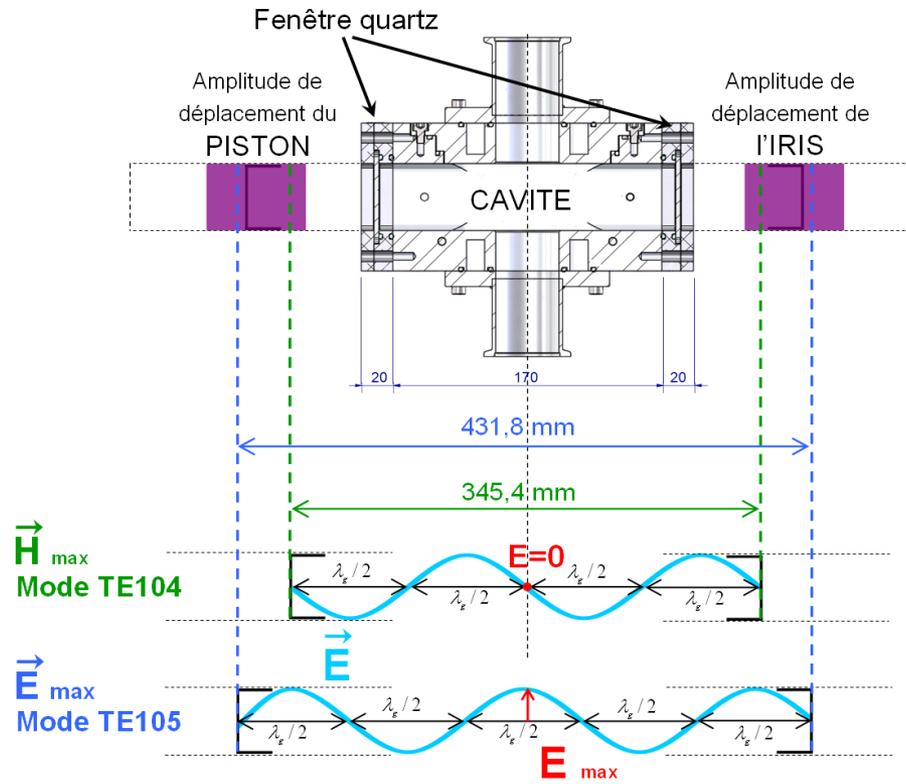
# TECHNOLOGY TO FABRICATION

Des technologies vers l'application  
industrielle



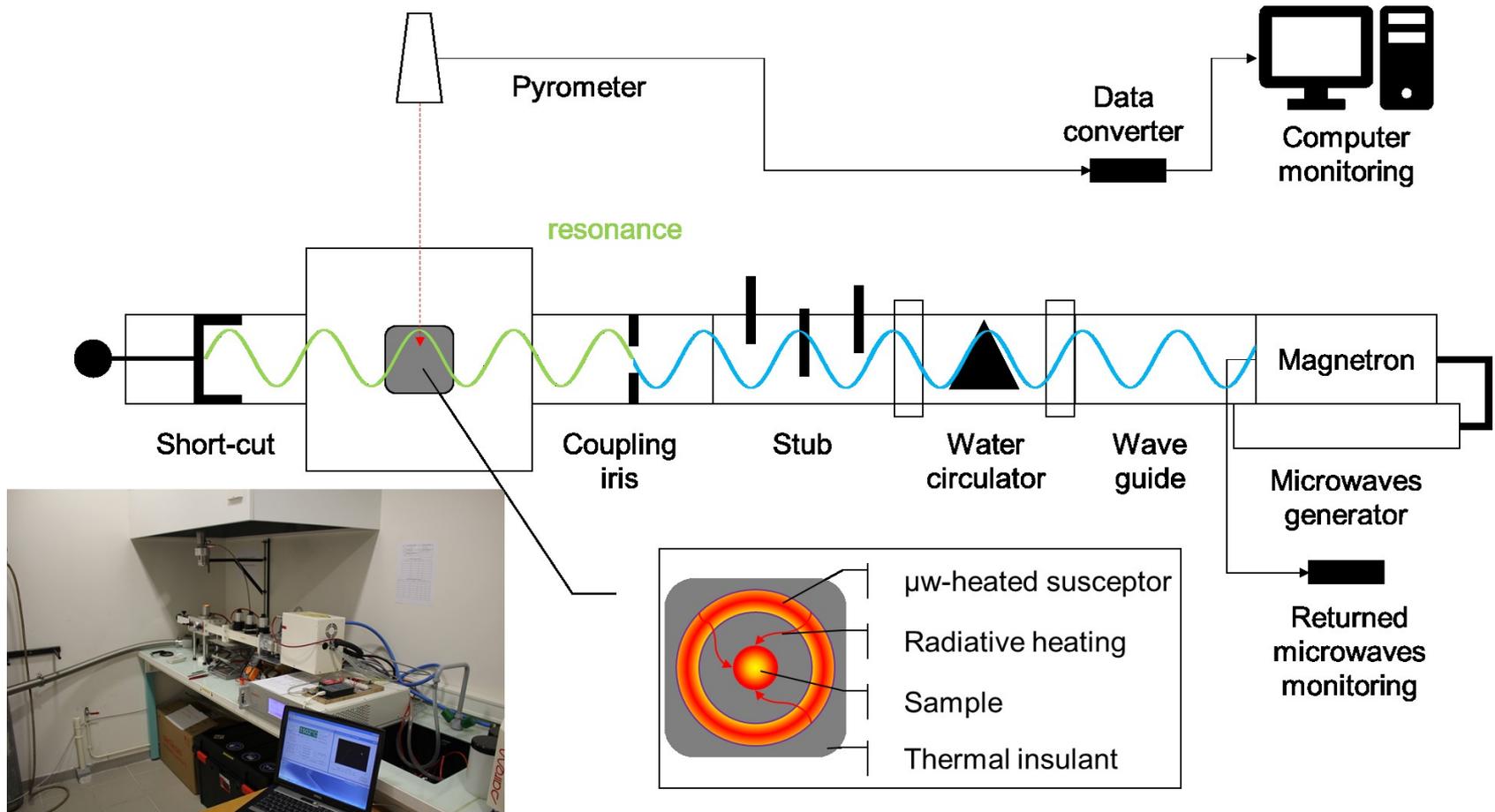
## Dispositif micro-ondes au LMCPA

- Equipement Sairem (Lyon, France)
  - Mode  $TE_{105}$



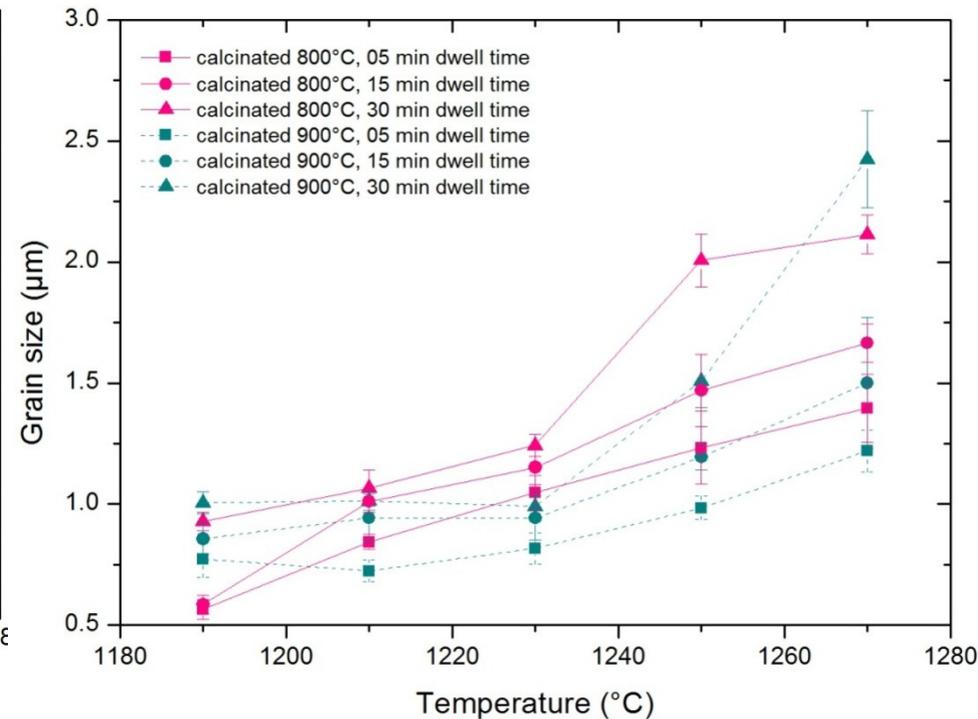
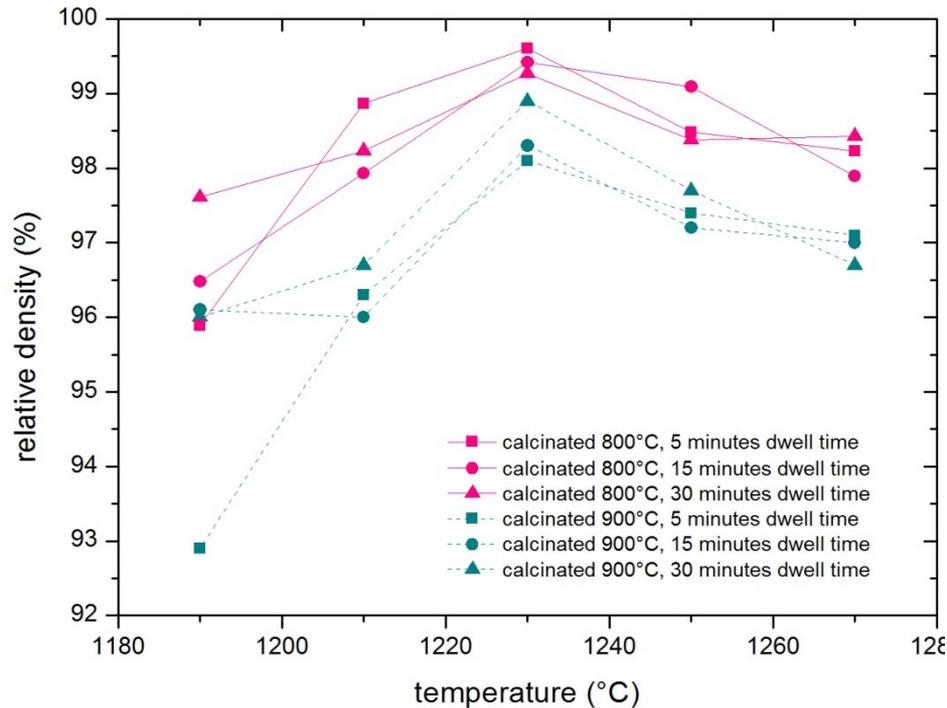
## Dispositif micro-ondes

- Équipement Sairem (Lyon, France)



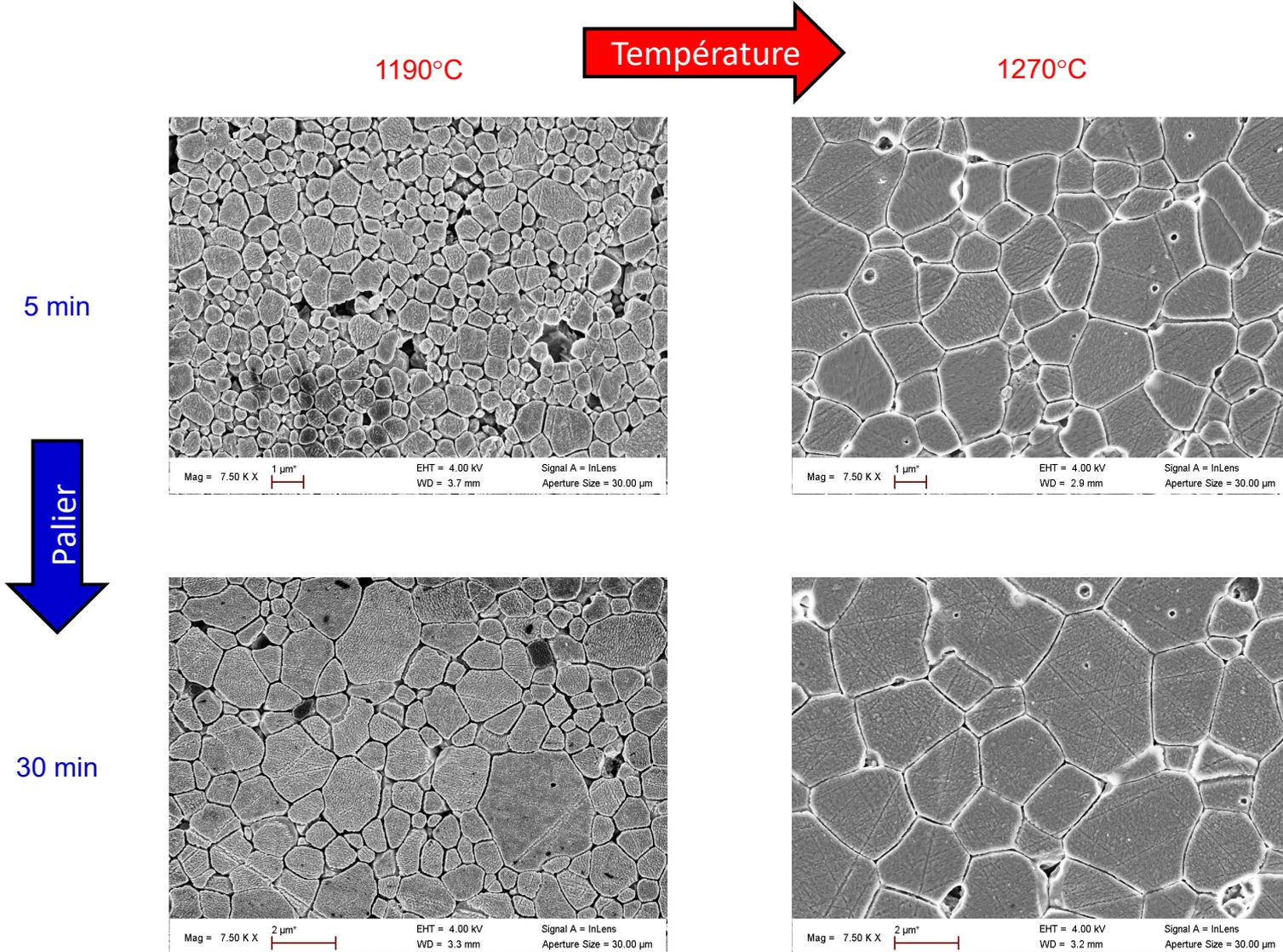
## Étude microstructurale

- Deux poudres :  $\sim 80$  nm (calcination à  $800^\circ\text{C}$ ) et  $\sim 200$  nm (calcination à  $900^\circ\text{C}$ )



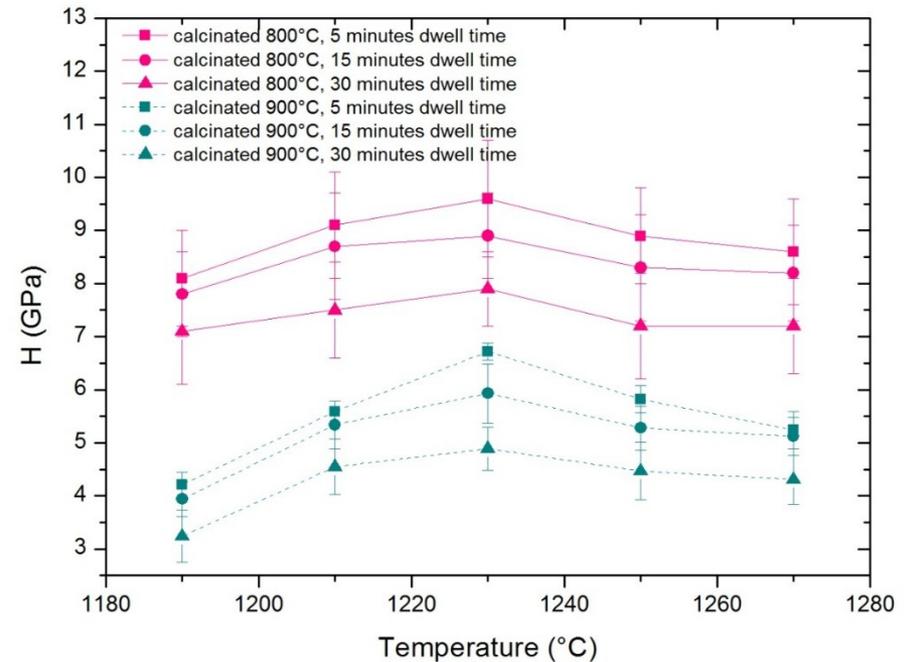
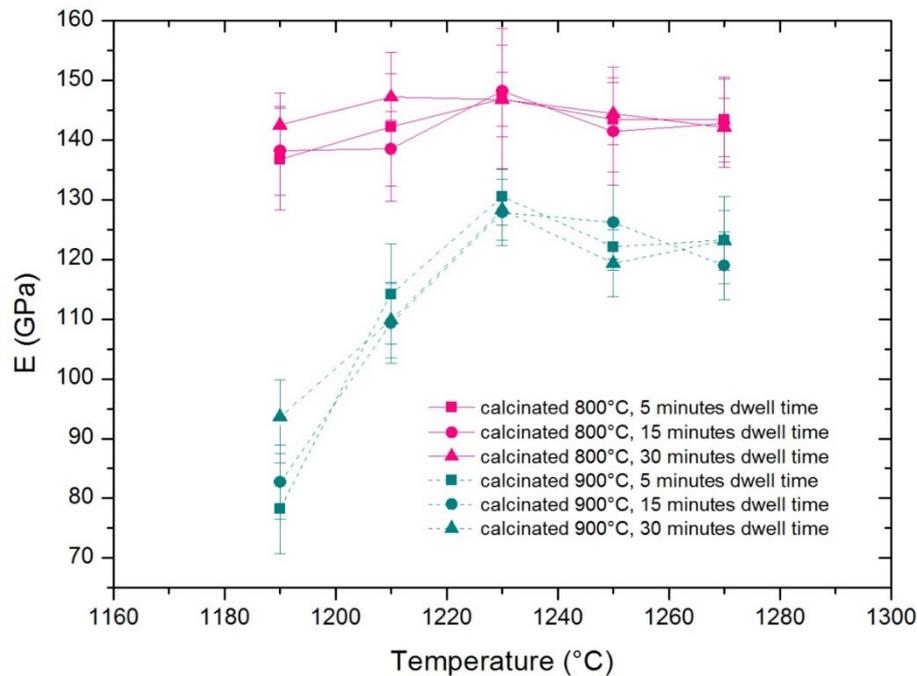
- Obtention de pièces denses ( $>99\%$ ) à microstructure fine ( $\sim 1 \mu\text{m}$ )

## Étude microstructurale



## Propriétés mécaniques

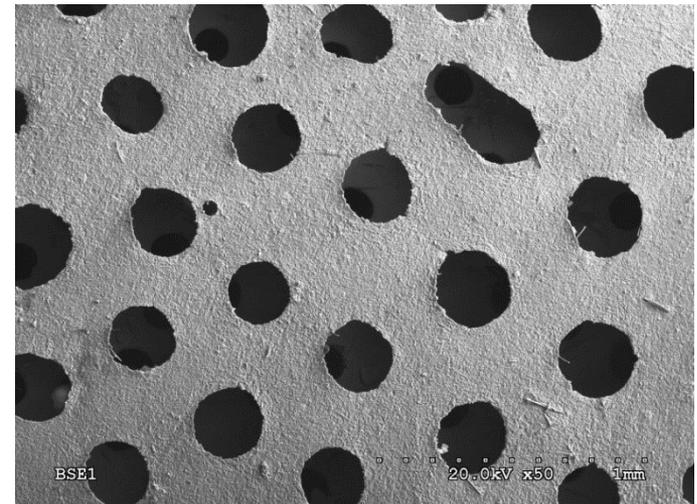
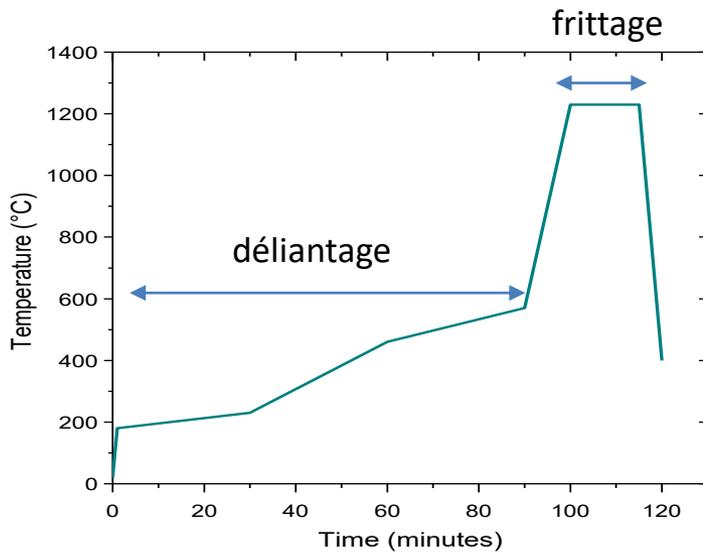
### ■ Indentation instrumentée



- Augmentation du module d'élasticité et de la dureté si comparaison avec valeurs obtenues en conventionnel

## Frittage par micro-ondes de pièces de formes complexes

- Macroporeux (squelette PMMA)
  - Chauffage hybride (déliantage)
  - 80 à 380 W
  - 1230°C durant 15 minutes
  - Pas de déliantage préalable



Densité des parois 98,7 %

## Pourquoi 915 MHz ?

- Profondeur de pénétration  $D_p$  des micro-ondes

$$D_p \cong \frac{c \varepsilon'}{f \pi \varepsilon'' \sqrt{\varepsilon_r}}$$

- ✓ Quand la fréquence diminue (2450 MHz vers 915MHz), la profondeur de pénétration augmente

- Dimensions de la cavité

$$\frac{c}{f_r} = \frac{2}{\sqrt{\left(\frac{m}{a}\right)^2 + \left(\frac{n}{b}\right)^2 + \left(\frac{p}{L}\right)^2}}$$

- ✓ Quand la fréquence diminue, les dimensions de la cavité doivent augmenter

- Puissance dissipée  $P_d$

$$P_d = 2\pi f \varepsilon' \tan(\delta) E^2$$

- ✓ Quand la fréquence diminue, la puissance dissipée (en chaleur) diminue, cela implique l'augmentation de la puissance nécessaire au chauffage

# TECHNOLOGY TO FABRICATION

Des technologies vers l'application  
industrielle



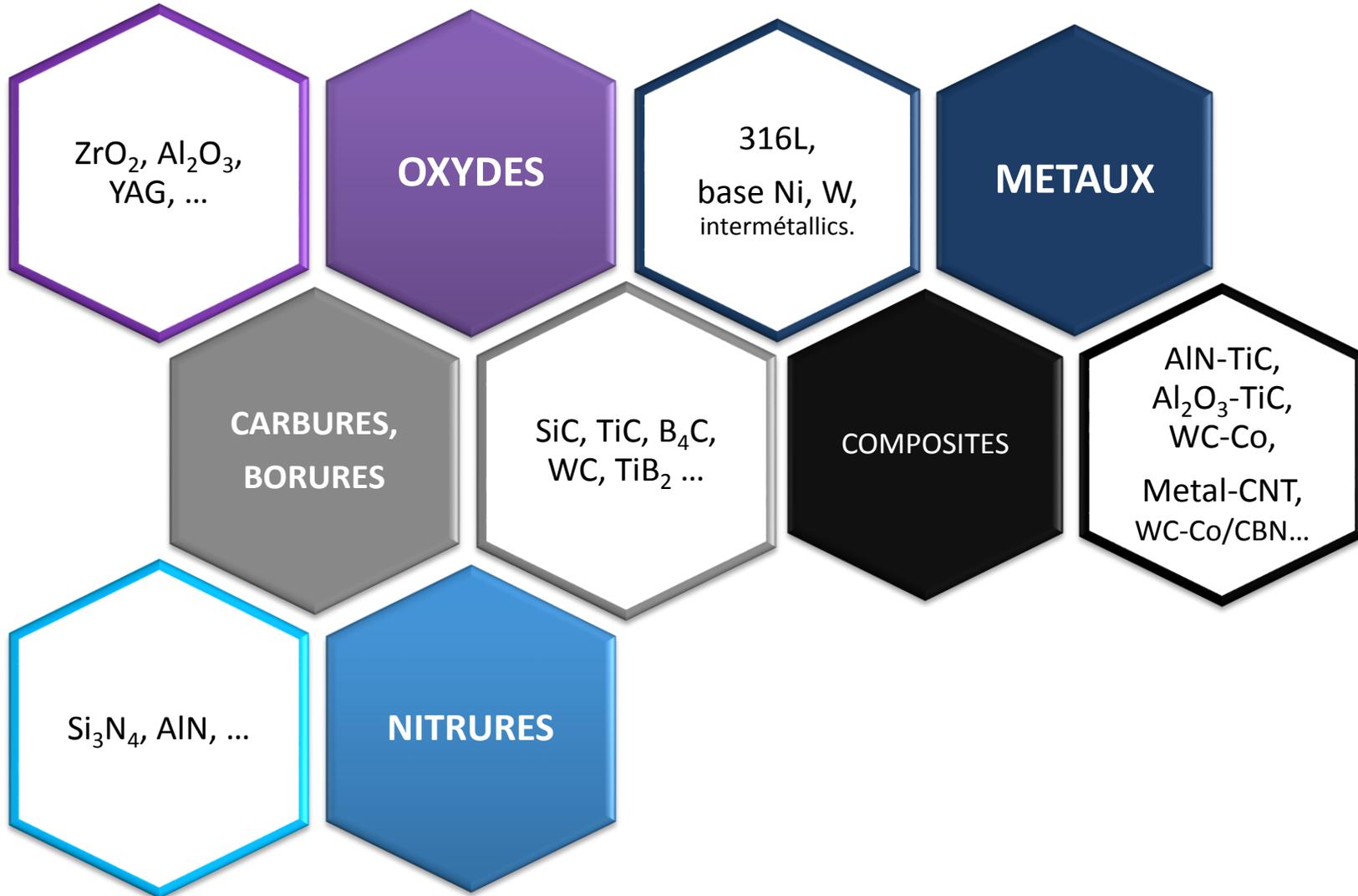
# *Technologies de densification par frittage*

-

## *plateforme technologique de frittage du CRIBC*

X. Buttol, G. Bister, JP Erauw - CRIBC





# Déliantage thermique @ BCRC



40 litres ; 300 x 600 mm

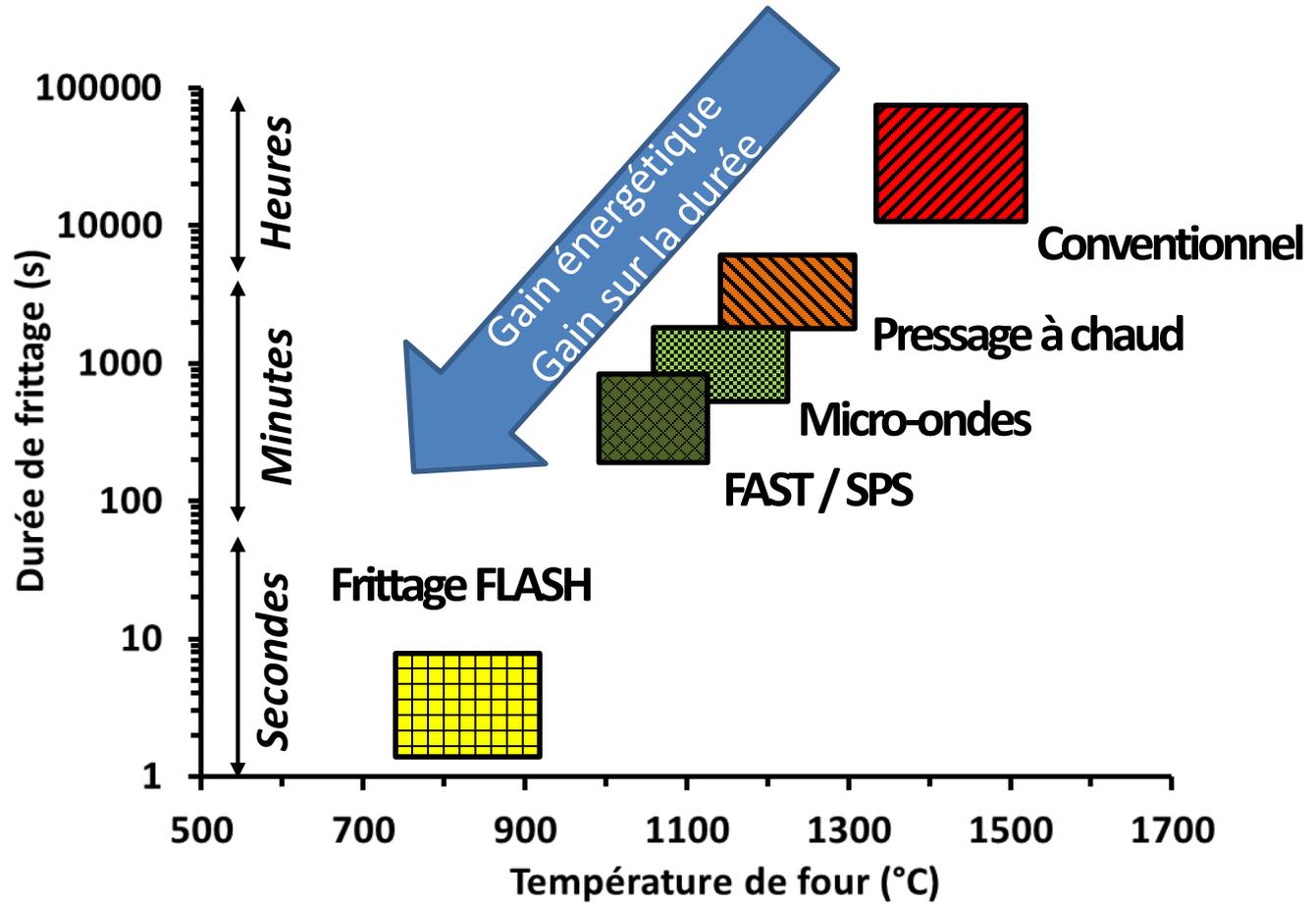
Air, Ar, N<sub>2</sub> ou H<sub>2</sub>, vide

Vide primaire < 1.10<sup>-2</sup> mbar

T<sub>max</sub> = 1100°C (750°C vide)

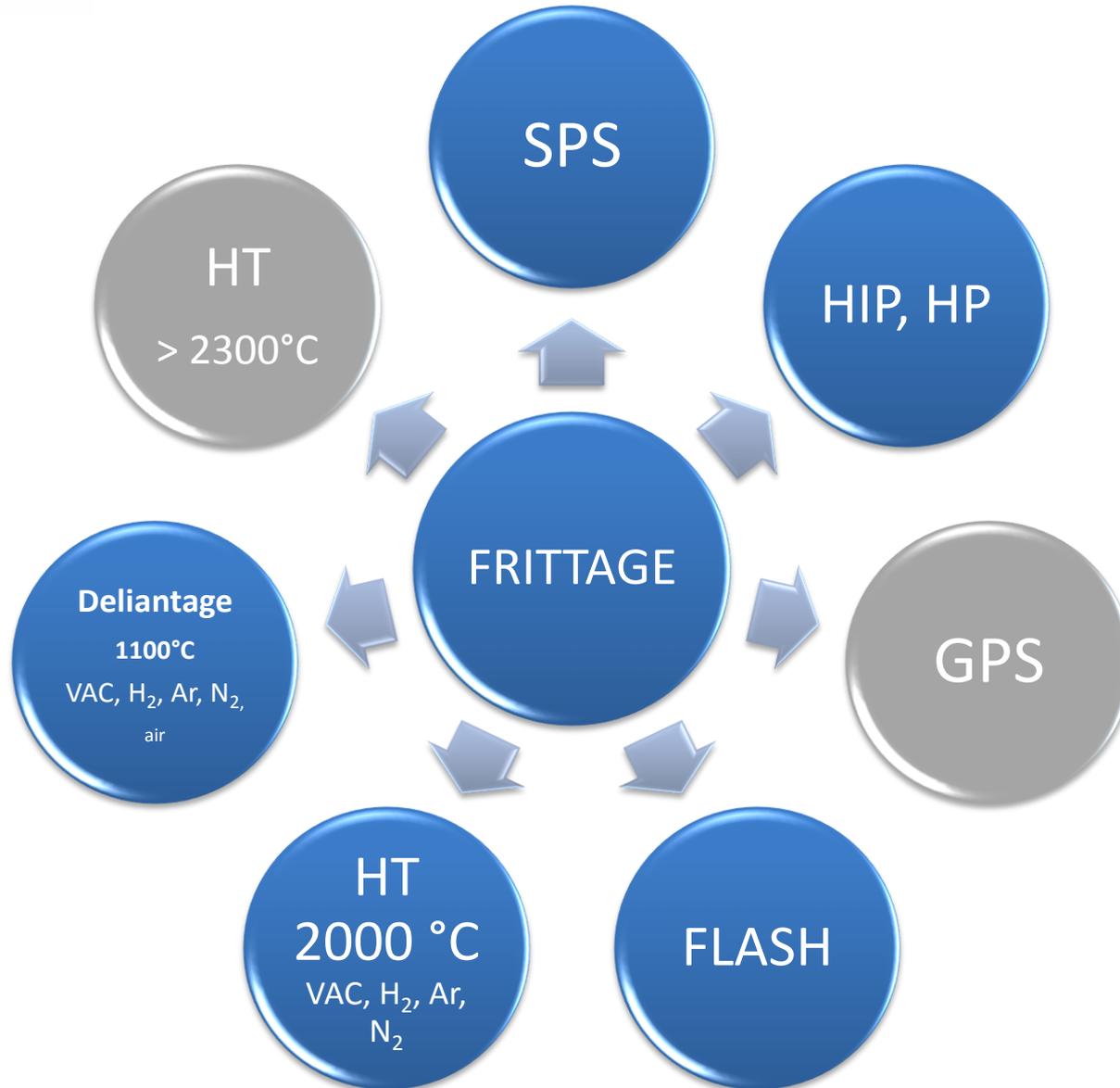
Cycles → 30 segments (Vac or gaz)

# Frittage et frittages assistés

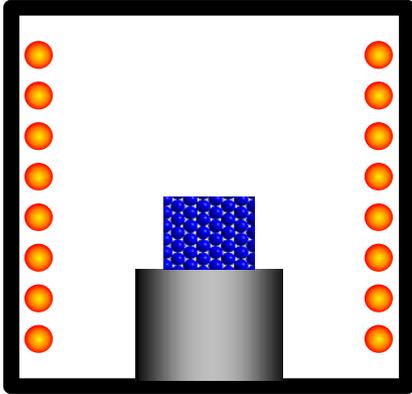


Inspiré de Marco Cologna & Rishi Raj, Univ. of Colorado.

# FRITTAGE au CRIBC - Plateforme



# 1. Frittage naturel



- Economique
- batch ou continu
- Atmosphère contrôlée ou non
- Pièces complexes



- Long (plusieurs heures)
- Porosité possible
- Peu adapté pour certains matériaux

# 1. Frittage naturel



$T_{\max} = 2000^{\circ}\text{C}$  (W elements)  
max :  $20^{\circ}\text{K}/\text{min}$

9 litres ; 230 x 230 mm

Ar, N<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, vide

vide prim.  $< 5 \cdot 10^{-3}$  mbar

Vide sec.  $< 5 \cdot 10^{-5}$  mbar

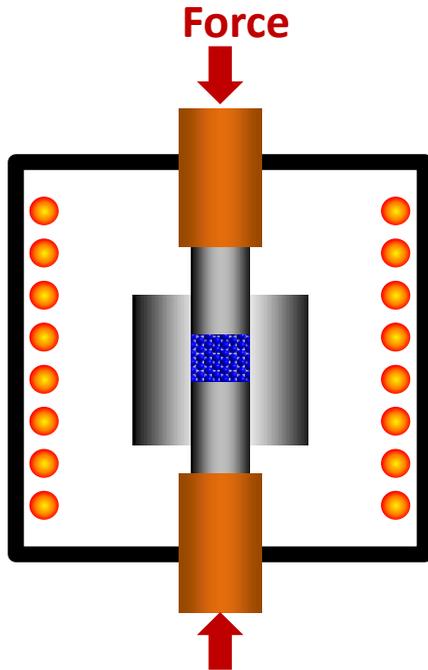
Cycles  $\rightarrow$  20 segments



Pas de déliantage !!!

## 2. Frittage assisté mécaniquement

### A) Contrainte uniaxiale = presse à chaud = Hot Pressing



- Réduction de la durée de cycle (quelques h)
- Diminution des températures
- Elimination (totale) de la porosité
- Elargissement de la palette de matériaux



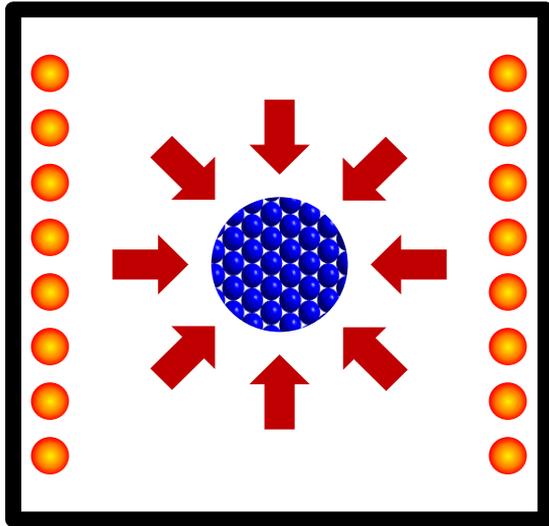
- Procédés batch
- Limitations géométriques

Au CRIBC : 2200°C max - 100 kN - N<sub>2</sub>, Ar, vide - Four graphite

## 2. Frittage assisté mécaniquement

B) Isostatique = presse isostatique à chaud = Hot Isostatic Pressing

**Pression**



- Réduction de la durée de cycle (quelques h)
- Diminution des températures
- Elimination (totale) de la porosité
- Elargissement de la palette de matériaux



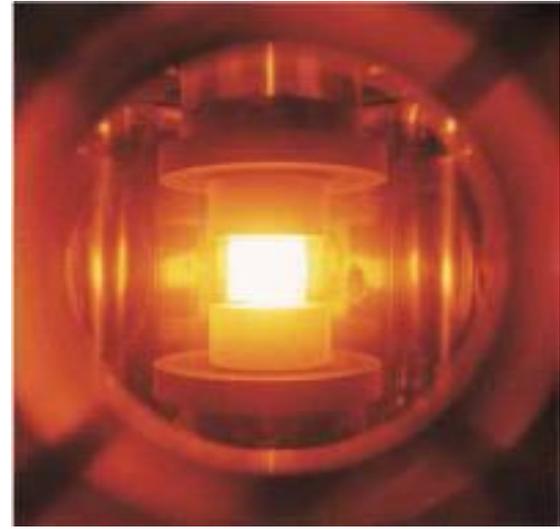
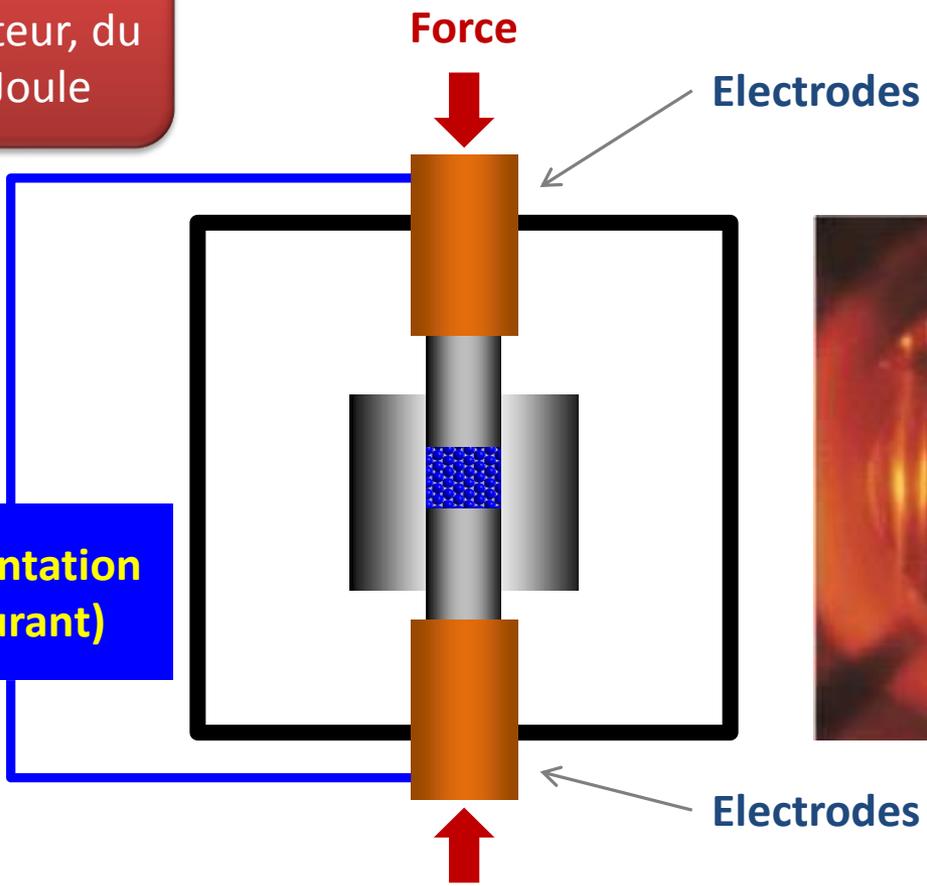
- Procédés batch
- Etapes complémentaires (encapsulation)

# 3. Spark Plasma Sintering

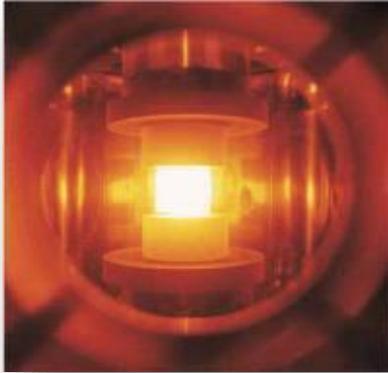
Chauffage direct de la matrice et, si conducteur, du compact par Effet Joule

5-10 V  
5-20 kA

**Alimentation  
(Courant)**



### 3. Spark Plasma Sintering - Avantages



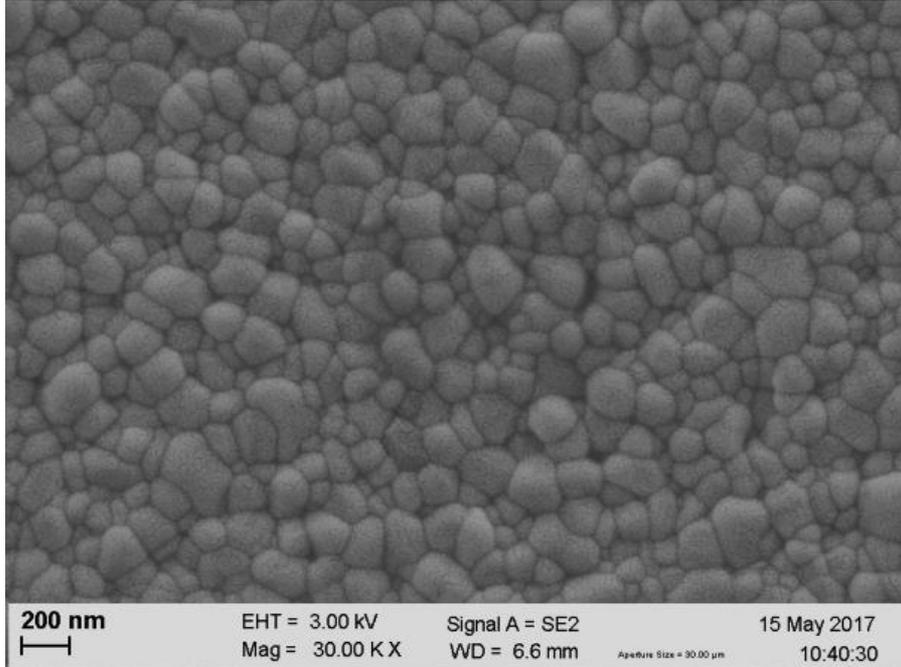
- Large gamme de matériaux
- Matériaux difficiles à fritter (carbures, borures, ...)
- Cycles thermiques très courts
- Températures de frittage plus basses (sous charges)
- Réduction de la consommation d'énergie
- Maintien de l'intégrité des phases présentes
- Contrôle de la microstructure (nanomatériaux,.. )



- Limitations géométriques
- Pièces de géométries simples
- Productivité : procédé Batch
- Hétérogénéités visibles (essentiellement sur les grandes pièces)

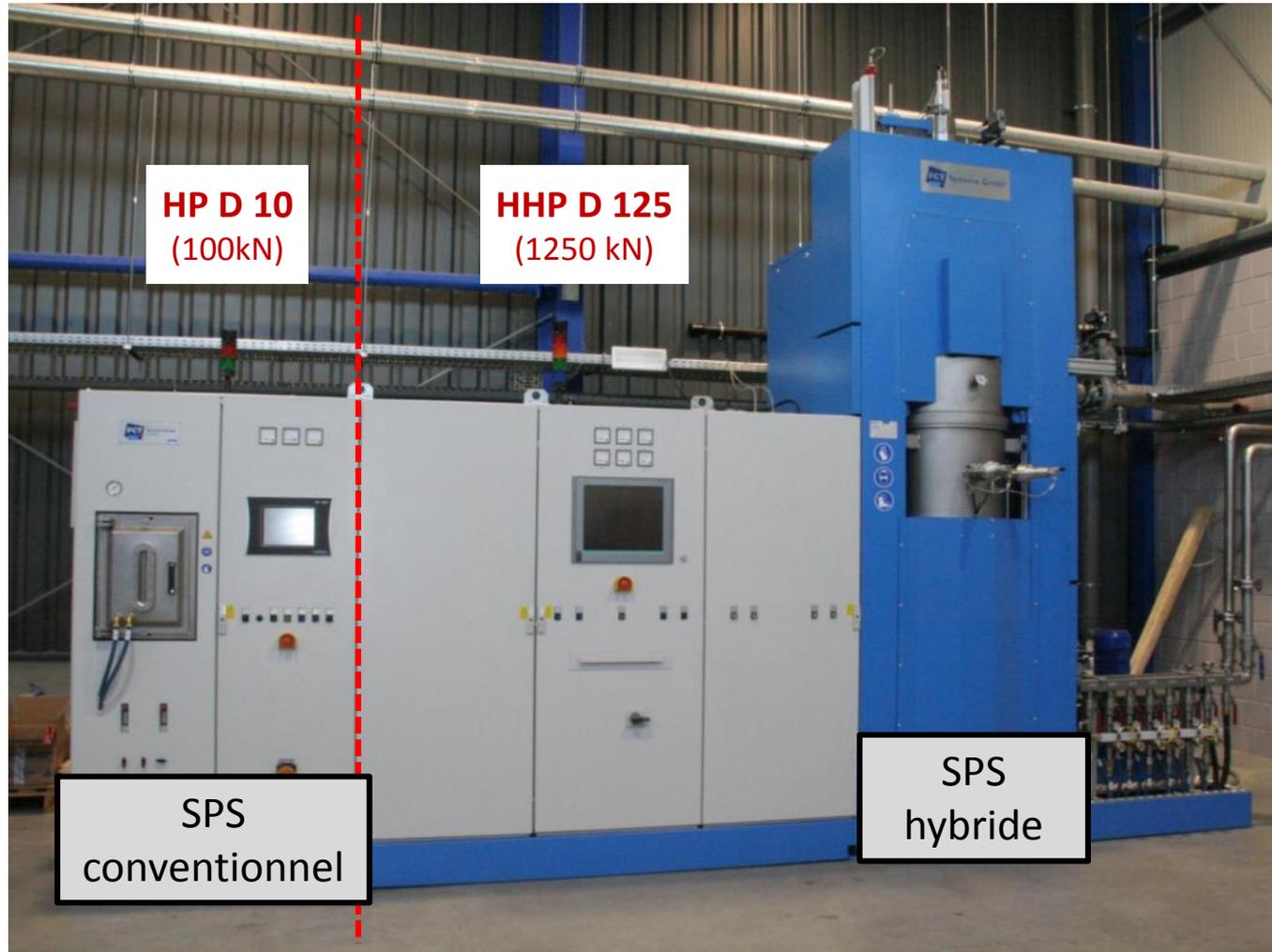
# 3. Spark Plasma Sintering - Avantages

## Exemple



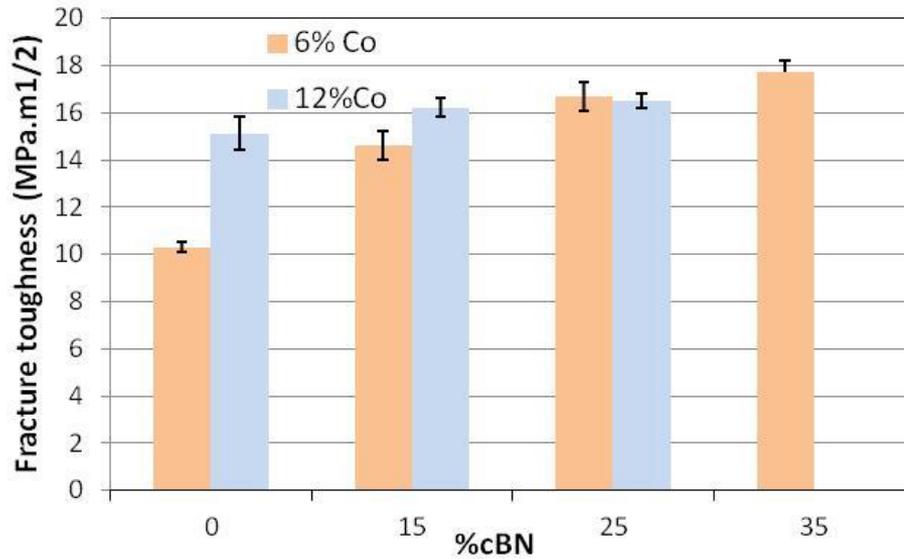
Zircone stabilisée	90 nm D <sub>50</sub>
T°palier	1250°C
Temps de palier	5 min
Vitesse de chauffe	200 °C/min
Charge appliquée	40 MPa
Diamètre d'échantillon	40 mm

## Twin-Hybrid system - HHP D 125-SP (FCT Systeme GmbH)

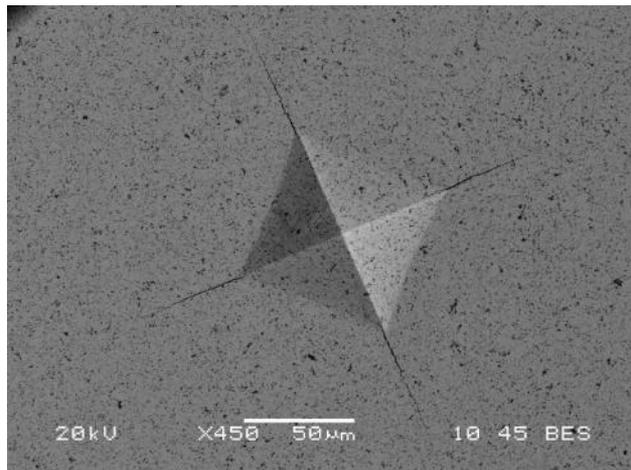


## Twin-Hybrid system - HHP D 125-SP (FCT Systeme GmbH)

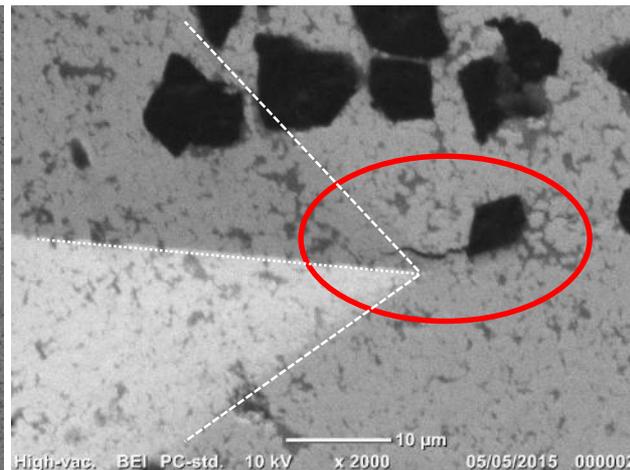
Données techniques	HP D 10	H HP D125
Force (kN)	2 ... 100	16 ... 1250
Ø échantillons (mm)	20 ... 60	80 ... 150
t°max (°C)	2200	2200
Rampe max (°K/min)	1 ... 400	1 ... 400
Atmosphere (mbar)	0 / + 50 (pression rel.) (Ar, N <sub>2</sub> )	0 / + 50 (pression rel.) (Ar, N <sub>2</sub> )



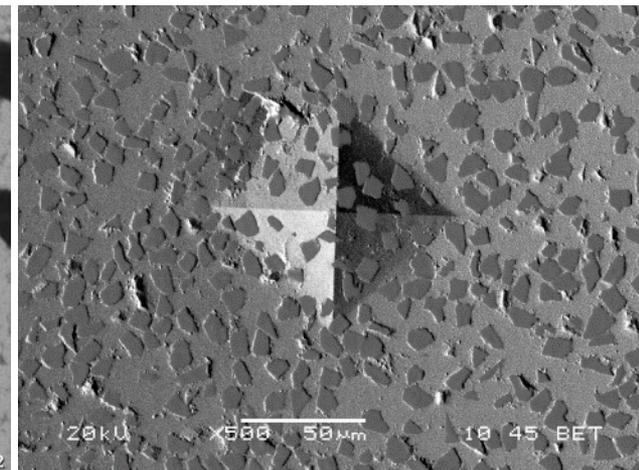
WC-Co-cBN



WC 6-0



WC 12-15



WC 12-35



### Transparent YAG

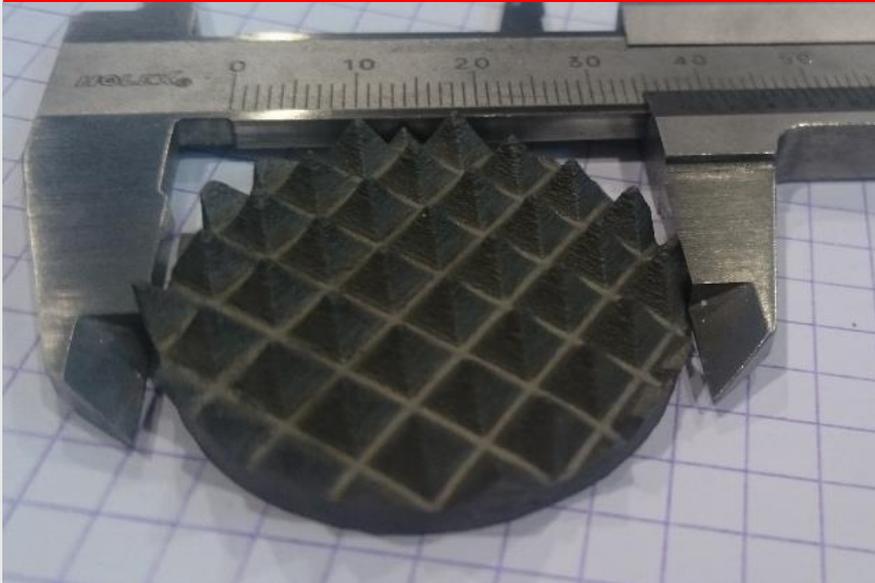
15 min @ 1500°C  
50MPa

- $\rho \sim 100\%$
- DRX- pure YAG

## 3.3. SPS @ BCRC – Formes complexes

**WC-12%Co**

**Après frittage SPS :  
1280°C – 20 min – 100 kN**



$\rho = 13,96$  (97,6%)

**Alumine**

**Après frittage SPS :  
1500°C – 10 min – 40 kN**



$\rho = 3,78$  (95,0%)

# Merci pour votre attention

## Questions?



**CRIBC (chef de file)**

[www.bcrc.be](http://www.bcrc.be)  
 Mons  
 +32 (0)65 40 34 34



**Materia Nova**

[www.materianova.be](http://www.materianova.be)  
 Mons  
 +32 (0) 65 55 49 02



**UVHC-LMCPA**

[www.univ-valenciennes.fr](http://www.univ-valenciennes.fr)  
 Maubeuge  
 +33 (0) 3 27 51 16 76

LMCPA



**CRITT-MDTS**

[www.critt-mdts.com](http://www.critt-mdts.com)  
 Charleville-Mézières  
 +33 (0) 3 24 37 89 89



**Matikem**

[www.matikem.com](http://www.matikem.com)  
 Villeneuve d'Ascq  
 + 33 3 61 76 02 45



**POM Oost-Vlaanderen**

Gent  
 +32 (0) 9 267 86 33



**Wallonie**



# Les Technologies de Pré et Post Traitements sur Matériaux issus des Procédés Classiques et des Filières d'Impression 3D

Jeudi 07 Juin 2018

**Exemples d'analyses et d'expertises de pièces  
métalliques classiques ou d'origine Impression  
3D, avec ou sans traitement.**

- Caractérisations réalisées au CRITT MDTs sur les pièces obtenues par fabrication additive dans le domaine du biomédical.
- Contrôle de l'analyse chimique sur pièce finie.
- Contrôle de la structure micrographique (dureté).
- Examen au MEB (...).
- Contrôle des caractéristiques mécaniques.
- Diffraction X ....

## Les matériaux contrôlés sont essentiellement les titanes, les alliages de titane ainsi que les alliages de CoCr

Normes par rapport auxquelles sont réalisés les contrôles :

### Pour les alliages de titane :

**ASTM F2924-14** "Standard specification for Additive Manufacturing Titanium-6 Aluminium-4 Vanadium with Powder Bed Fusion"

**ASTM F3001-14** "Standard specification for Additive Manufacturing Titanium-6 Aluminium-4 Vanadium ELI (Extra Low Interstitial) with Powder Bed Fusion"

Ces deux normes concernent des pièces obtenues par fusion avec laser ou faisceau d'électrons.

Caractéristiques attendues sur ces pièces : les mêmes que celles obtenues sur des pièces forgées usinées ou sur des produits corroyés.

## Pour les alliages de CoCr:

**ASTM F75-12:** « Standard Specification for Cobalt-28 Chromium-6 Molybdenum Alloy Castings and Casting Alloy for Surgical Implants »

Cette norme concerne les produits semi finis pour les implants chirurgicaux,  
les alliages coulés sous forme de grenailles, barres ou lingots.

**ASTM F1537-11:** « Wrought Cobalt-28 Chromium-6 Molybdenum Alloys for Surgical Implants »

Cette norme s'applique aux barres corroyées, ronds et fils.

# Caractéristiques attendues pour les alliages de titane

## Analyse chimique

Élément	ASTM F 2924-14			ASTM F 3001-14		
	Min	Max	Tolérances	Min	Max	Tolérances
Al	5.50	6.75	+/-0.40	5.50	6.50	+/-0.40
V	3.50	4.50	+/-0.15	3.50	4.50	+/-0.15
Fe	/	0.30	+/-0.10	/	0.25	+/-0.10
O	/	0.20	+/-0.02	/	0.13	+/-0.02
C	/	0.08	+/-0.02	/	0.08	+/-0.02
N	/	0.05	+/-0.02	/	0.05	+/-0.02
H	/	0.015	+0.002	/	0.012	+0.002
Y	/	0.005	+/-0.0006	/	0.005	+/-0.0006
Autres éléments, Chaque	/	0.10	+/-0.02	/	0.10	+/-0.02
Autres éléments, Total	/	0.40		/	0.40	
Ti	Balance			Balance		

Les teneurs de l'ASTM F3001 sont similaires à celles de l'ASTM F136 excepté que pour cette dernière ne demande pas le dosage de l'Yttrium ainsi que des résiduels.

## Caractéristiques mécaniques de traction

Caractéristiques minimum de traction <sup>A</sup> suivant ASTM F2924-14								
Température ambiante et Classification	Rm MPa selon X et Y	Rm MPa Selon Z	Rp0.2% MPa Selon X et Y	Rp0.2% MPa selon Z	A% (4D ou 50mm) selon X et Y	A% (4D ou 50mm) selon Z	Z% selon X et Y	Z% selon Z
A, B, C, D	895	895	825	825	10	10	15	15
E	Pas de spécification							
F	895	895	825	825	6	6	15	15
<sup>A</sup> Une longueur initiale selon ISO 6892 peut être utilisés si accord entre fabricant et client ( $5.65\sqrt{S_0}$ , avec $S_0$ section initiale.								

Caractéristiques minimum de traction <sup>A</sup> suivant ASTM F3001-14								
Température ambiante et Classification	Rm MPa selon X et Y	Rm MPa Selon Z	Rp0.2% MPa Selon X et Y	Rp0.2% MPa selon Z	A% (4D ou 50mm) selon X et Y	A% (4D ou 50mm) selon Z	Z% selon X et Y	Z% selon Z
A, B, C, D	860	860	795	795	10	10	25	25
E	Pas de spécification							
F	825	825	760	760	8	8	20	20
<sup>A</sup> Une longueur initiale selon ISO 6892 peut être utilisés si accord entre fabricant et client ( $5.65\sqrt{S_0}$ ) , avec $S_0$ section initiale.								

Les valeurs de l'ASTM F3001 sont similaires à celles de l'ASTM F136 excepté que cette dernière demande un essai de pliage pour les produits d'épaisseur ou de diamètre inférieur à 4.75mm.

## Caractéristiques micrographiques identiques pour ASTM F2924-14 et ASTM F3001-14

L'alpha case n'est pas permis sur les pièces finies lorsqu'elles sont examinées sur une section transversale à un grossissement de 100x.

Les exigences en matière d'alpha case pour les pièces « net shape » doivent être en commun accord entre le fabricant et le client lorsque des opérations post process sont prévues pour enlever l'alpha case.

Lorsqu'il y a accord entre le fabricant et le client les pièces peuvent être désoxydées et nettoyées en accord avec la norme **ASTM B600**.

Les exigences micrographiques et la fréquence des examens doivent être décidées d'un commun accord entre le fabricant et le client.

# Caractéristiques attendues pour les alliages de Cobalt Chrome

## Analyse chimique

Elément	ASTM F 75-12		
	Min	Max	Tolérances
Cr	27.00	30.00	0.30
Mo	5.00	7.00	0.15
Ni	/	0.50	0.05
Fe	/	0.75	0.03
C	/	0.35	0.02
Si	/	1.00	0.05
Mn	/	1.00	0.03
W	/	0.20	0.04
P	/	0.020	0.005
S	/	0.010	0.003
N	/	0.25	0.02
Al	/	0.10	0.02
Ti	/	0.10	0.02
B	/	0.010	0.002
Ti	Balance		

ASTM F1537-11							
Elément	Alliage 1 (Bas carbone)		Alliage 2 (Haut carbone)		Alliage 3 (Renforcé par dispersion)		Tolérances
	Min	Max	Min	Max	Min	Max	
<b>C</b>	/	0.14	0.15	0.35	/	0.14	0.02
<b>Al</b>	/	/	/	/	0.30	1.00	0.05 si $Al \leq 0.50$ 0.10 si $0.50 < Al \leq 1.00$
<b>La</b>	/	/	/	/	0.03	0.20	0.01
<b>Cr</b>	26.0	30.0	26.0	30.0	26.0	30.0	0.30
<b>Mo</b>	5.0	7.0	5.0	7.0	5.0	7.0	0.15
<b>Ni</b>	/	1.0	/	1.0	/	1.0	0.05
<b>Fe</b>	/	0.75	/	0.75	/	0.75	0.03
<b>Si</b>	/	1.0	/	1.0	/	1.0	0.05
<b>Mn</b>	/	1.0	/	1.0	/	1.0	0.03
<b>N</b>	/	0.25	/	0.25	/	0.25	0.02
<b>Co</b>	Balance		Balance		Balance		

## Caractéristiques mécaniques de traction

ASTM F 75-12				
	Rm (MPa)	Rp0.2% (MPa)	A% (4D)	Z%
<b>Brut de coulée</b>	655	450	8	8

ASTM F 1537-11					
	Rm (MPa)	Rp0.2% (MPa)	A% (4D)	Z%	Dureté HRC
<b>Recuit</b>	897	517	20	20	25
<b>Travaillé à chaud</b>	1000	700	12	12	28
<b>Travaillé à froid</b>	1172	827	12	12	35

## Caractéristiques micrographiques

ASTM F75-12 : Les exigences et la fréquence des contrôles sont décidées d'un commun accord entre le fournisseur et le client

ASTM F1537-11 : Les barres, ronds et fils doivent avoir une structure homogène avec une taille de grain moyenne de 5 ou plus fine.

## Problèmes rencontrés lors de ces contrôles

- Analyse chimique

- Fluctuations des résultats.

- Teneur en gaz et autres éléments, difficulté de préparation des échantillons avant dosage (pb de porosité),

- Méthode d'analyse à bien adapter

- Essais mécaniques

Influence du taux de porosité (nombre et taille) ainsi que de l'état de surface sur les résultats

## Autres contrôles pouvant être réalisés

- Contrôle de la granulométrie des poudres utilisées.
- Caractérisation de la porosité en surface, à cœur sur la section complète.
- Mesure de densité.
- Contrôle de la rugosité.
- Examen micro couplé à de l'Imagerie MEB : visualisation des infondus, des strates....
- Contrôle en diffraction X des différentes phases cristallographiques présentes.
- Tomographie.
- Le Nettoyage / La Propreté

**Clichés au MEB**  
**sur TA6V**  
**obtenus**  
**par fabrication additive**

Images MEB directement en surface

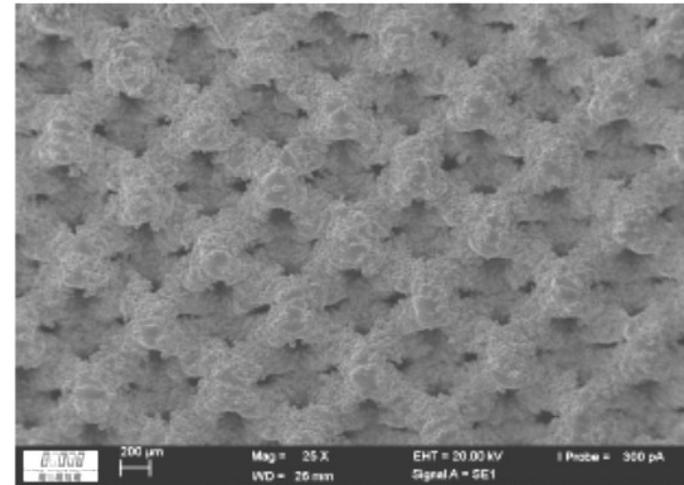


Image électronique N° 1 – G x 25

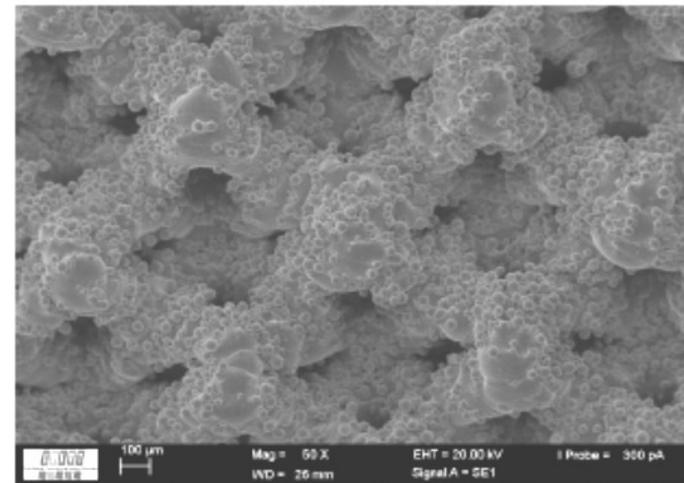
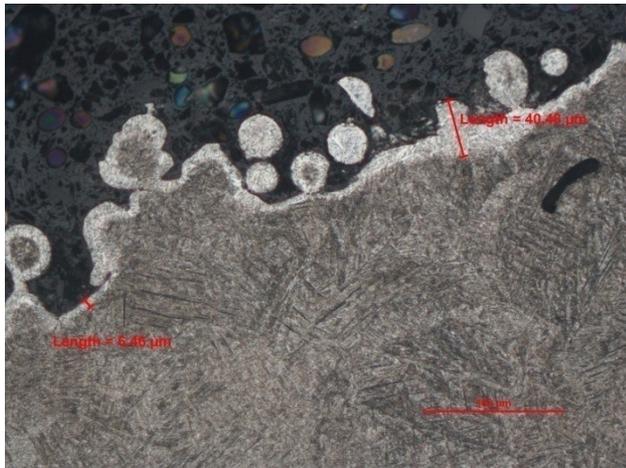


Image électronique N° 2 – G x 50

## Clichés micrographiques sur TA6V obtenus par fabrication additive



Eprouvette cylindrique

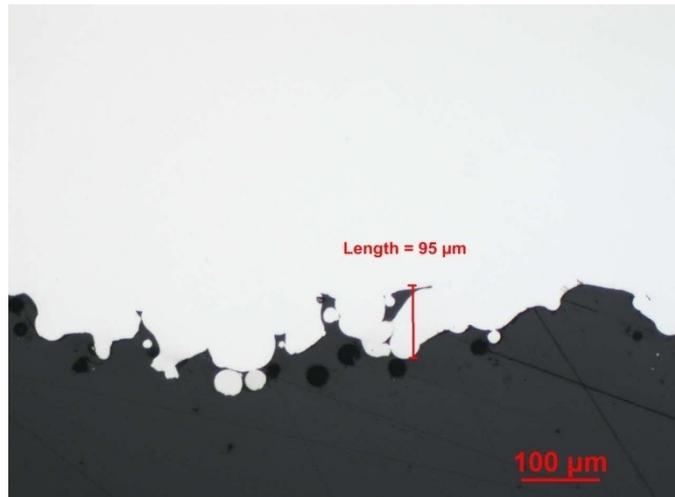
x 200

Réactif de Weck

Couche de contamination  
d'épaisseur variant de 6 à  
40 µm.

Structure aciculaire du TA6V.

## Clichés micrographiques sur TA6V obtenus par fabrication additive



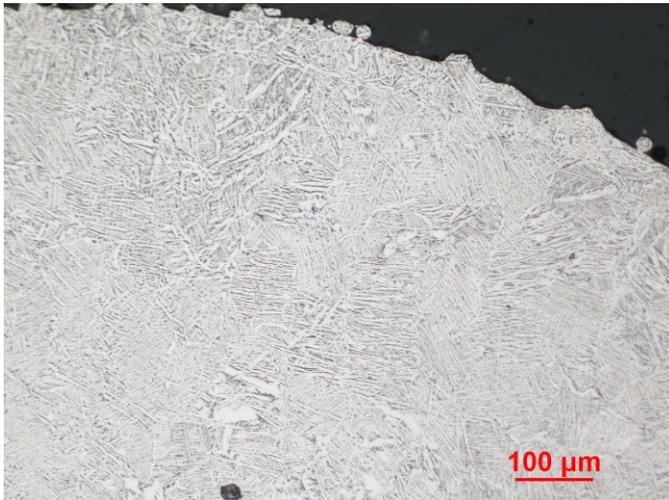
Eprouvette cylindrique

x 100

Sans attaque

Mise en évidence de l'état  
de surface

## Clichés micrographiques sur TA6V obtenus par fabrication additive



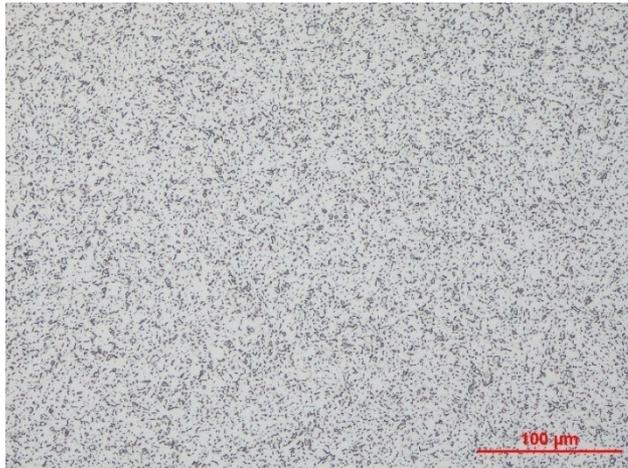
Eprouvette cylindrique

x 100

Réactif fluonitrique

Structure aciculaire ( $\alpha + \beta$ )  
contenant des liserés  $\alpha$   
intergranulaires

## Cliché micrographique sur TA6V corroyé



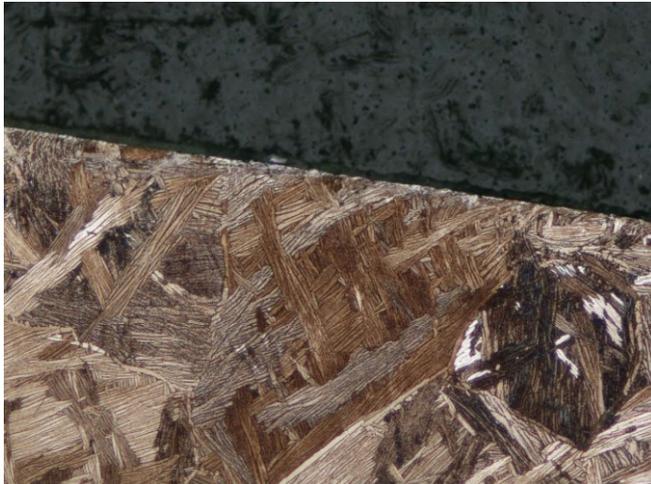
Eprouvette cylindrique

x 200

Réactif Fluonitrique

Structure( $\alpha+\beta$ ) équiaxe  
fine, homogène et  
globulaire.

## Cliché micrographique sur TA6V coulé



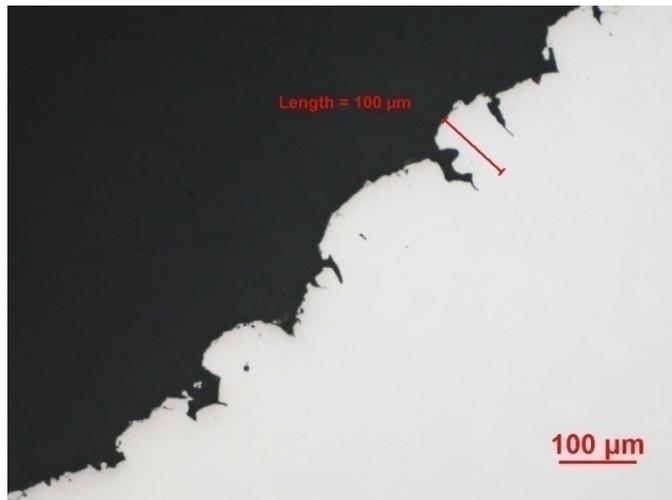
Eprouvette cylindrique

x 50

Attaque colorante

Mise en évidence de la  
structure aiguillée.

# Clichés micrographiques sur alliage de CoCr obtenus par fabrication additive

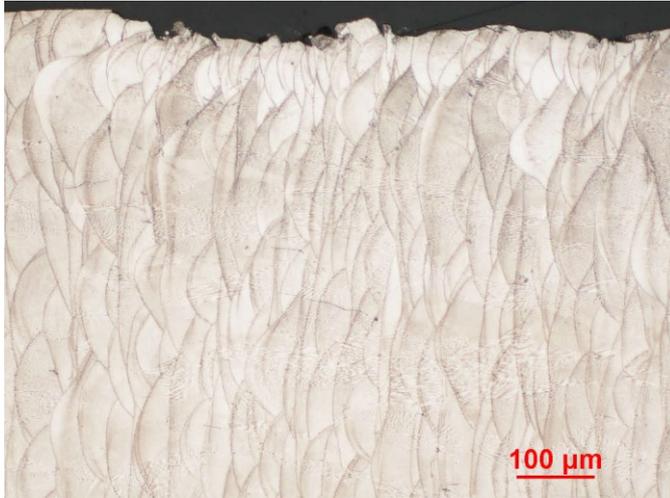


Eprouvette cylindrique

x 100

Sans attaque

Visualisation de l'état de  
surface

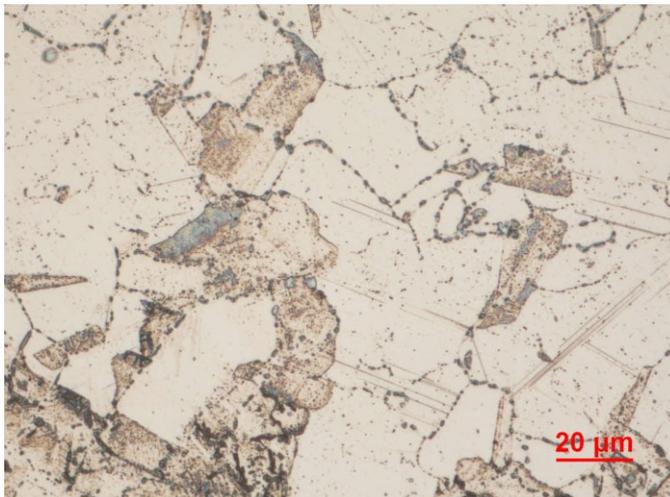


Eprouvette cylindrique

x 100

Attaque anodique HCl  
10%

Visualisation de la  
structure dendritique



Eprouvette cylindrique

x 500

Attaque anodique HCl 10%

Visualisation de la structure  
après traitement thermique

## Cliché micrographique sur CoCr corroyé



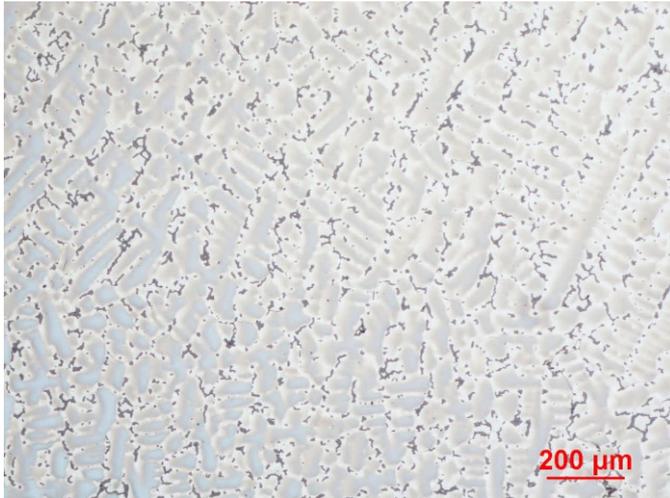
Eprouvette cylindrique

x 200

Attaque anodique HCL à  
10%

Structure      austénitique  
mâclée

## Cliché micrographique sur CoCr coulé



Eprouvette cylindrique

x 200

Attaque anodique HCL à 10%

Structure dendritique sur une  
matrice austénitique contenant de  
fins carbures

## Post traitements réalisés au CRITT-MDTS

- Essentiellement des TTh de détente lorsque les pièces sont encore attachées au plateau. Le but étant d'ôter les contraintes résiduelles existantes en fin de fabrication.
- Ces TTh doivent être réalisés sous vide afin d'éviter l'apparition de couches de contamination.
- Des gammes de TTh sont proposées dans la norme AMS 2801B.
- **Nettoyage et propreté.**
- **Prestations R&D : Plasma**

## Avancée normative

- Commission de normalisation UNM 920  
« Fabrication additive »
- Projet de norme expérimentale XP E 67-305  
« Fabrication Additive- Exigences à respecter pour la fabrication d'un dispositif médical ».  
Traite de la chaîne de fabrication d'un dispositif médical.

*Cette norme spécifie en outre au §5.7 « pièce finie livrable » que les dispositifs médicaux doivent respecter les exigences applicables en fonction de leur type.*

## Avancée normative

- Projet de norme internationale ISO/ASTM DIS 52907  
« Fab additive-Spécifications techniques sur les poudres métalliques »

*Ce document indique les normes d'essai à utiliser afin de vérifier la poudre. Elle ne donne pas de valeurs cibles, il ne s'agit pas d'une norme produit.*

# La Préparation de surface

Un passage obligatoire pour de bonnes performances

N. Lavayssiere – F. Antoine / CRITT MDTS Charleville-Mézières / 07 juin 2018



# Sommaire

1. Introduction
2. Les étapes de la préparation de surface
3. Nettoyage / dégraissage
4. Que veut dire Propre?
5. Conclusion

# Introduction

Les étapes de la préparation de surface

Assurance propreté

# Introduction

## Les étapes de la préparation de surface

Les différentes étapes de la préparation de surface que ce soit en galvanoplastie ou en peinture, se résument de la façon suivante:

- Dégraissage / Nettoyage : la clé dans la réussite et la qualité des dépôts.
- Préparations spécifiques en fonction des substrats, des dépôts chimiques, électrochimiques ou organiques et des exigences.



# Introduction

## L'assurance propreté

De nos jours, les différentes expériences montrent que l'étape de nettoyage / dégraissage des pièces est l'étape certainement la plus importante pour de bonnes performances:

- Définition de la propreté
- Les outils ou moyens spécifiques de contrôle de la propreté de surface dans le domaine de la galvanoplastie et peinture.

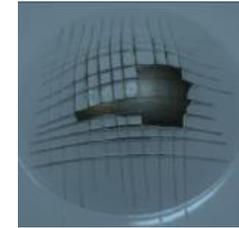
# Nettoyage / Dégraissage

La clé de la réussite des dépôts

# Nettoyage / Dégraissage

## Pourquoi dégraisser?

- Pour obtenir une finition commercialement acceptable et répondant aux exigences.
- Pour se prémunir des rebuts causés par un manque d'adhérence, un défaut d'aspect, un manque de tenue corrosion etc..
- Pendant leur fabrication, les différentes pièces traversent de multiples processus qui contaminent les surfaces. Les salissures peuvent être de sources variées (huile, résidus de polissage, calamine, rouille etc...)
- Les procédés d'électrodéposition ou de peinture, nécessitent de supprimer ces salissures au profit d'une préparation adéquate pour recevoir le dépôt qu'il soit fonctionnel ou décoratif.



Perte d'adhérence



Brouillard Salin

# Nettoyage / Dégraissage

## Dégraisser et activation acide en fonction des substrats et salissures?

- La sélection d'un cycle d'opérations de dégraissage va dépendre très largement de la nature des substrats à nettoyer et des salissures présentes. Généralement, 3 étapes sont nécessaires:
  - Dégraissage chimique (immersion) – Etape clé de nettoyage.
  - Dégraissage électrochimique est essentiel pour s'assurer de l'intégralité du dégraissage et ainsi assurer un dépôt électrolytique de bonne qualité.
  - L'activation acide est nécessaire pour éliminer toutes traces d'oxydes, et l'aspect ternit et pour activer la surface du métal afin de mieux recevoir les dépôts électrolytiques. Pour cela les pièces doivent déjà être propres.
  - Bien sûr, toutes ces étapes sont séparées par des rinçages de bonne qualité. Un mauvais rinçage génère autant de rebuts qu'un mauvais nettoyage.

# Nettoyage / Dégraissage

## Les différents types de substrats et de salissures?

- Les différents substrats peuvent être:
  - Les différents types d'acier (mild steel, hardened steel, ..).
  - Les différents types d'aluminium (2000, 5000, 6000 .... Series)
  - Les cuivreux et laitons.
  - L'inox.
  - L'électro zingué, le galva etc....

# Nettoyage / Dégraissage

## Les différents types de substrats et de salissures?

- Les différents salissures peuvent être :
  - Les huiles, les graisses etc...
  - Les agents de polissages.
  - Les oxydes, le tartre, la poussière
  - Silicones, encres,
  - Calamine, des résidus de soudure.
  - etc....
- Autant de combinaisons possibles entre les substrats et les salissures.
  - Il est donc très important d'attacher une attention particulière à la préparation des pièces et notamment au dégraissage pour avoir une surface **PROPRE**.

# Que veut dire propre?

Quantification de la propreté.

# Que veut dire propre?

## Les tests de propreté: les outils

### Vérification du dégraissage

Film d'eau



Gant blanc

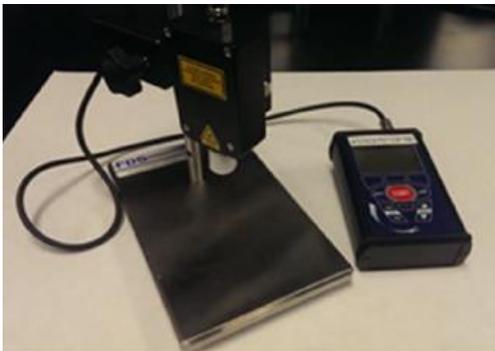


Immersion dans bain de cuivre  
(Acier)



### Quantification du dégraissage

Atotech Cleanliness Tester (ACT)



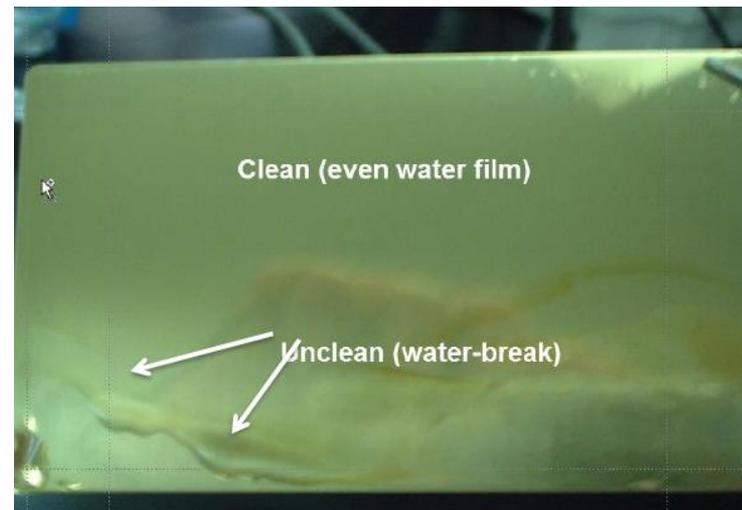
Encres de tension de surface



# Que veut dire propre?

## Les tests de propreté: le film d'eau

- Les pièces sont immergées ou aspergées avec de l'eau :
  - Le film d'eau doit être uniforme sans cassure
  - Il a l'avantage d'être un test qui ne présente aucun dommage à la pièce et très facile à faire, en plus d'être peu onéreux.
  - Il faut en revanche être vigilant car ce test donne une bonne indication pour la suppression des éléments hydrophobes (huiles, graisses..) mais il n'informe pas sur l'élimination des salissures hydrophiles (oxydes, etc..)



# Que veut dire propre?

## Les tests de propreté: le gant blanc

- Les pièces sont essuyées avec un gant ou un chiffon blanc:
- Permet d'estimer le degré de salissures restant.
- Il a l'avantage d'être un test qui ne présente aucun dommage à la pièce et très facile à faire, en plus d'être peu onéreux.
- Il permet d'être comparatif.



# Que veut dire propre?

## Les tests de propreté: immersion dans un bain de cuivre

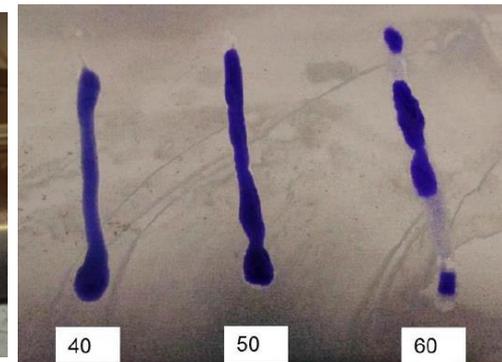
- Les pièces sont immergées dans une solution de cuivre acide
  - Il faut examiner l'uniformité, la brillance et l'adhésion du dépôt de cuivre.
  - Il a l'avantage d'être un test très facile à faire, et comparatif.
  - Difficile de quantifier, et peut être utiliser que pour les pièces en acier et ce test endommage la pièce.



# Que veut dire propre?

## Les tests de propreté: encres de tension de surface

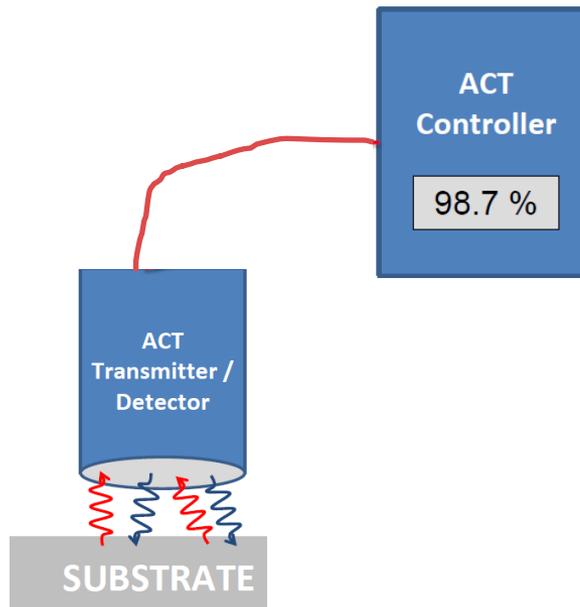
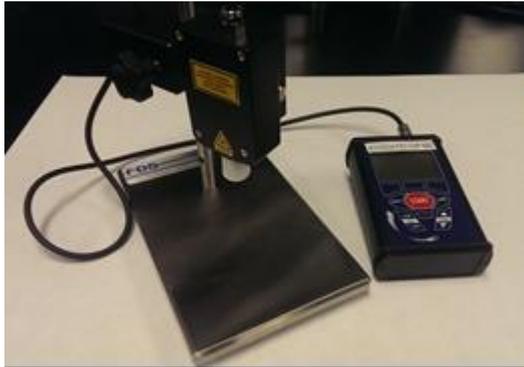
- La performance du dégraissage est quantifiée en utilisant l'énergie de surface. Des encres sont utilisées pour mesurer l'énergie de surface du métal (dyne/cm).
- Multiples substrats, quantifiable et peu onéreux.
- Le désavantage est de ne pas pouvoir réutiliser la pièce après, il est nécessaire de nettoyer l'endroit du test.
- Plus la valeur en dyne/cm de la ligne appliquée est élevée et présente un aspect sans cassure sur la surface, plus la pièce est propre.



# Que veut dire propre?

## Les tests de propreté: Atotech Cleanliness Tester

- Le testeur émet un faisceau d'énergie à la surface du métal. Le détecteur mesure l'énergie transmise en retour.
- La différence entre les deux émissions donne l'état de propreté de la pièce.
- Ce test n'endommage pas la pièce, il est multi substrats, et donne une quantification.
- Le testeur est onéreux et une formation est nécessaire à son utilisation.



# La préparation de surface

## Conclusion

- La préparation de surface et tout particulièrement le dégraissage des pièces est un maillon essentiel avant tout dépôt électrolytique ou peinture. Tant que la pièce n'est pas propre, il est difficile aux activateurs, dérochants, conversions chimiques d'assurer leur rôle.
- Des outils sont disponibles pour vérifier voire quantifier l'état de propreté des surfaces. Il est possible d'établir des niveaux critiques de propreté pour minimiser les rebuts.
- Ces éléments permettent aussi de paramétrer des indicateurs pour la conduite et les vidanges des bains.
- Pièces propres = moins de rebuts

Merci

De votre attention!

## Contact

Global head office

Atotech France

29 avenue de l'Eguillette

95310 Saint Ouen L'aumone – France

+ 33 (0) 1 34 30 20 60

[www.atotech.com](http://www.atotech.com)



Technology for tomorrow's solutions



# Journée CRITT

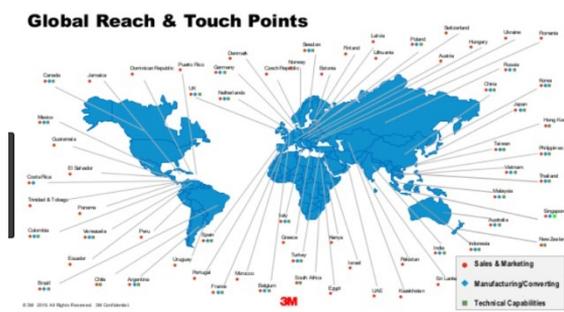
7 Juin 2018

*Inventec / Laurent Levasseur*

**Enjeux et perspectives du nettoyage en phase  
vapeur de pièces issues de la fabrication  
additive.**

# Présentation des sociétés

- 3M
- 90 000 collaborateurs – présence dans 70 pays
- Fabricant de molécules fluorées 3M™ Novec™



- Inventec -Groupe Dehon-

- 120 collaborateurs - Cleaning – Coating – soldering
- *Promosolv, Promoclean, Topklean, Quicksolv*



# Solution innovante de nettoyage par voie humide: *des questions à foison...*

- Impression 3D: *qu'est-ce qu'on nettoie?*
- Traditionnel: forgeage, décolletage, huiles etc... impression 3D: c'est de la particule/poudre : *comparer les performances ?*
- Donc le solvant ne doit pas dégraisser mais départiculer: *choisir un moyen de nettoyage adapté ?*
- Nature des pièces : métal, plastique, céramique... *compatibilité ?*
- Solvant: tension de surface faible, faible viscosité –*capter la particule mais encore ?*
- ... : ... ?

# Mêmes pièces donc même solution de nettoyage?

## *Petit jeu...quelle différence ?*

Usage

- Pièces traditionnelles ?

Coût



matériau

forme

- Pièces 3D ?

Performances



Caractéristiques

Nature

# ***process différents pour nature similaire***

- **Traditionnel : exemple Forgeage**
- Soustractive
- Méthode d'usinage : taillage, calibrage, rectification...
- Outillage, **lubrifiants**
- **3D : Mise en forme de poudres**
- Additive
- Type de méthode d'usinage
- **Choix des poudres**

**Comparaison des performances  
: sont elles égales ?**

- Techniques
- Economiques
- Ecotoxiques

**OUI / NON ?**

→ OUI : Le nettoyage se borne au départiculage si nécessaire

→ NON : Le nettoyage revient à considérer les pollutions issues d'un réajustage

Des performances (frittage pour la dureté, polissage pour la rugosité...

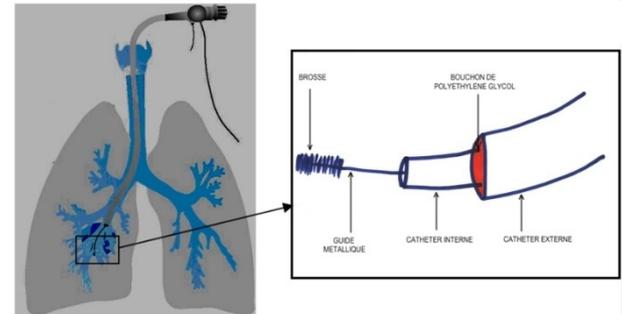
(porosité, ressuage, compatibilité matériaux )

# Qu'est ce qu'on cherche à nettoyer? (pollutions différentes ?)

	Traditionnel (soustractive)	3D (additive)
Matières organiques	Huiles, graisses	Non (sauf sur pièces métal , post-traitement métal type frittage, polissage...)
Particules	Copeaux, ambiance	<u>Issues de poudre</u>

# Etude de cas:

- **Description des pièces sales:** état initial :« Ecouvillon de type médical »
- Quelle matière? ISO 175 / compatibilité solvant / matière au point d'ébullition du solvant.
- Quel polluant? Résidu de poudre, « éclats et copeaux plastiques », poussières d'ambiance
- Quelle forme? Géométrie complexe
- Quel nombre? Nombreuses et disposées en vrac
- Cadence? Élevée (1000 à 5000 / lot)



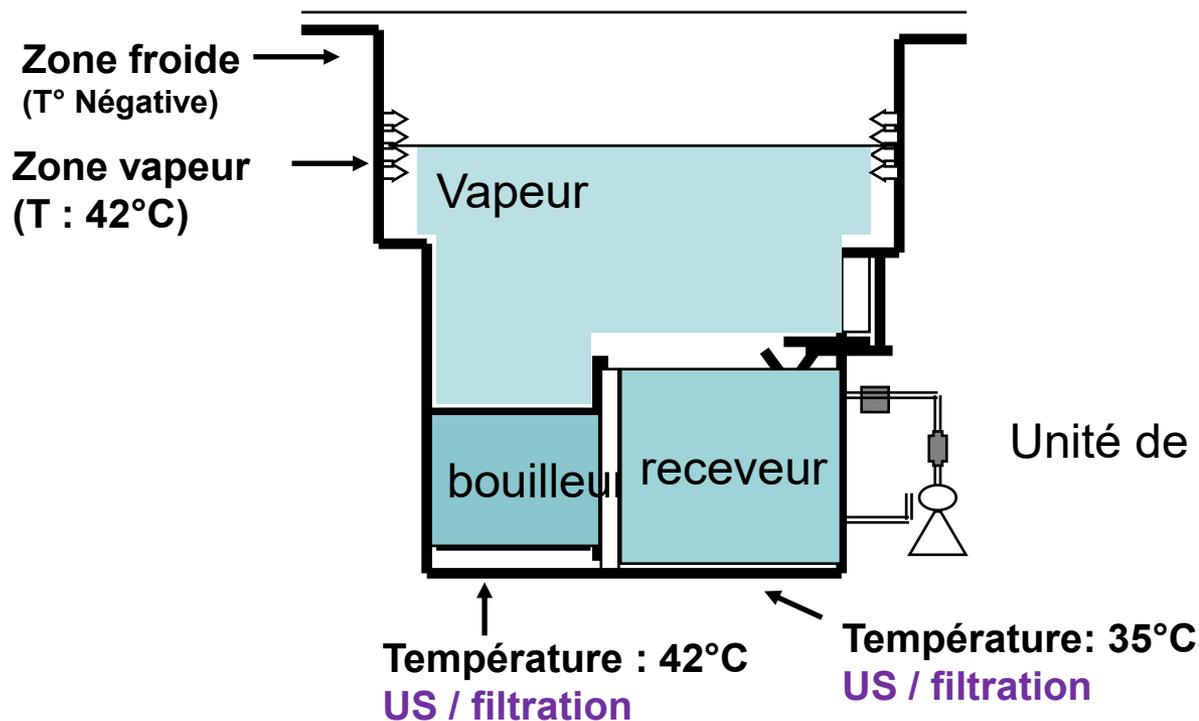
Exemple d'un cas d'usage critique : dispositif de Wimberley pour les prélèvements par écouvillon.

# *Quel produit de nettoyage?*

## *→ Contraintes et solutions*

- Cycle court car cadence élevée
- Plastique
- Géométrie complexe
- Particules de même matière que la pièce
- Séchage rapide
- Chimie non agressive
- Faible tension de surface, faible viscosité
- Déplacement et non solubilisation des polluants.
- Viscosité faible importante pour éviter les phénomènes d'adsorption

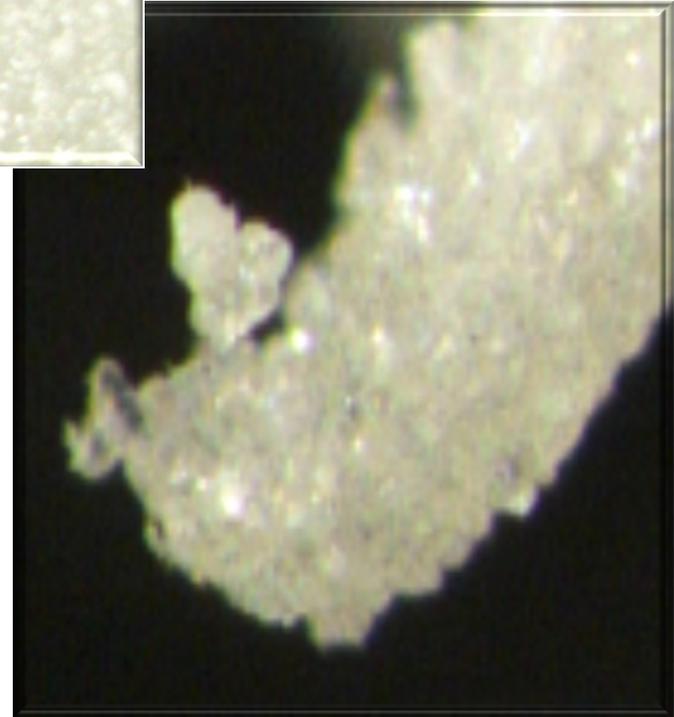
# Process azéotropique



*Sur base Hydrofluoroether  
Ininflammable  
Choix de solvation (TDE)  
Process simple et court  
Compatibilité  
Non toxique  
ODP nulle  
GWP faible  
Point d'ébullition bas*

# Perspectives particulières...

- 3 cas possibles
- Schémas des particules
1. Rugosité: polissage
  2. particule détachable: comptage particulaire
  3. particule détachée : comptage particulaire



*Est-ce qu'on crée de la particule quand on nettoie?*

# Critère de propreté?

## Comptage particulaire :

- Comptage particulaire

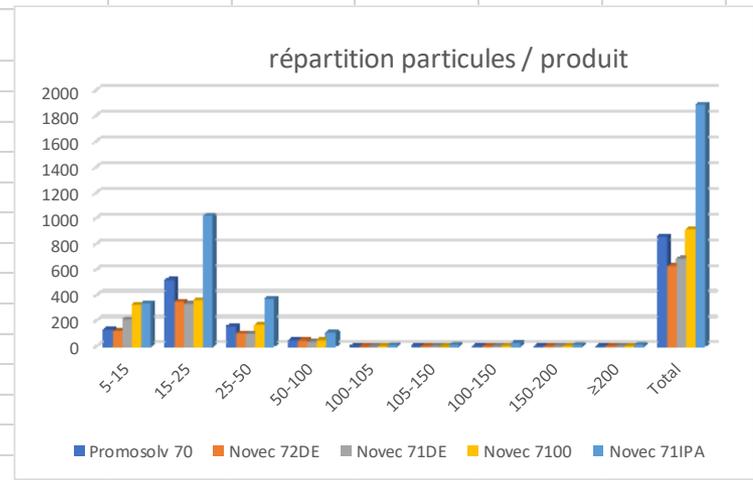
- Classe demandée=cahier des charges
- Résultats obtenus = comparaison
- Les Normes qualifient la classe, l'usage ultérieur qualifient le besoin

Comptage de particules NF ISO 16232-10	Novec 72 DE FINAL	Novec 72 DE REFERENCE
5 à 15 µm (B) (Cts/100ml)	755	1420
Classe	10	11
15 à 25 µm (C) (Cts/100ml)	189	504
Classe	8	10
25 à 50 µm (D) (Cts/100ml)	129	307
Classe	7	9
50 à 100 µm (E) (Cts/100ml)	47	54
Classe	6	6
100 à 150 µm (F) (Cts/100ml)	8	9
Classe	3	3
150 à 200 µm (G) (Cts/100ml)	3	1
Classe	2	0
200 à 400 µm (H) (Cts/100ml)	2	2
Classe	1	1
400 à 600 µm (I) (Cts/100ml)	1	0
Classe	0	0
600 à 1000 µm (J) (Cts/100ml)	0	1
Classe	0	0
SUP 1000µm (K) (Cts/100ml)	0	0
Classe	0	0

# Choix de la solution process/produit sur solvant base HFE

- Analyse des résultats et choix de produit : critères de choix dépendant de la composition, de la compatibilité avec le substrat, des caractéristiques physico-chimiques, des phénomènes d'adsorption... Recherche des interactions et des synergies

Taille	Promosolv 70	Novec 72DE	Novec 71DE	Novec 7100	Novec 711PA
5-15	130	120	211	324	336
15-25	516	350	330	361	1019
25-50	155	101	98	170	369
50-100	46	44	35	45	108
100-105	1	1	1	3	11
105-150	4	2	2	1	14
100-150	5	3	3	4	25
150-200	2	2	4	4	13
≥200	2	2	2	3	14
Total	856	625	683	915	1884
TS (dynes/cm <sup>2</sup> )	19	19	16,6	13,6	14,5
TDE	70	70	50	0	0
Alcool	0	0	0	0	5



# *Exigences et perspectives du contrôle de propreté par comptage particulaire*

- Traitées dans la présentation Inventec à suivre par Christophe Dehon...
- Merci de votre attention, à vos particules, prêts, partez !



Interreg V FWVL – TECH2FAB – 01/10/2016 → 30/09/2020

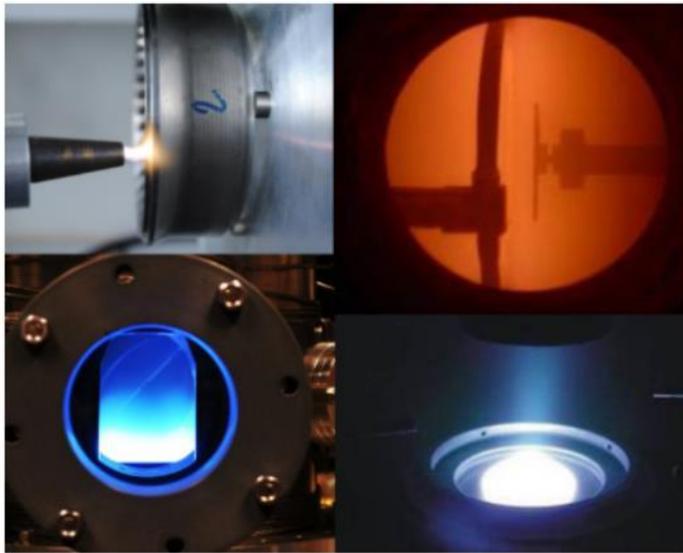
# DES TECHNOLOGIES VERS L'APPLICATION INDUSTRIELLE (TECHNOLOGY TO FABRICATION)

Journée thématique du 07/06/2018

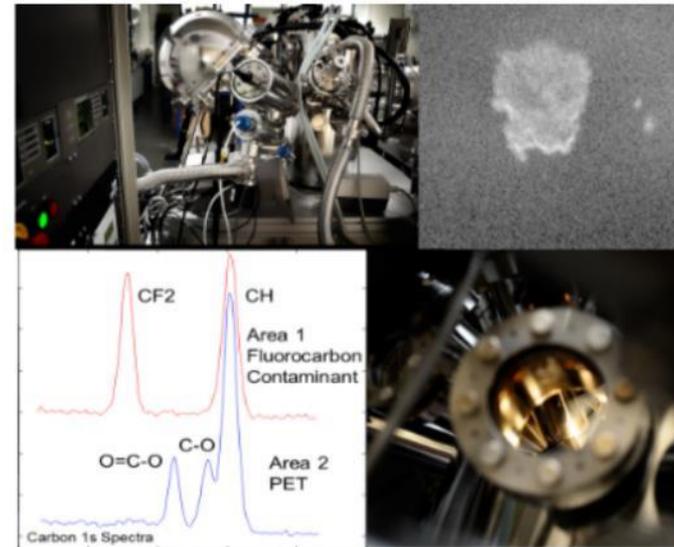


# Unité de Démonstration 1

## Traitement de surfaces par voie sèche



- ✓ Plasma atmosphérique
- ✓ Plasma sous vide
- ✓ Implantation ionique



- ✓ Analyses chimiques
- ✓ Analyses de microscopie et d'imagerie
- ✓ Analyse tribologique

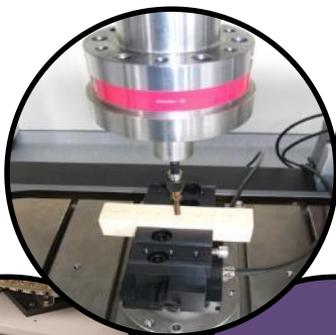


Charleville-Mézières ●

Nogent ●



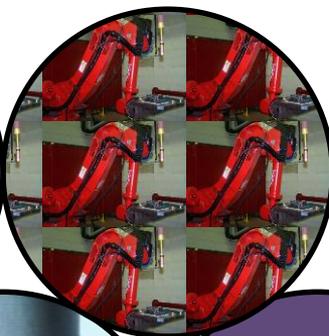
# Nos compétences



Essais  
mécani-  
ques



PIM



Analyse  
chimique



Radio-  
graphie

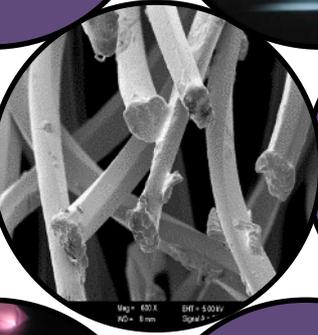


R&D

Peinture,  
Corrosion



Exper-  
tise

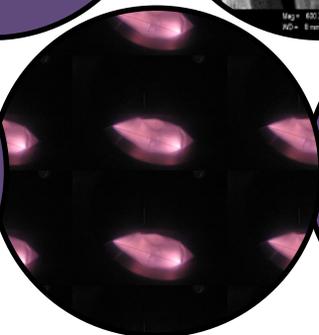


Traite-  
ments  
thermi-  
ques

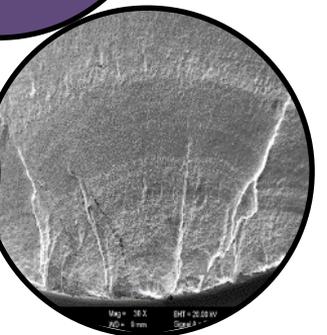
Analyse  
de surface



Plasma  
froid



Métallo-  
graphie



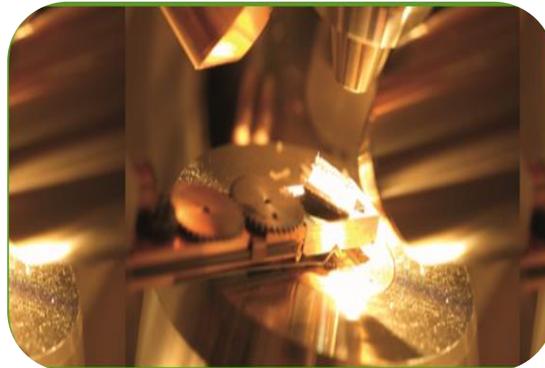
4 axes :



Elaboration de  
matériaux par les  
poudres



Traitement de surface  
par voie sèche



Caractérisation de  
l'extrême surface



Caractérisation  
tribologique

## Tribomètre pion-disque et tribomètre forte charge

### Tribomètre Pion-disque

#### • Tribomètre pion-disque:

- Conforme à l'ASTM G99
- Charge de 1 à 20N, vitesse maximale 500 tr/minutes
- Mesure du coefficient de frottement
- Essais d'usure sous air ambiant/milieu liquide/ haute température
- Evaluation de l'usure par pesée, aires des sillons, observations MEB...



### Tribomètre MultiPoD

#### • Tribomètre forte charge :

- Tribomètre 3 postes
- Charges de 500N
- Multidirectionnel : trajectoires linéaire – triangulaire...

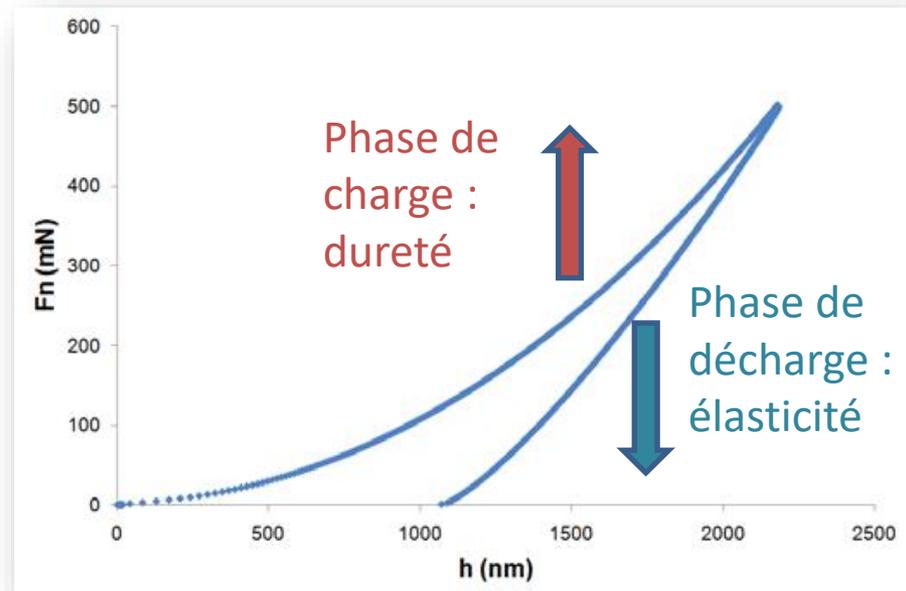
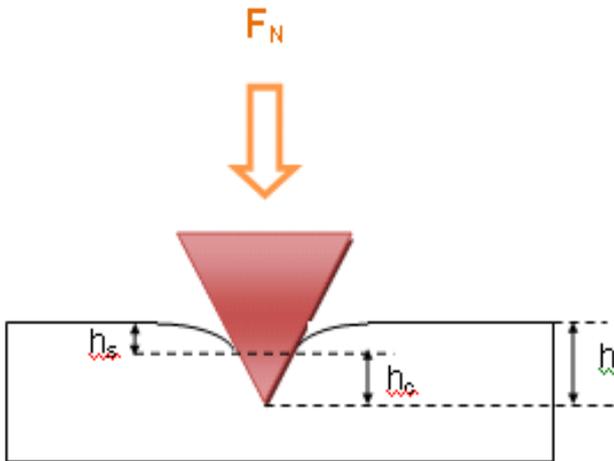


## Plateforme Nano-indentation et Nano Scratch test

- **Nano-indentation:**

⇒ Dureté et module d'élasticité en surface

⇒ Mesure la profondeur d'enfoncement de l'indenteur de géométrie connue (pointe de Berkovich) en fonction de la charge appliqué.



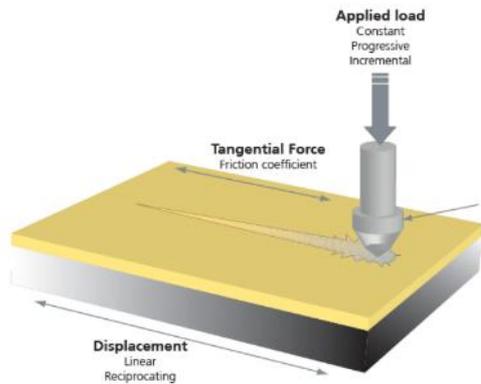
Courbe charge-déplacement

## Plateforme Nano Scratch test et Nano-indentation

### •Scratch test:

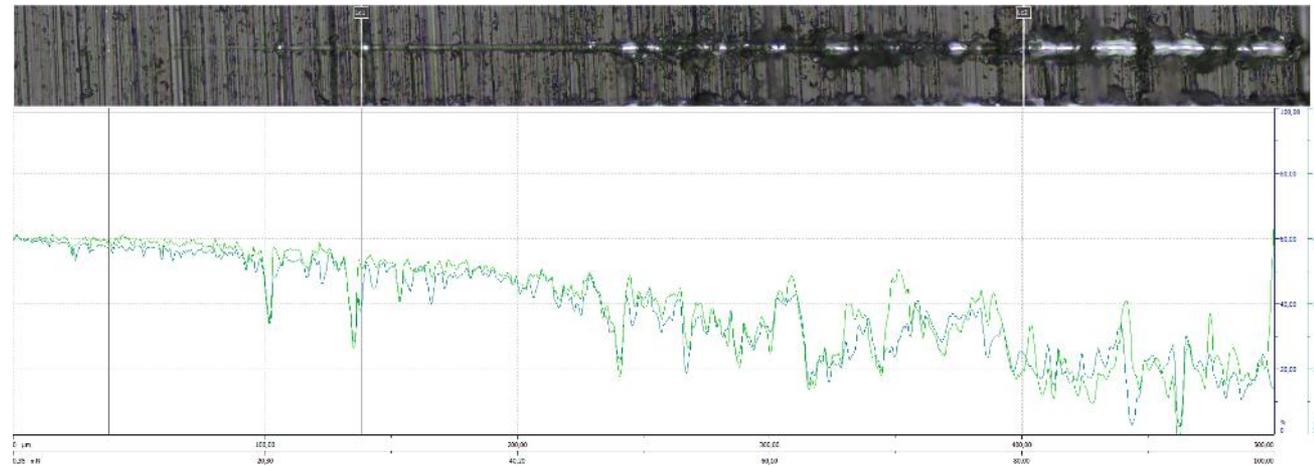
Test de la rayure instrumenté pour l'analyse de la résistance des couches minces et de leur niveau d'adhésion au substrat.

=> Identification des charges critiques



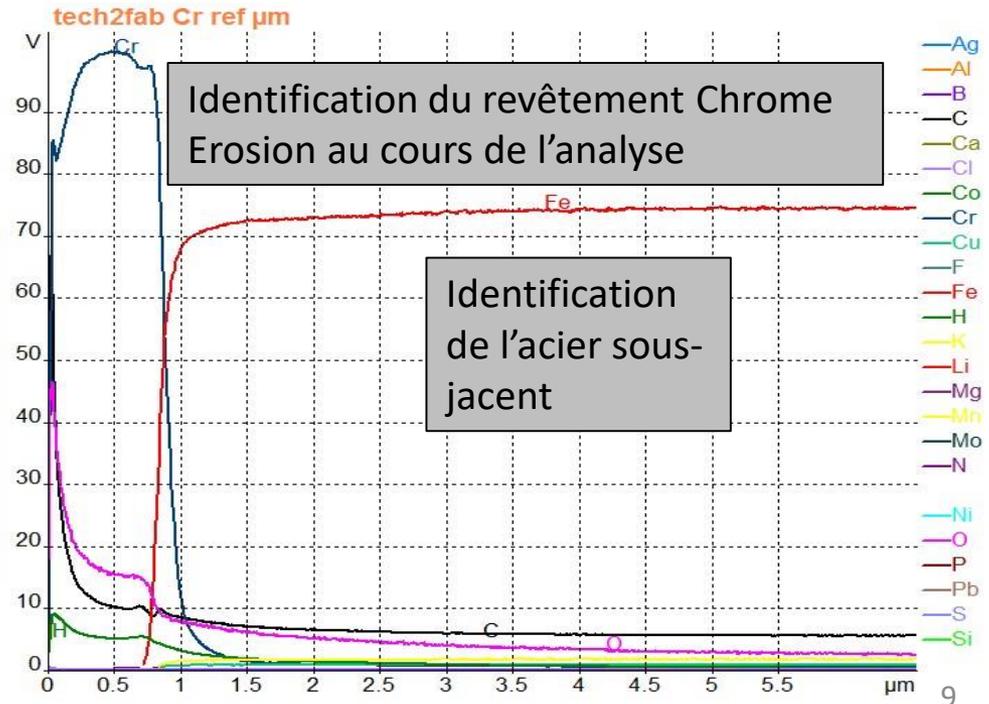
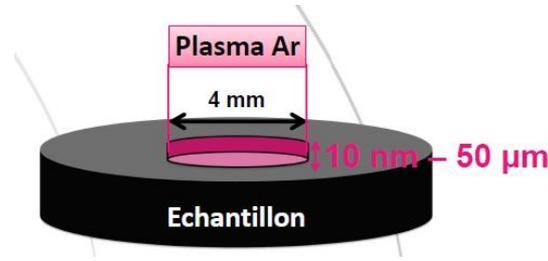
Déplacement de l'indenteur avec charge croissante (de 0,06 mN à 120mN)

0.1 mN → 100 mN



## GDOES : Glow Discharge Optical Emission Spectrometry

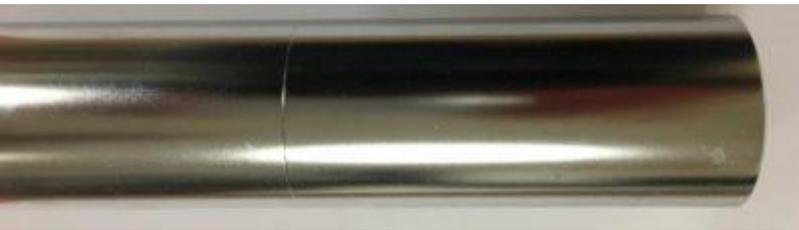
=> Analyse de profils élémentaires en profondeur



## Contexte démonstrateur n°2

Pour ↗ la résistance à l'usure des pièces en acier :

### • Chromage dur:



- bon coefficient de frottement
- résistance à la corrosion

Chrome hexavalent ou chrome 6 : cancérigène  
et nocif pour l'environnement

Interdit depuis septembre 2017  
Toléré jusqu'en 2024



### • Plasma basse pression:

- ↗ les propriétés de frottement
- ↗ résistance à l'oxydation



Revêtement de titane sur tubes  
d'acier par PVD

⇒ Comparer les performances

⇒ Revêtements de carbures de tungstène enrichis d'une phase carbonée réalisés en plasma basse pression

⇒ Avec celles de dépôts de chrome PVD et électrolytique



Dépôts par PVD et électrolytique  
chez Materia Nova



Caractérisations des dépôts par  
le CRITT-MDTS

# Dépôts Materia Nova

## Dépôt physique en phase vapeur (PVD) :

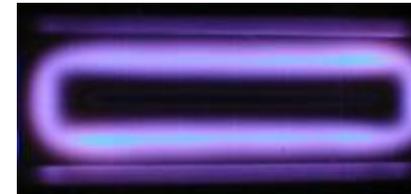
### Revêtement en WC :

- Connu pour bonne résistance à l'usure
- Maitrisé par Materia Nova

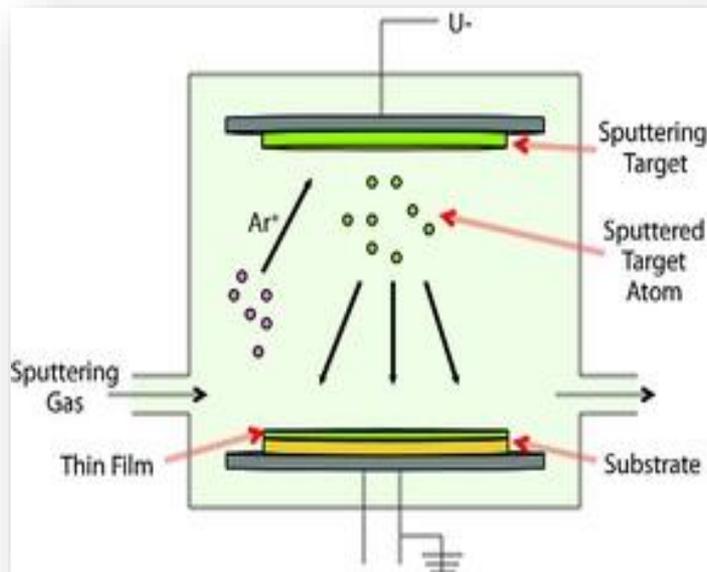
### Substrat en acier C45E :

- Forte utilisation dans l'industrie pour la réalisation de pièces mécaniques

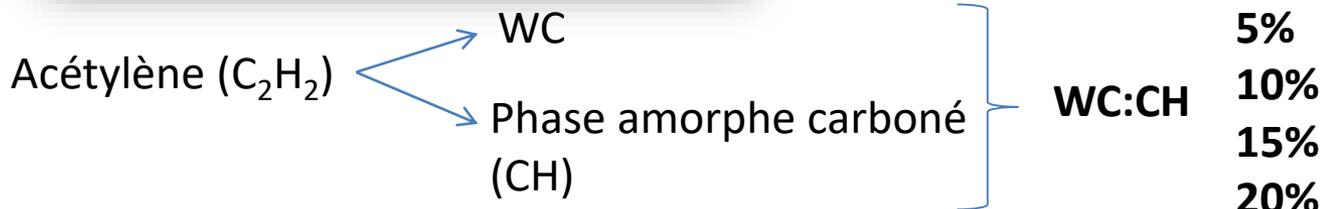
=> Pulvérisation de W dans Ar/C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> ou WC dans Ar



Cible métallique

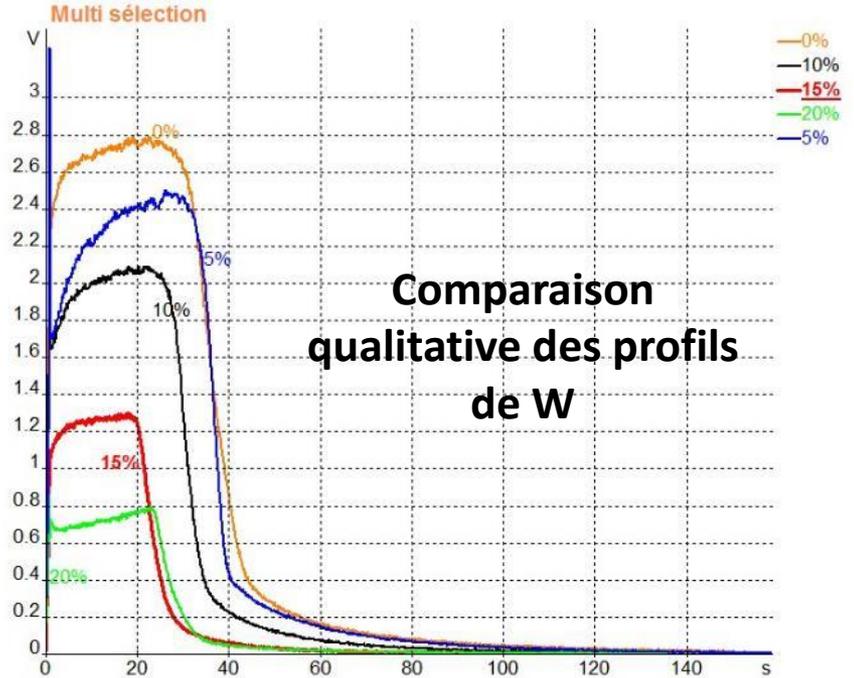
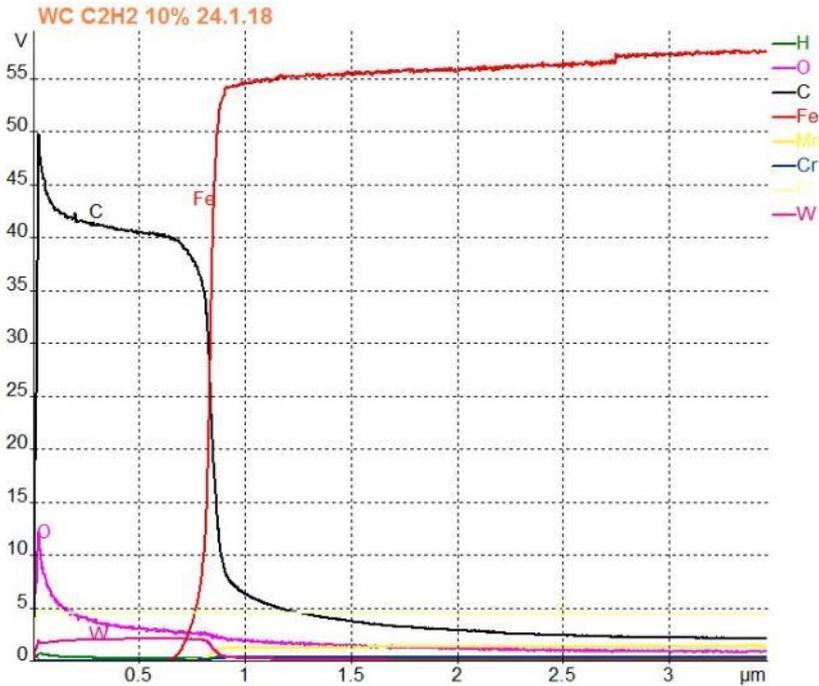


Gaz neutre	dépôt
Ar	Même nature que la cible
Gaz réactif	Composé
CH <sub>x</sub>	Carbure



## Caractérisations chimiques : GDOES

### Profil en profondeur du WC:CH 10%



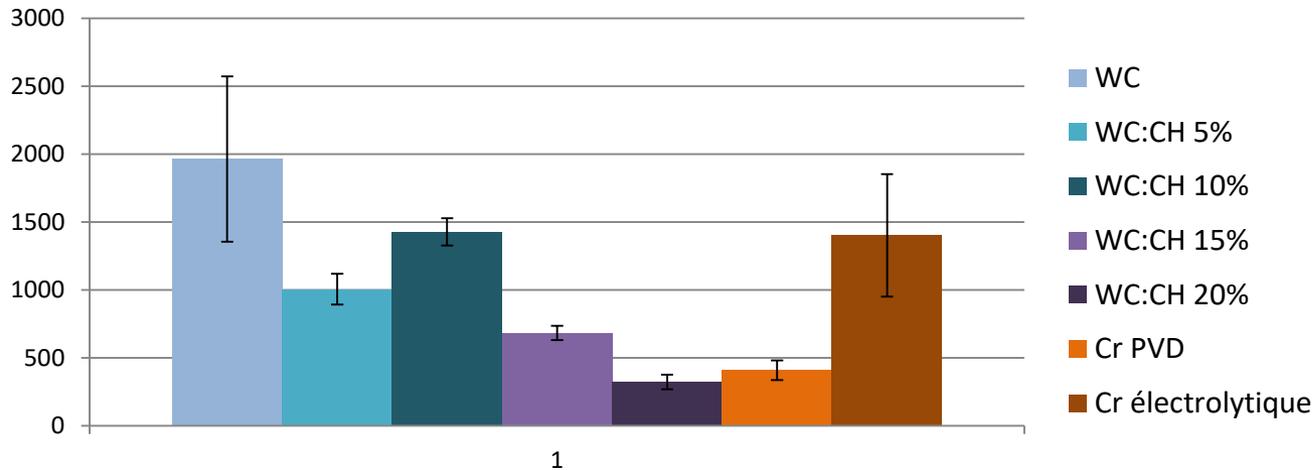
**Comparaison qualitative des profils de W**

=> Estimation de l'épaisseur des dépôts :

WC	0.9 μm
WC:CH 5%	1.1 μm
WC:CH 10%	0.8 μm
WC:CH 15%	0.7 μm
WC:CH 20%	0.8 μm
Cr PVD	0.8 μm
Cr électrolytique	50 μm

## Dureté et élasticité de la couche par nano-indentation

### Dureté Vickers

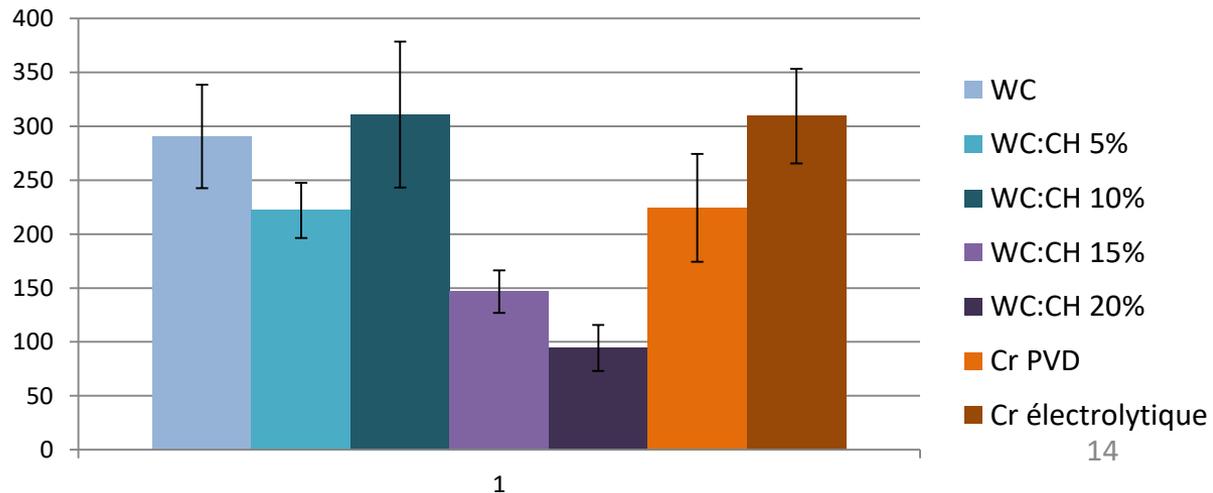


Conditions :

- de 0 à 100mN,
- 9 essais par dépôt

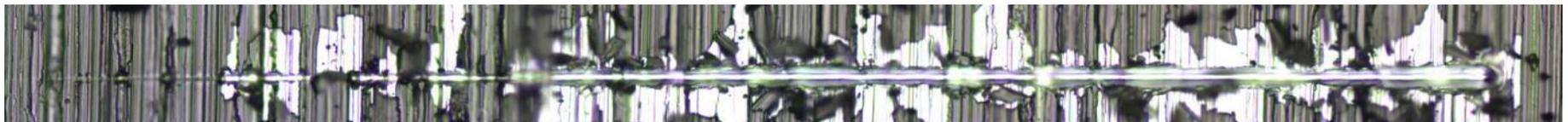
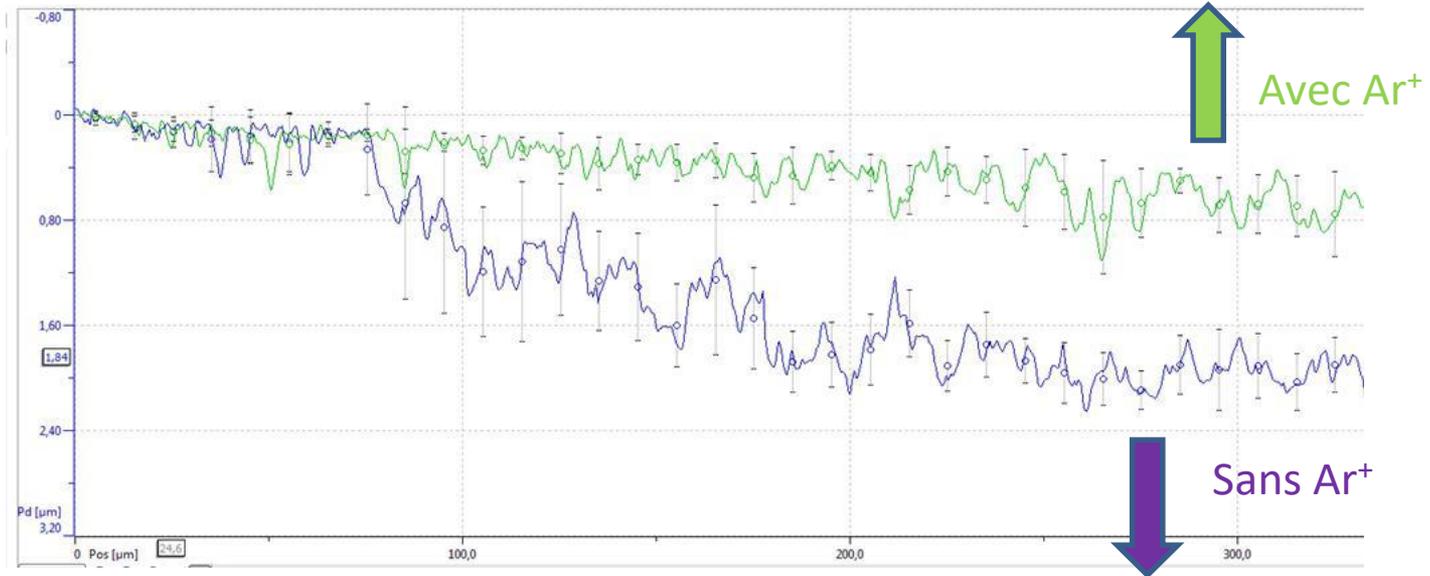
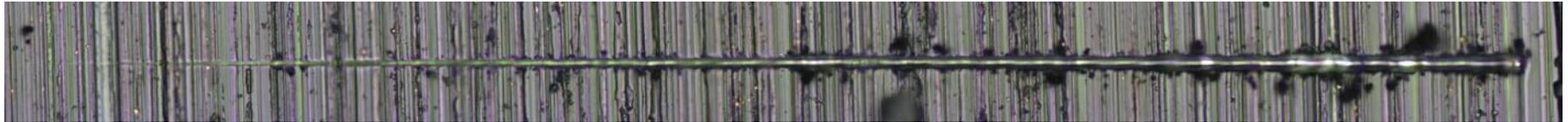
=> La dureté et le module d'élasticité diminuent avec l'augmentation de  $C_2H_2$  et de la phase amorphe CH

### Elasticité (GPa)



## Adhérence des dépôts par scratch test

Dépôt Ti:CH 5% avec et sans préparation de surface in-situ par Ar<sup>+</sup> :

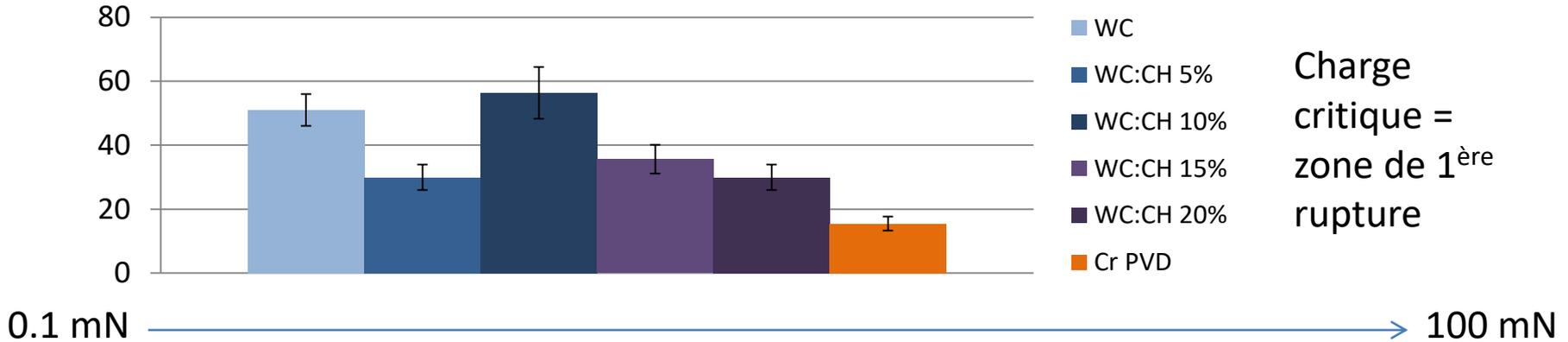


=> Importance de la préparation de surface

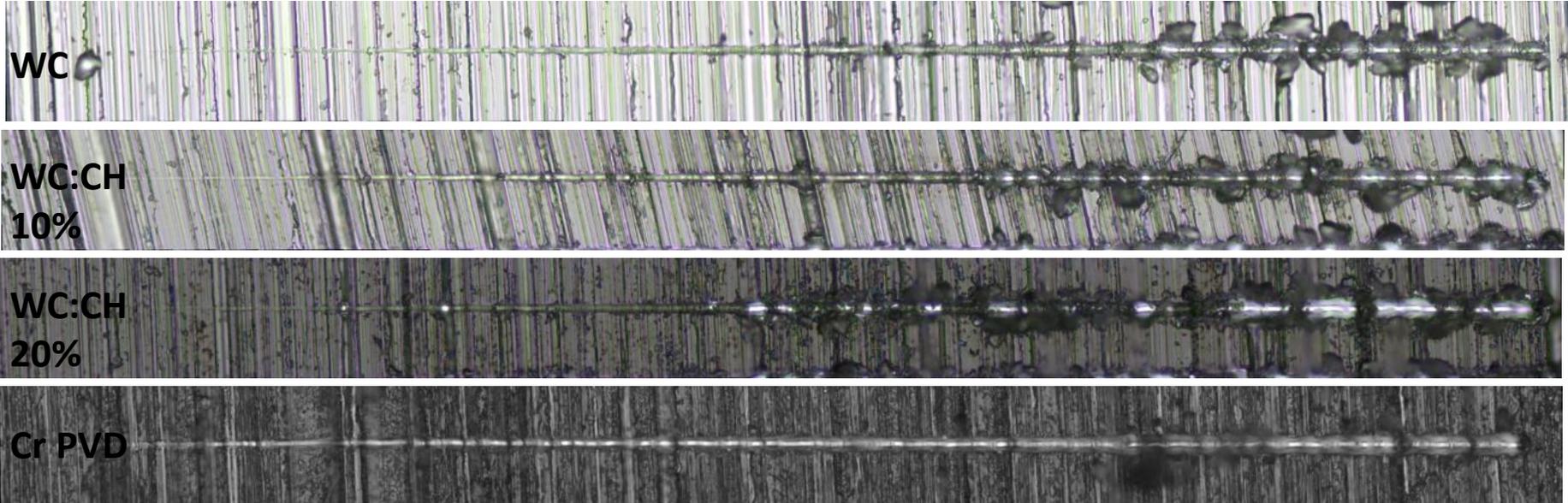
# Caractérisation CRITT-MDTS

## Adhérence des dépôts par scratch test

Charge critique (mN)



Charge critique = zone de 1<sup>ère</sup> rupture



=> Diminution de l'adhérence avec la présence de  $C_2H_2$

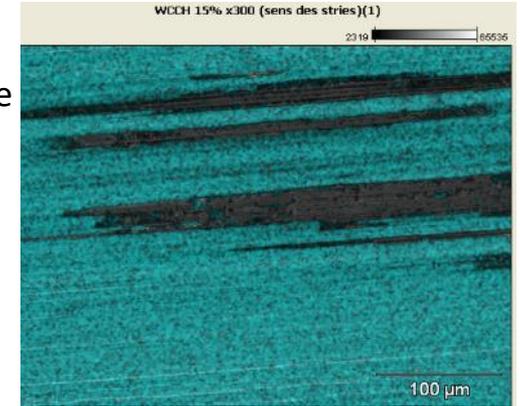
## Tribomètre pion-disque

=> Mesure du coefficient de frottement avant destruction du dépôt

Conditions :

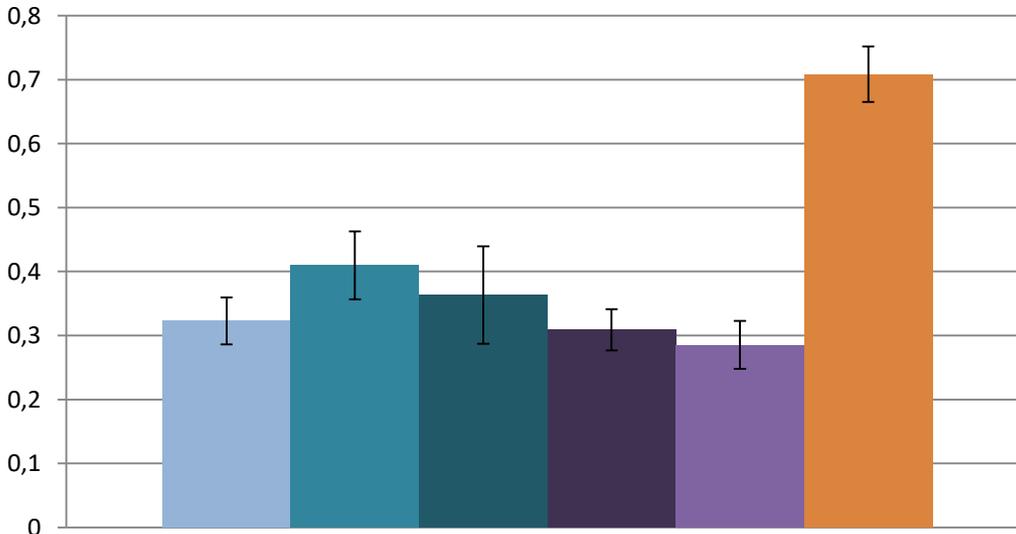
- Charge: 1N
- Bille alumine, Disque Acier
- Nombre de cycles: 4000

MEB-EDS des sillons d'usure en bleu présence de tungstène



1N : destruction partielle

### Coefficient de frottement (CoF)

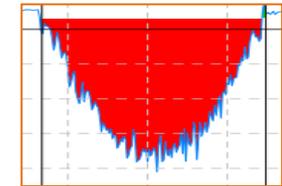
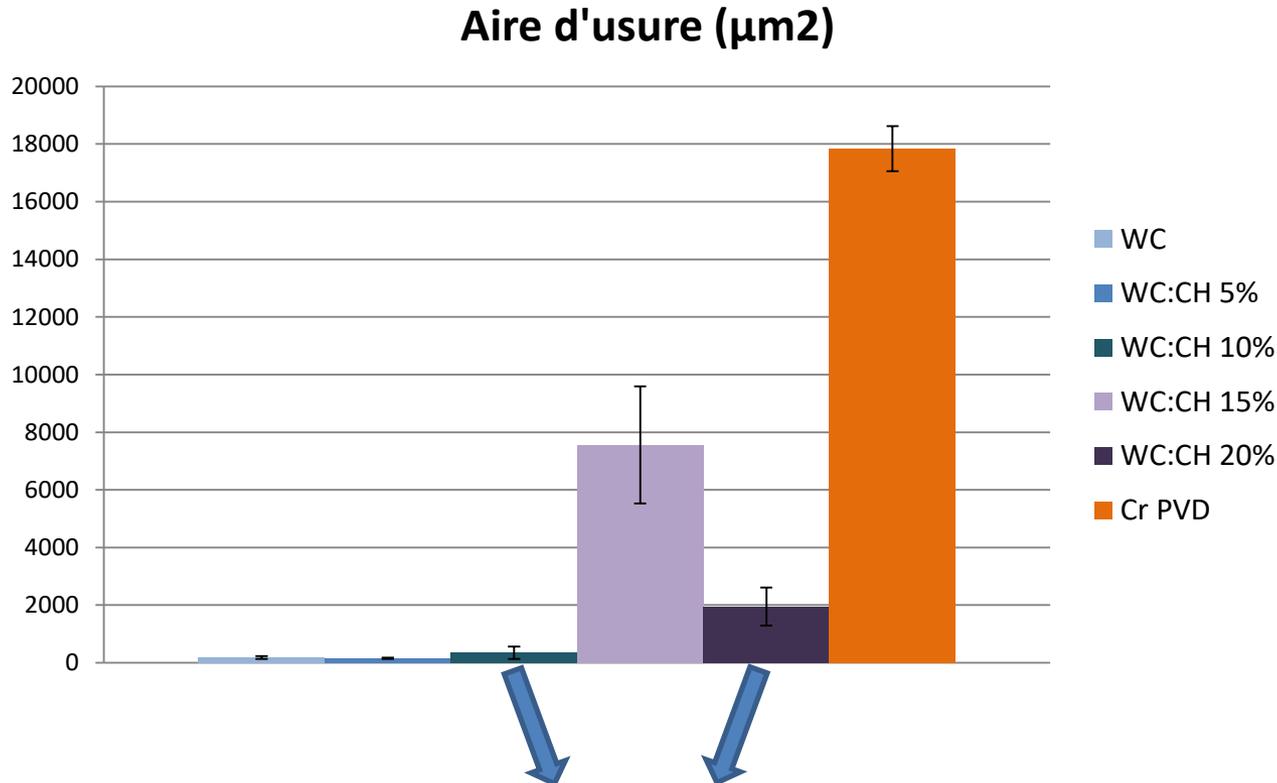


- WC 0%
- WC: CH 5%
- WC: CH 10%
- WC: CH 15%
- WC: CH 20%
- Cr PVD

=> Diminution du CoF avec l'augmentation de la phase amorphe CH

## Tribomètre pion-disque

=> Mesure de l'aire d'usure des sillons après essai à 1N



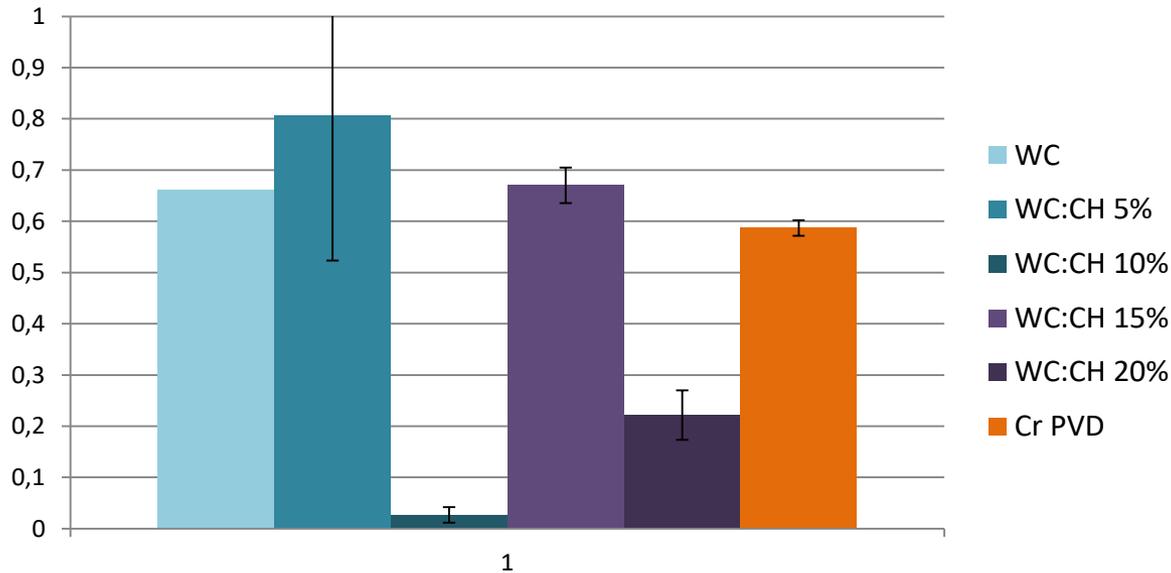
Sillon d'usure

=> Meilleur compromis coefficient de frottement - usure

## Tribomètre forte charge

=> Mesure d'essai d'usure bronze vs acier revêtus WC:CH

### Réduction taille des pions (mm)



=> Résistance à l'usure optimale pour le WC:CH 10%

Conditions :

- Charge: 150N
- Pion Bronze, Disque Acier
- Dans le sens des stries
- Nombre de cycles: 8000



Vue d'un essai à 20% C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>

## Conclusion

- Impact de la teneur en  $C_2H_2$
- Meilleur compromis : WC:CH 10% (qui allierait une combinaison dureté / élasticité optimale afin de protéger sa surface de l'usure ainsi que celle de l'antagoniste)
- La dureté et le module d'élasticité du chrome électrolytique équivalent à celui du WC:CH 10% (à comparer avec les autres essais)
- Solution de substitution au  $Cr 6^+$

**Merci pour votre attention**

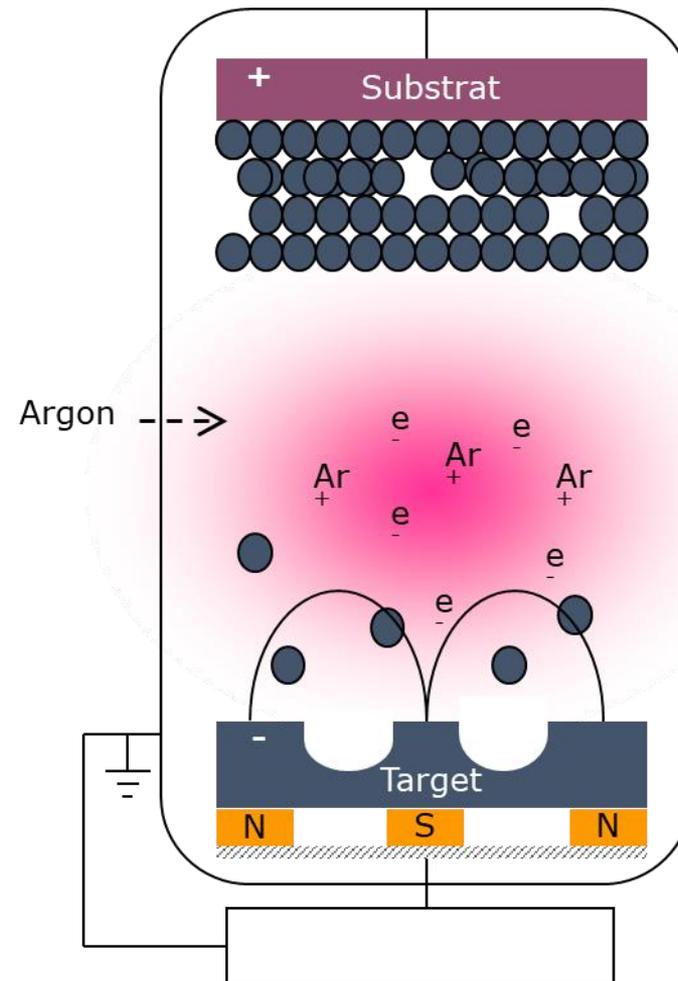
# INTÉRÊT DES TRAITEMENTS DE SURFACES EN VOIE SÈCHE POUR LA FABRICATION ADDITIVE EN PRÉ-TRAITEMENT?

# DÉPÔTS PLASMA SUR POUDRE LIMITATIONS ?

Coating formation on the substrate by condensation of materials

Transport of material towards the substrate surface

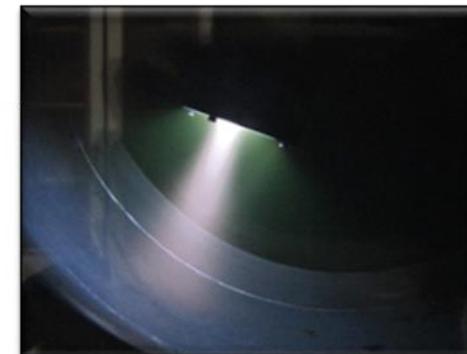
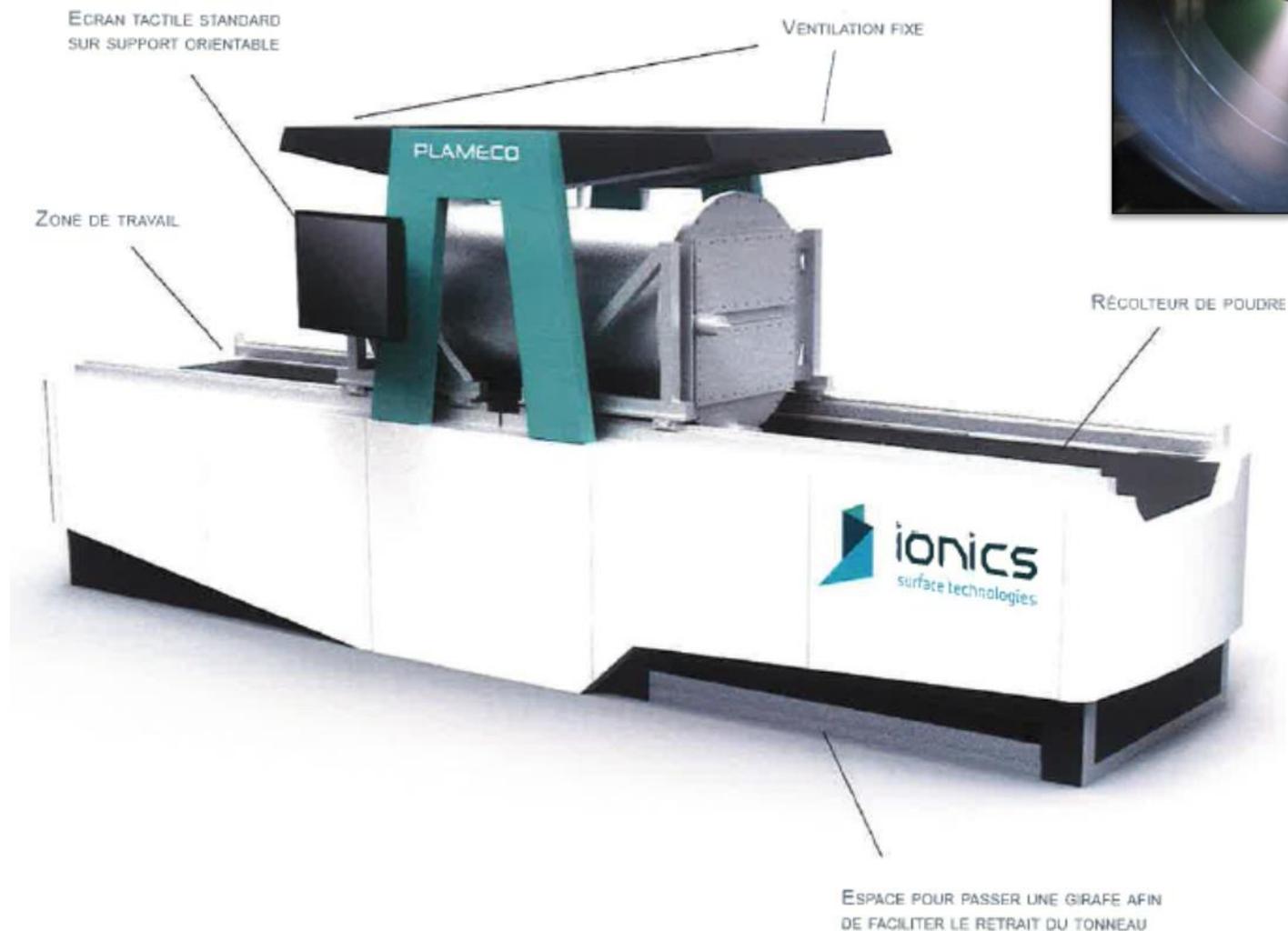
Incorporation of materials in the transport media



# DÉPÔTS PLASMA SUR POUDRE ?



# PLAMECO-SYSTEM



## In needs of new powders

...Unusual alloys

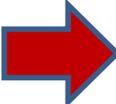
...Core shells structures

... Enhanced processes



For R&D or niche markets

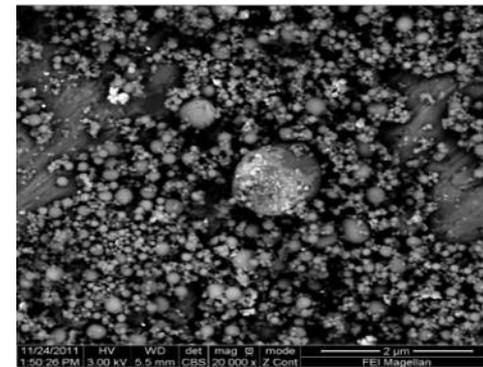
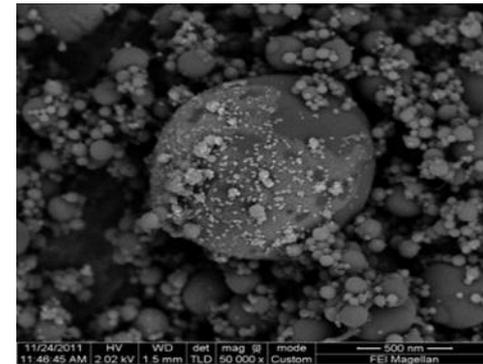
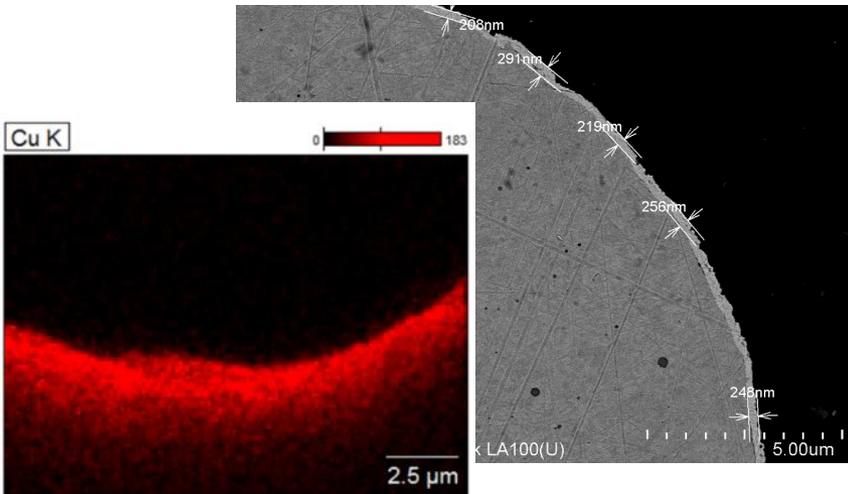
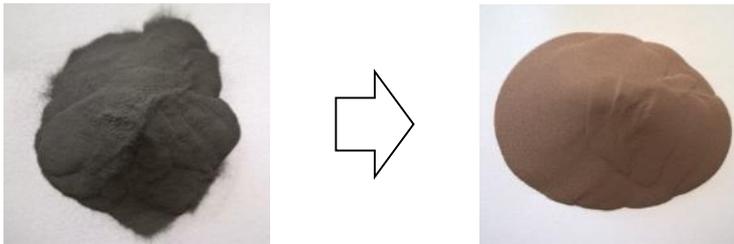
And no atomizer plants  
at home ....

 ***PVD treatment***

# COATING SUR POWDRES

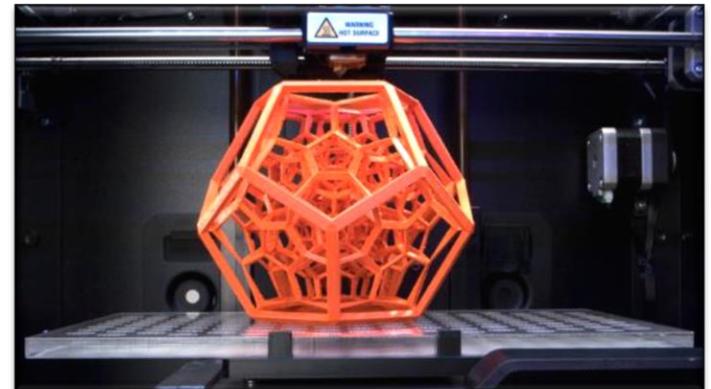
Core shell structure  
 Cu on Zn-powder (60 µm diam)

Décoration de poudre  
 Au sur billes de verre (100 µm diam)



# Applications & résultats

- ▶ Additive Manufacturing
- ▶ Thermal spraying
- ▶ Technical sealing
- ▶ Composite materials
- ▶ Sintering processes
- ▶ Catalysis
- ▶ ...



# Core-shell structures for AM

- ▶ Une nouvelle approche pour une production de poudre sur mesure pour l' AM
- ▶ Motivation
  - ▶ **Energie LASER absorbée** (absorptivity) **ou réfléchi** dans la chamber process (reflectivity) par la lit de poudre
  - ▶ L' absorption de la poudre dépend de la longueur d onde du LASER et la nature du lit de poudre
  - ▶ Les hautes réflectivités de certains matériaux (aluminium, cuivre), la non absorption, requiert des hautes puissances LASER



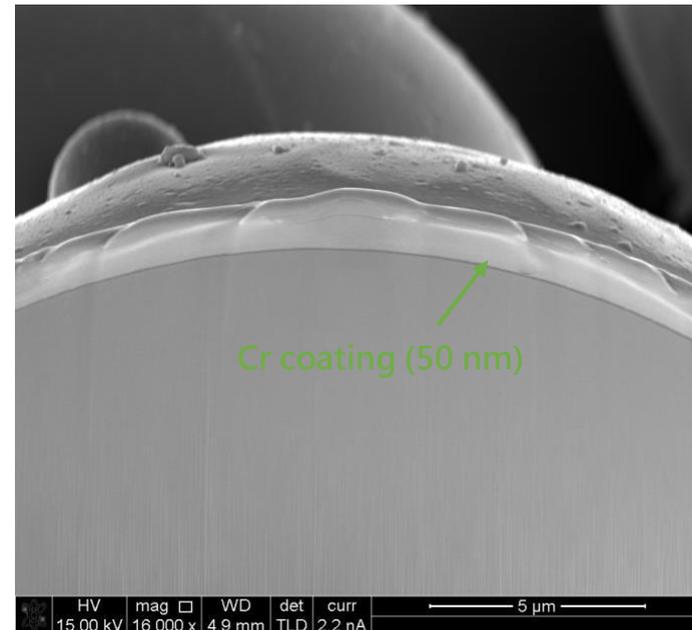
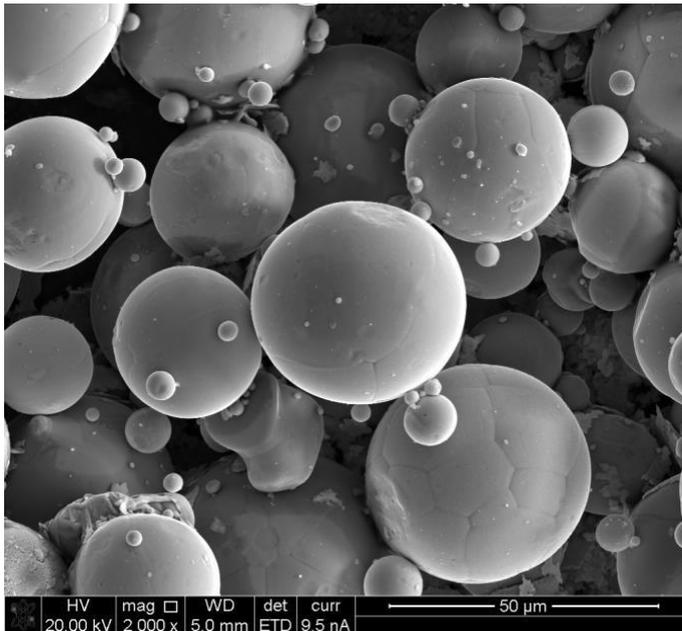
**Coating sur poudre pour améliorer l absorption LASER**

# Core-shell structures for AM

- ▼ Poudre
  - ▼ **Cu** (gas atomization) from 20-45  $\mu\text{m}$
- ▼ PVD-coating
  - ▼ **Cr** : 0.14 and 0.93 wt%  
(morphologie, coulabilité et absorption)
  - ▼ **Ti** : 0.18 and 1,1 wt%  
(morphologie, absorption et porosité)

# Cr on Cu-powder

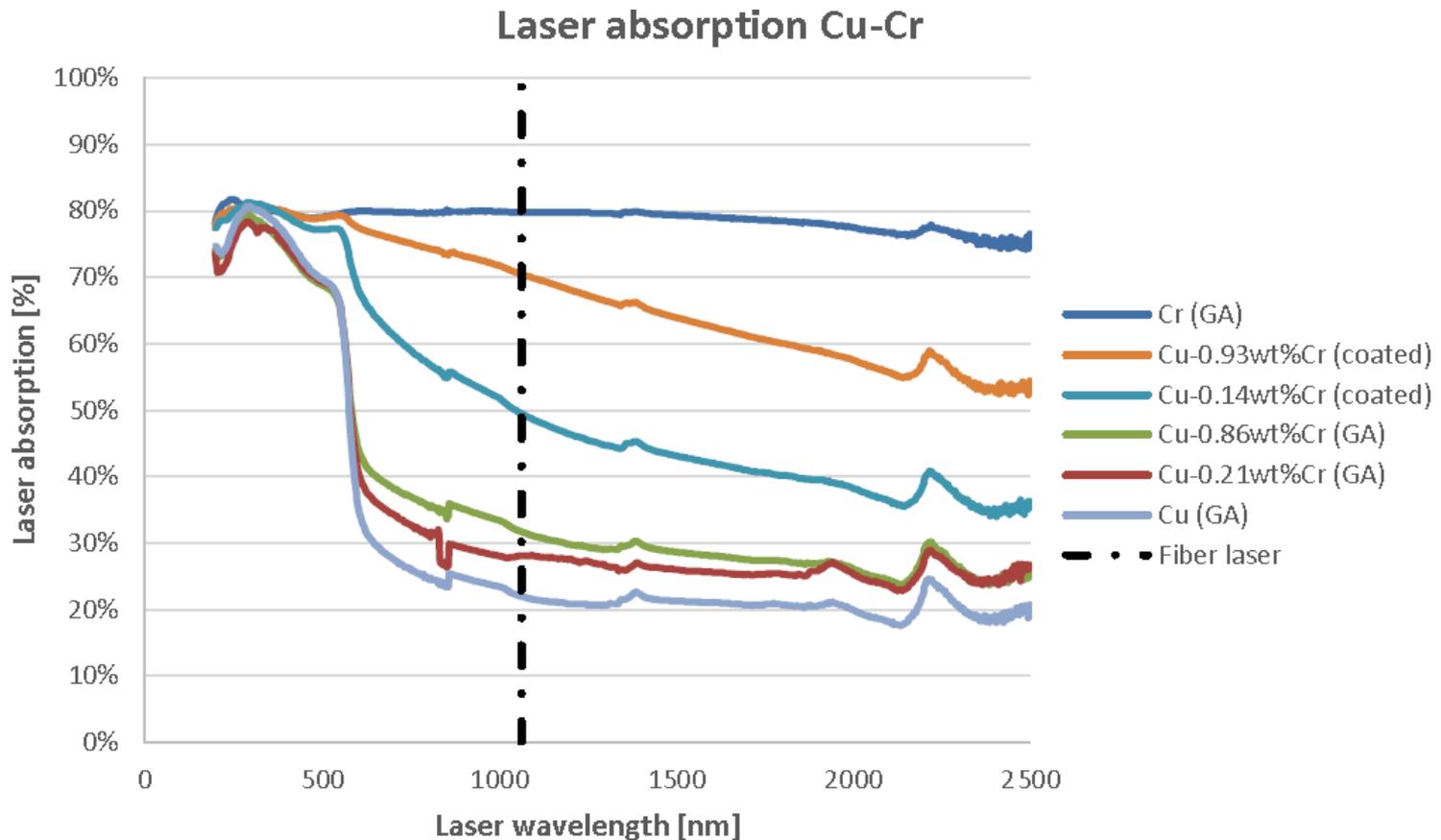
- ▼ Morphologie – après PVD-coating



Poudre Cu , revêtue par PVD avec Cr (**Cu-0.93wt%Cr**): image MEB de la poudre (gauche), vue en coupe d' un grain de poudre revêtu d' un coating chrome (droite).

# Cr on Cu-powder

## ▾ Absorption LASER des poudres de Cuivre



# Cr on Cu-powder

- Absorption LASER des poudres de Cuivre

**Table 3: Laser absorption of the powder for a fiber laser ( $\lambda = 1064 \text{ nm}$ ).**

<b>Laser absorption at <math>\lambda = 1064 \text{ nm}</math> [%]</b>	
Cr	79.8%
Cu-0.93wt%Cr (coated)	70.5%
Cu-0.14wt%Cr (coated)	49.5%
Cu-0.86wt%Cr (GA)	31.7%
Cu-0.21wt%Cr (GA)	28.0%
Cu (GA)	21.9%

Poudre de Cu recouverte de Cr montre une amélioration de l'absorption du LASER

# Cr on Cu-powder

## ▼ Coulabilité des poudres

*Table 2: Dynamic Angle of Repose: average angle, avalanche angle and their standard deviation.*

	Average angle [°]	Standard Deviation [°]	Avalanche angle [°]	Avalanche angle Standard deviation [°]
<b>High purity Cu</b>	Cut-off	Cut-off	Cut-off	Cut-off
<b>Cu-0.14wt%Cr (coated)</b>	30.15	2.98	31.7	1.955
<b>Cu-0.93wt%Cr (coated)</b>	31.1	1.28	32.3	1.12
<b>Cu-1Cr (GA)</b>	39.1	9.33	48.4	9.38

➡ Les poudres de cuivre de hautes puretés montrent une mauvaise coulabilité

(Average angle cut-off of 40°)

Coulabilité faible due à la presence de satellite sur les poudres.

➡ Les poudres revêtues powder montrent une bonne coulabilité

(Average angle cut-off of 30°)

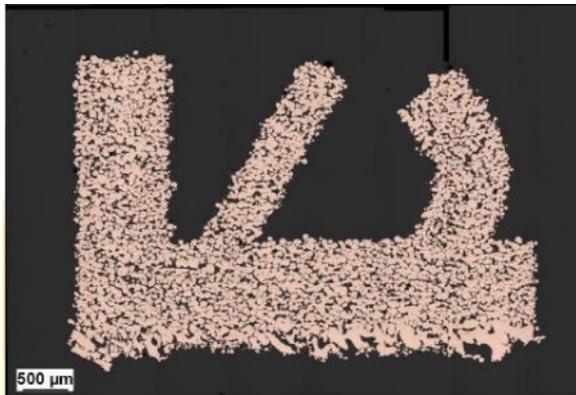
Le revêtement Cr tend a diminuer la tendance à l agglomeration et augmente le glissement des grains

# Ti on Cu-powder

## ▸ Absorption LASER de la poudre

Laser absorption at $\lambda = 1064 \text{ nm}$ [%]	
Cu (GA)	21,9%
Cu-0,18wt%Ti(coated)	66%
Cu-1,1wt%Ti(coated)	85%

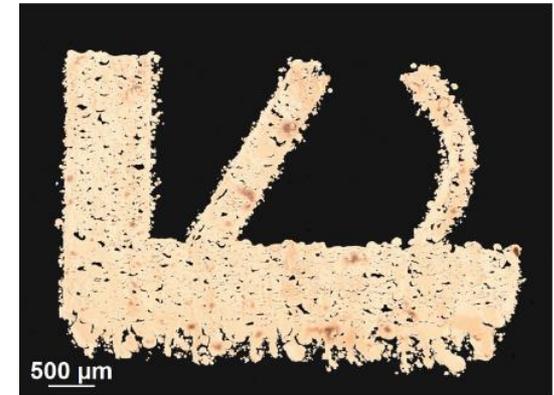
## ▸ SLM trials



Pure Cu-powder  
 23,4% Porosity



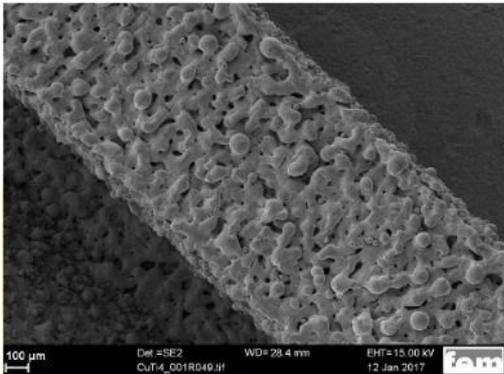
Ti-coated Cu-powder 0,18 wt%  
 17,6% Porosity



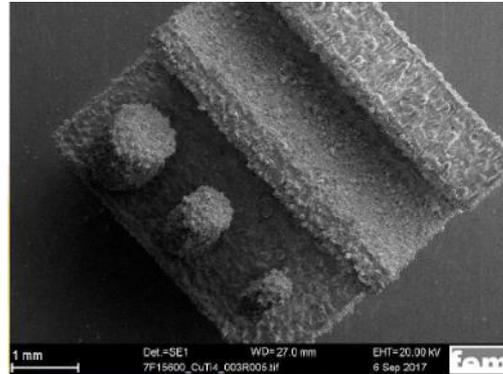
Ti-coated Cu-powder 1,1 wt%  
 3,5% Porosity

# Ti on Cu-powder

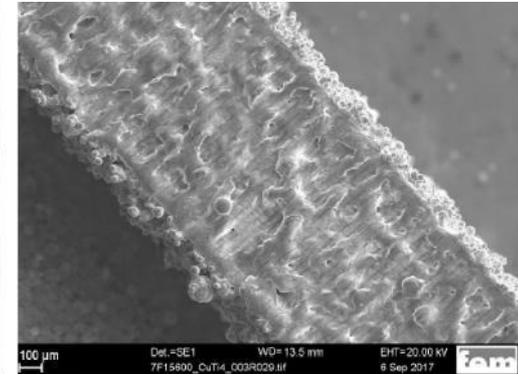
## SLM trials



Coated Cu-powder 0,18 wt%  
17,6% Porosity



Coated Cu-powder 1,1 wt%  
3,5% Porosity

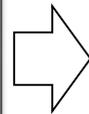
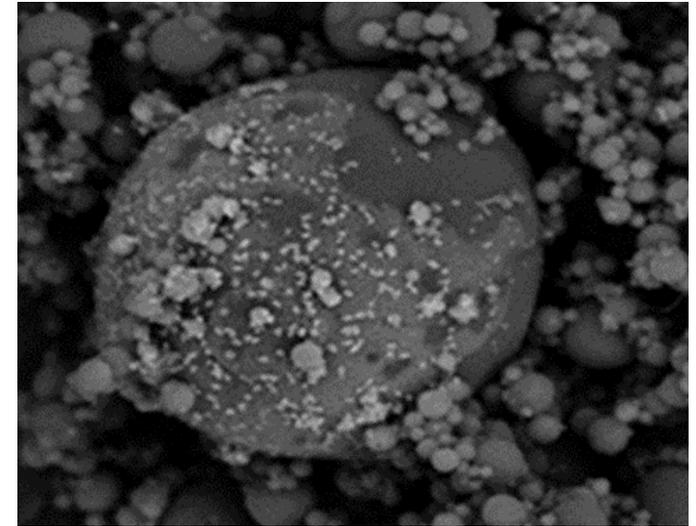


- ▶ Dû à la **meilleure absorption énergétique** des poudres la **porosité** des pièces procédées peut être abaissée à **3-8%**
- ▶ L'absorption d'énergie par les poudres dépend de la quantité de titane ajoutée.
- ▶ Une amélioration des alliages entre le cuivre et le Titane permet d'abaisser le niveau de porosité des objets finis

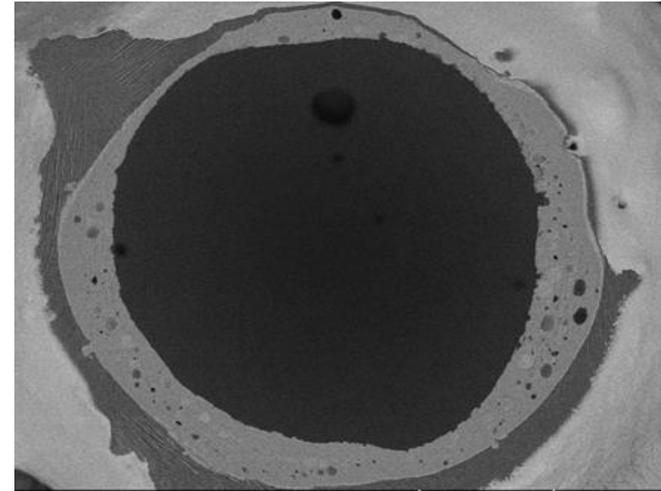
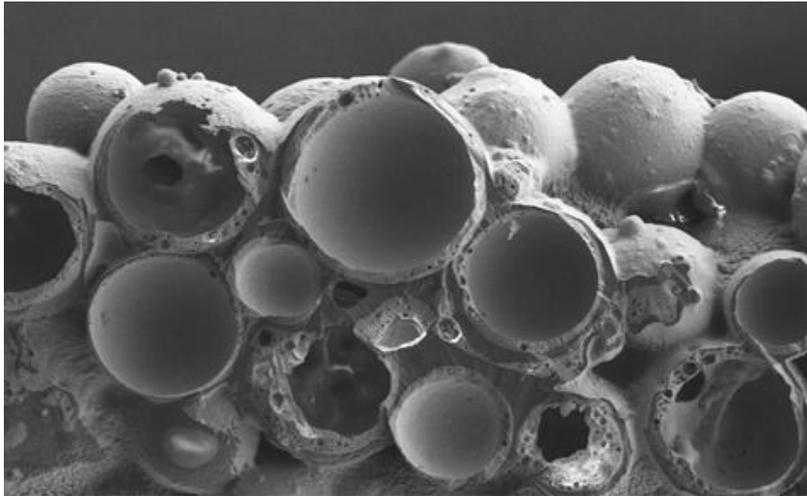
Autres fonctionnalités possibles par le traitement de la surface de poudre pour la fabrication additive

# Alloying for AM

- ▶ Contrôle fin de la composition d' alliage
- ▶ Modification des poudres commerciales
- ▶ Pseudo poudre alliées ... pas de process de mélange ou d' alliage
- ▶ Tout type d' éléments peuvent être ajoutés (Ti, B, W, P...)



# Coating of hollow sphere for composite materials



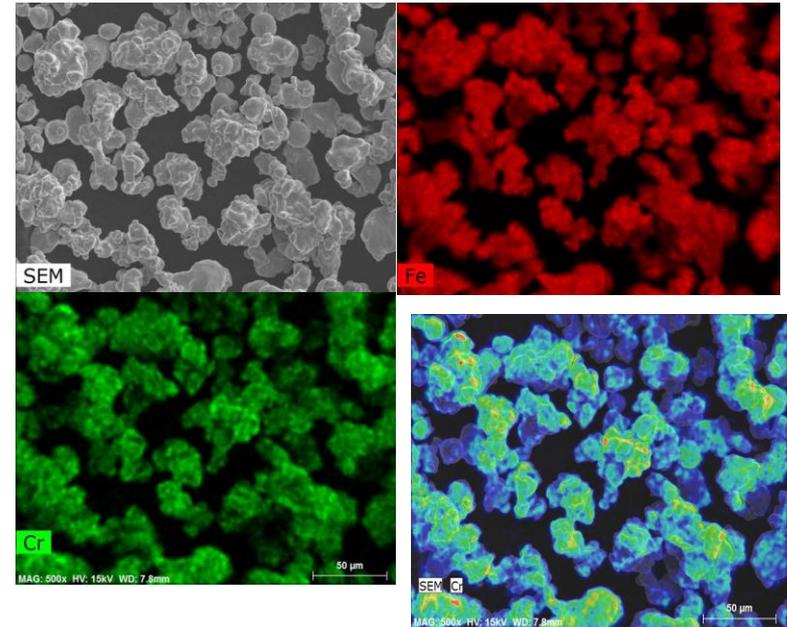
- ▶ Matériaux super-légers
- ▶ Nouveaux composites par fabrication additive?



**TECH2FAB**

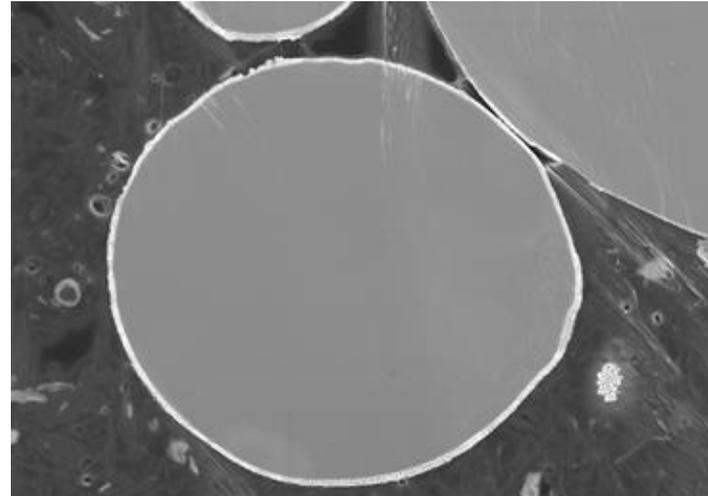
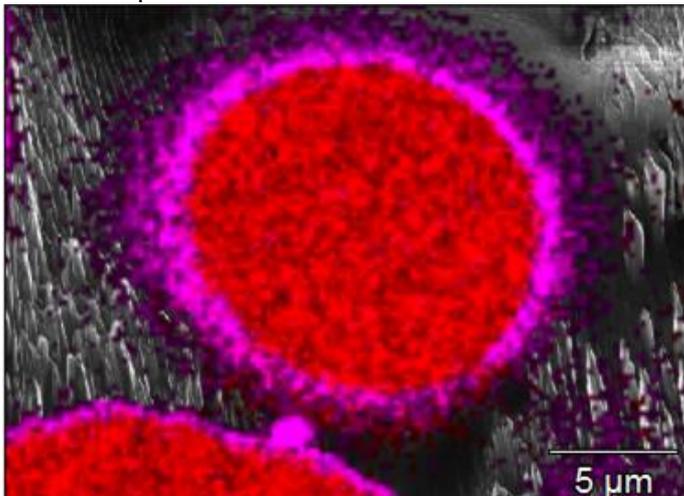
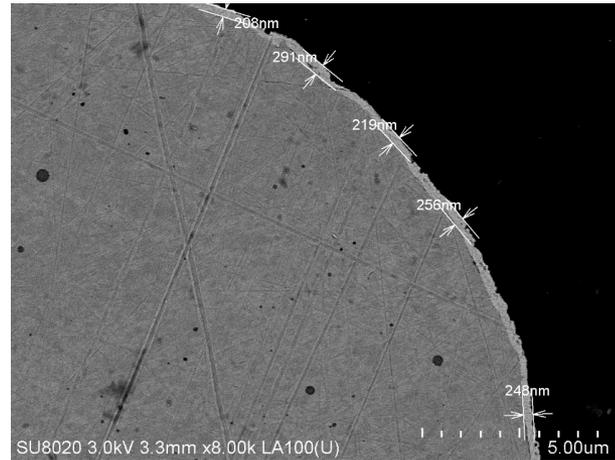
# Coating on ceramic powders for sintering processes

- Métallisation de céramique pour synthèse de composites
- Résistance à l'oxidation accrue
- Amélioration de processabilité pour SLM
- Aspect esthétiques en frittage

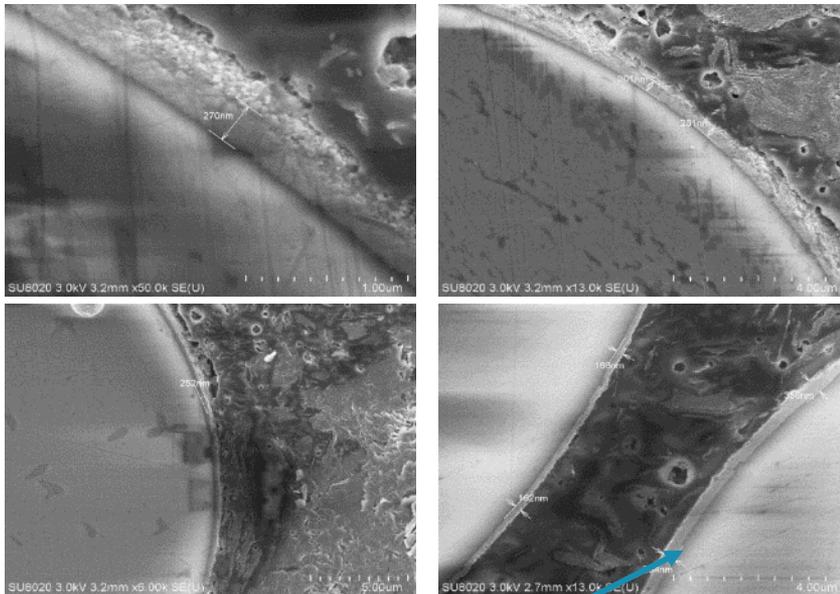


# Core shell structures for technical bonding

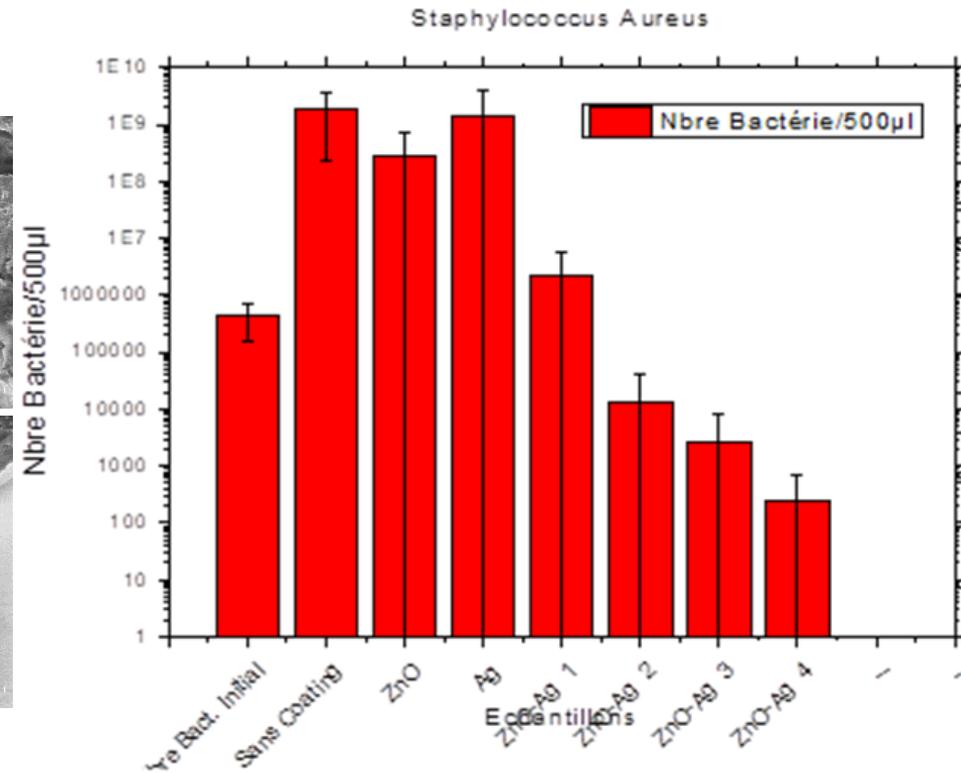
- ▶ Poudre avec structure core shells d' argent
- ▶ Très haute conductivités électrique des poudres
- ▶ Meilleur control du procédé
- ▶ Plus de 30% d' Ag économisé
- ▶ ... pas d utilisation de bains



# Core shell structures for antibacterial activity



ZnO-Ag films deposes sur billes de verre



Nombre de bactéries pour 500µl de solution en fonction de la nature du revêtement (Staphylococcus Aureus)

# Conclusions

Poudres traitées par plasma:

- ▶ Core shell structures
- ▶ Alliage de spécialité
- ▶ Intensification / amélioration des procédés

UD1 propose :

- ▶ La technologie de revêtement adaptées au poudre
- ▶ La possibilité d' une caractérisation complète des revêtements

**Merci pour votre attention**

The 3M logo is displayed in red and white. The background of the slide is a photograph of a yellow FANUC industrial robot arm performing a grinding operation on a metal part, with a large volume of bright orange sparks being generated. The robot arm has 'FANUC' and 'R-2000iB' visible on its side. The scene is set in a dark industrial environment.

3M

# LES TECHNIQUES INNOVANTES POUR LE POLISSAGE DE PIECES EN IMPRESSION 3D

- Florent Guméry [fgumery@mmm.com](mailto:fgumery@mmm.com)
- Thierry Bon [tbon1@mmm.com](mailto:tbon1@mmm.com)

7 Juin 2018

# 3M en France et dans le monde

Création au Etats-Unis : 1902

Effectifs globaux : 90 000 collaborateurs

Chiffre d'affaires global : 32 milliards de dollars

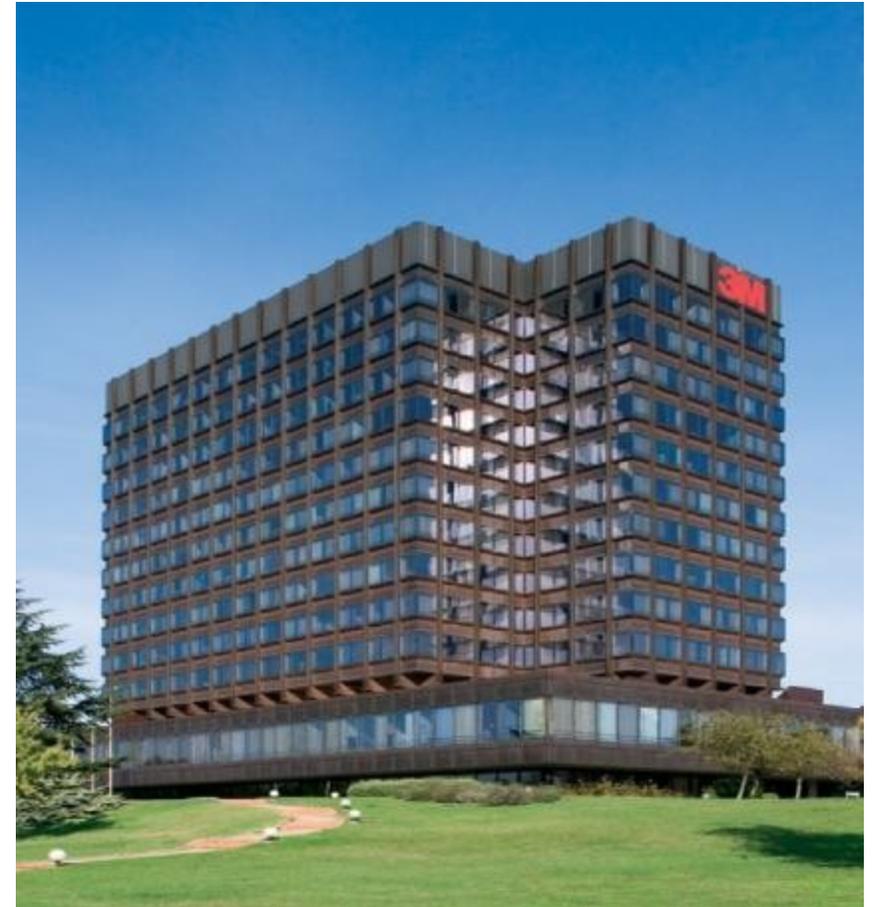
Création France : 1952

Effectifs : 2 600 collaborateurs

Chiffre d'affaires : 1,1 milliard d'euros

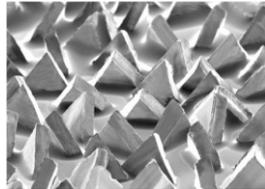
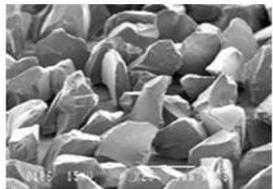
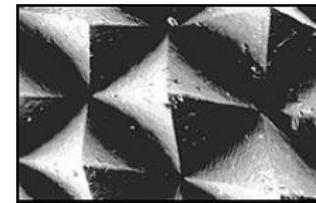
5 marchés :

- Industrie
- Sécurité & Signalétique
- Electronique & Energie
- Santé
- Grand Public



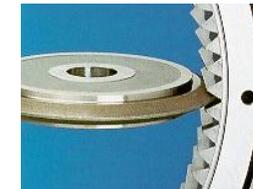
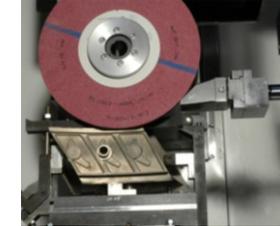
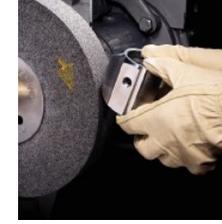
## 3M Technologie abrasive

- 1902 : Fondation de la Minnesota Mining & Manufacturing Company (3M) pour l'exploration d'une mine de corindon.
- Production de papier de verre.
- 1950 : Lancement des non-tissés Scotch-Brite™
- 1990 : Mise au point de la technologie Trizact™
- 2010 : Grains profilés Cubitron™ II

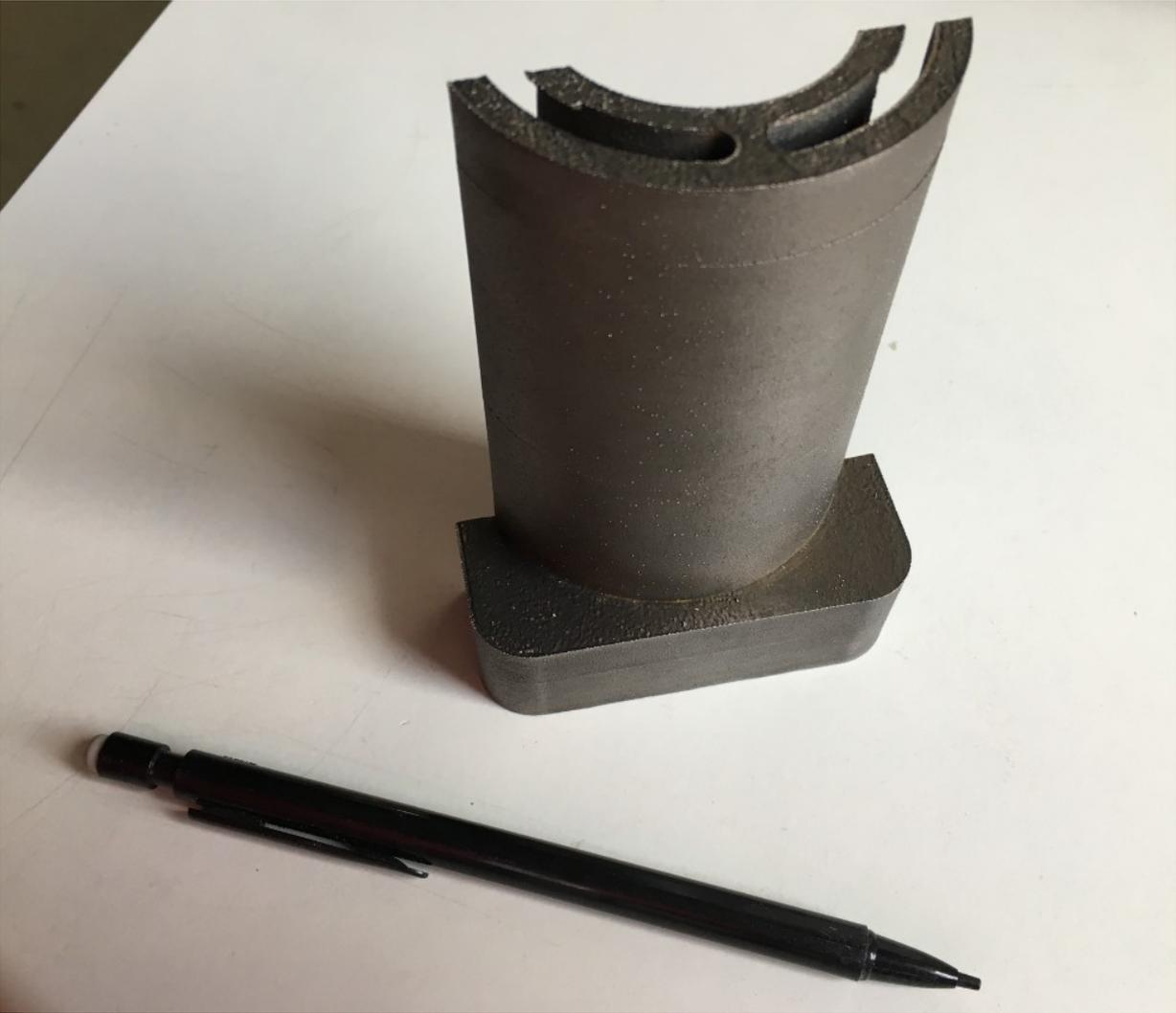


## 3M Technologie abrasive

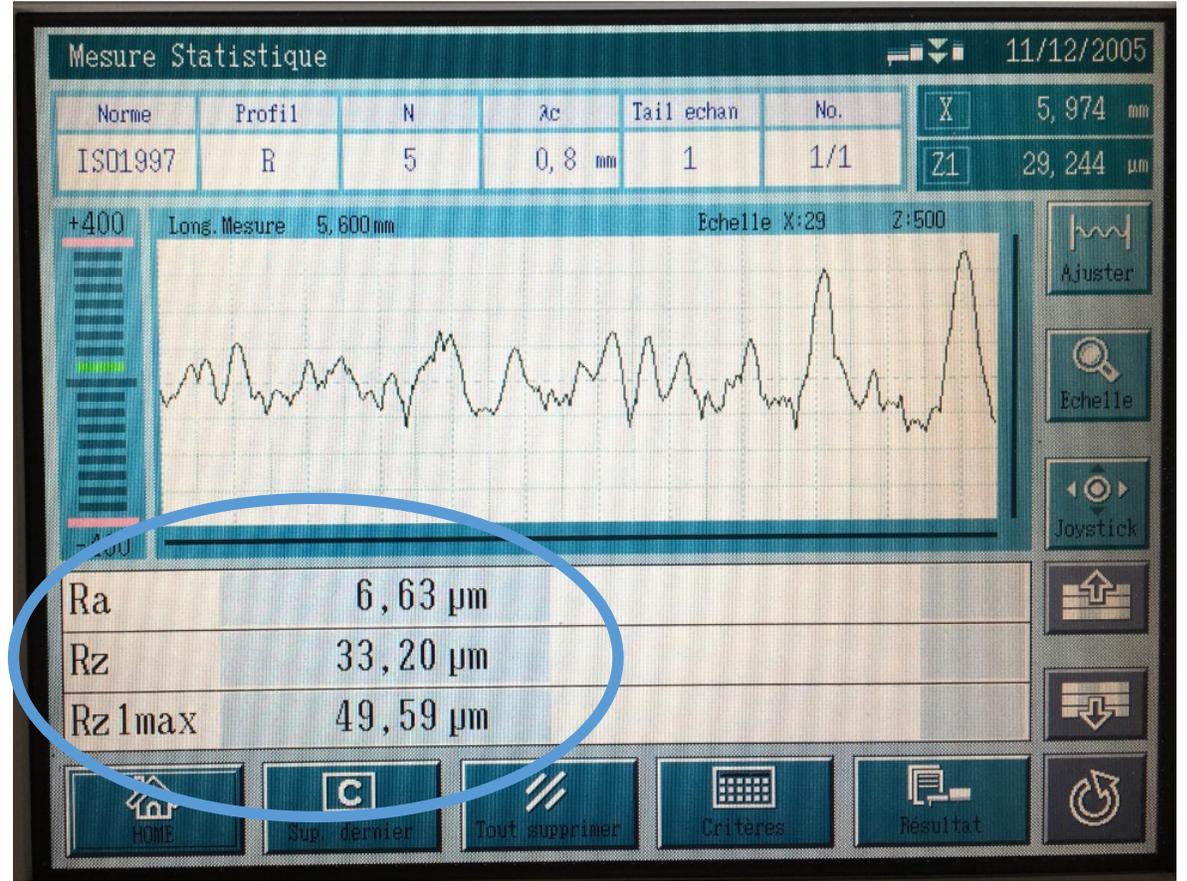
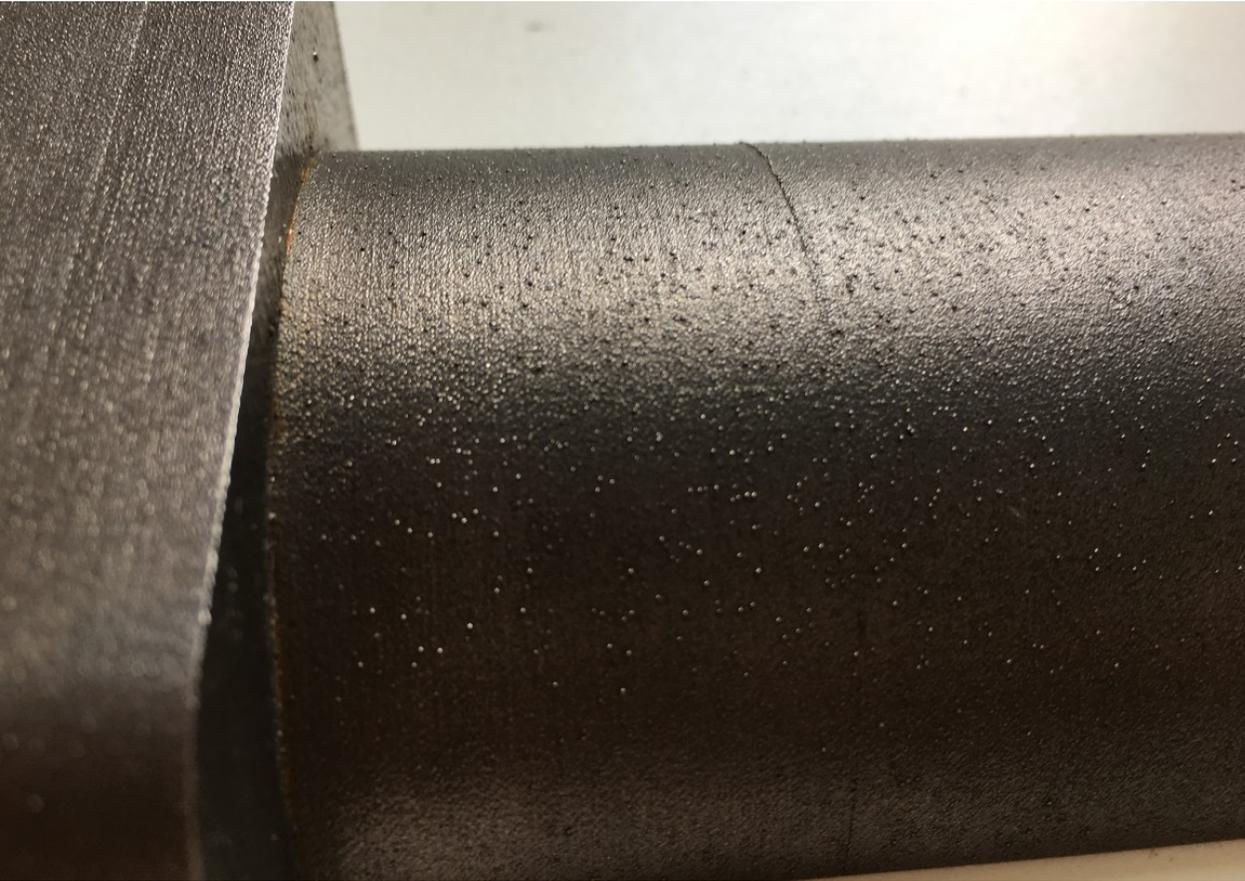
- Ebarber
- Ebavurer
- Araser des soudures
- Nettoyer des soudures
- Réduire des rugosités
- Préparer des surfaces
- Polir
- Finir (Finition)
- Rectifier
- Super finition
- Outillage manuel
- Support sur la robotique



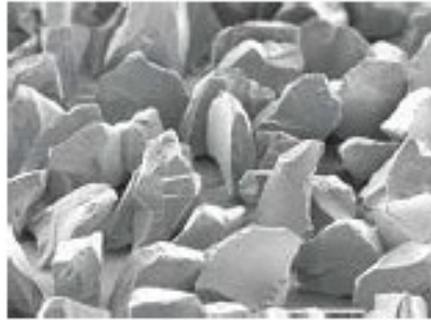
PIECE IMPRIMEE 3D



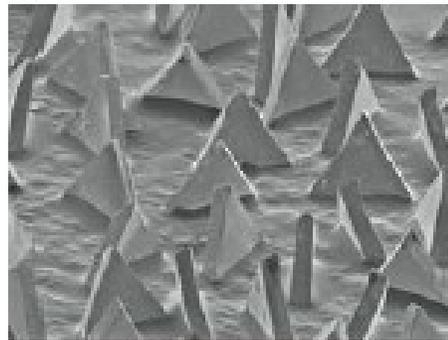
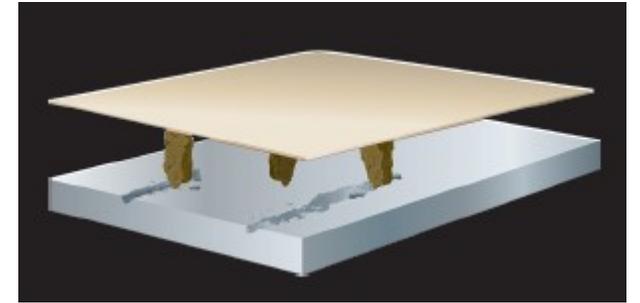
# ETAT DE SURFACE DU BRUT



# EBAUCHE – LES CERAMIQUES PROFILEES 3M™ CUBITRON™ II



Grain céramique standard

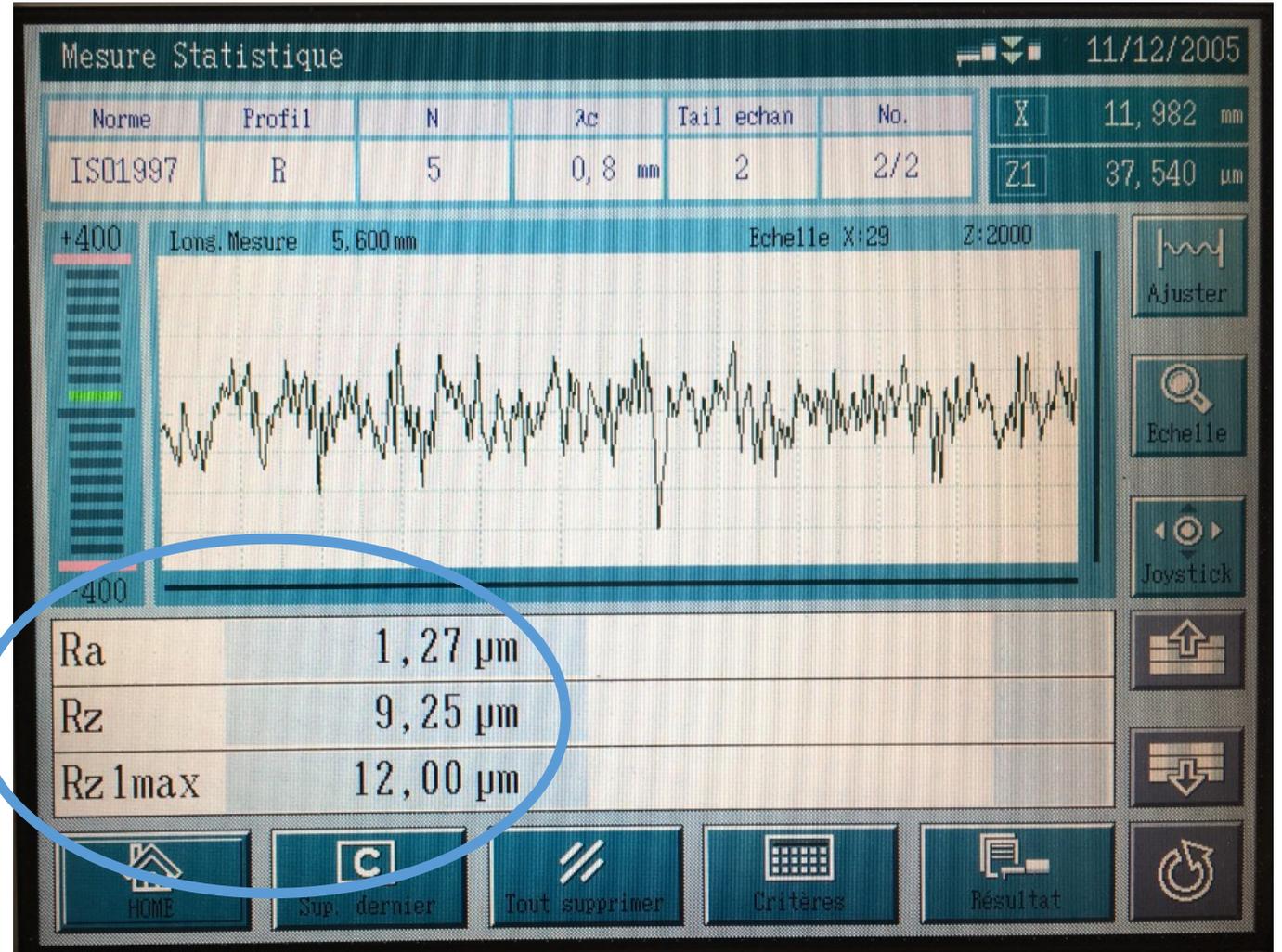
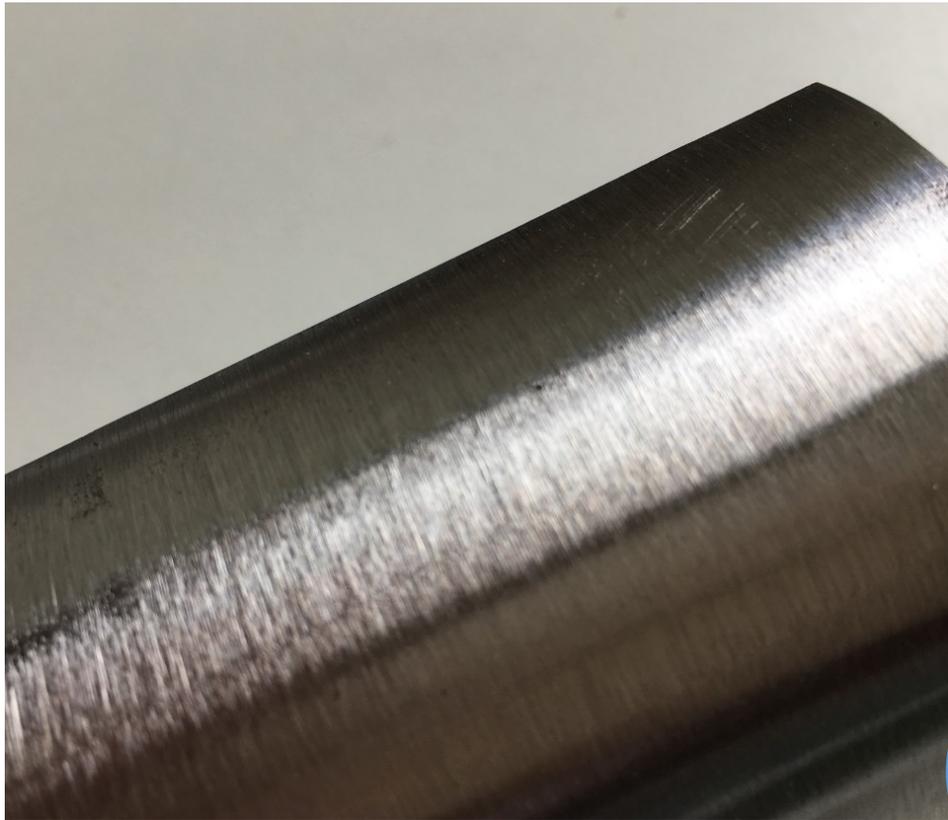


Cubitron™ II



Bande 3M™ Cubitron™ II 3M 947A 120+

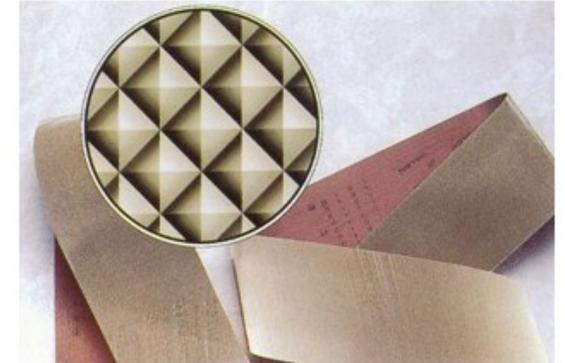
# FINI – 3M™ CUBITRON™ II



Bande 3M™ Cubitron™ II 3M 947A 120+

# LA FINITION – 3M™ TRIZACT™

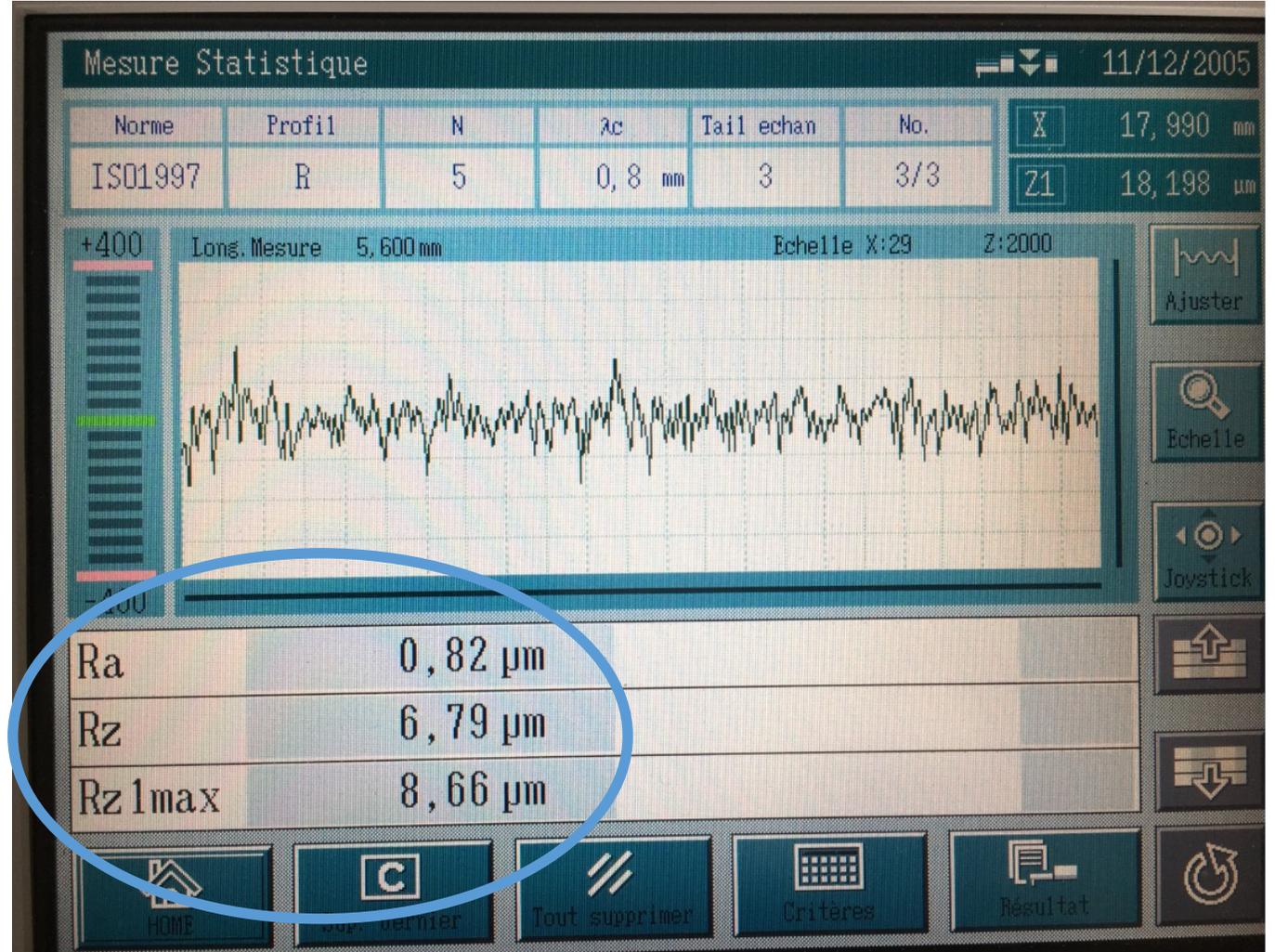
## Les Abrasifs Structurés Trizact™



Bande 3M™ Trizact™ 337DC A100 (~P220)

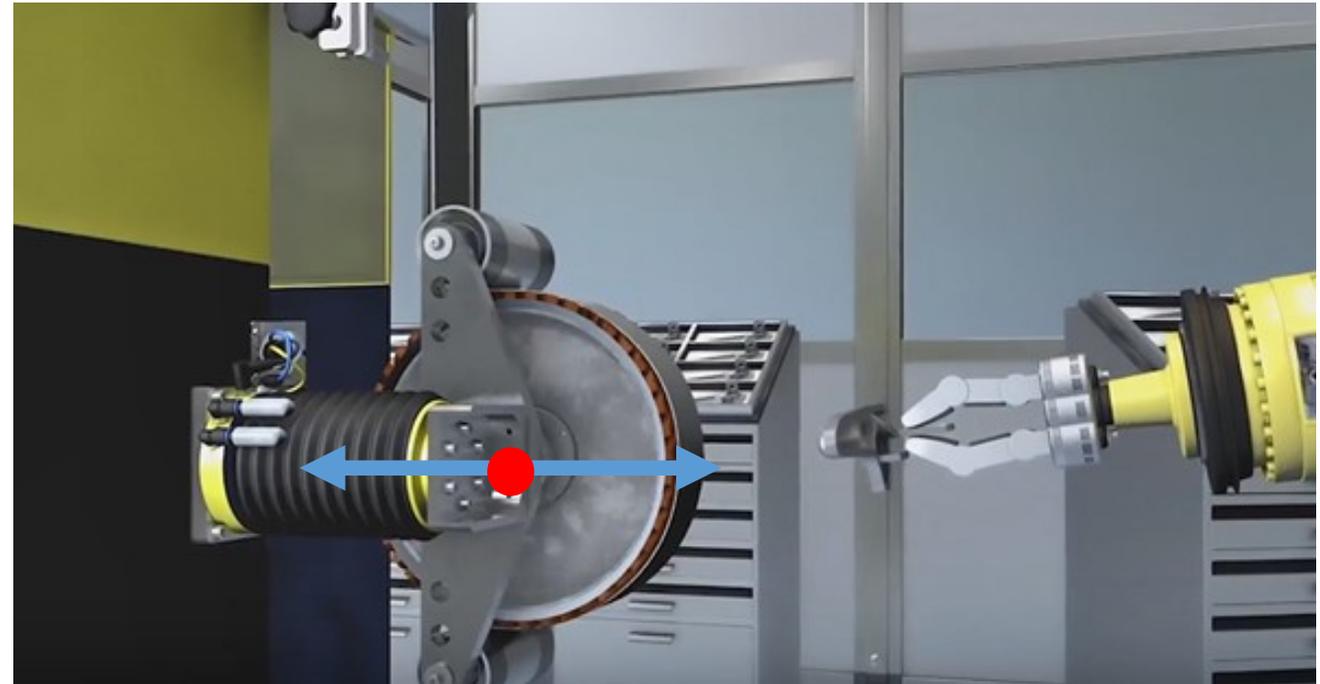
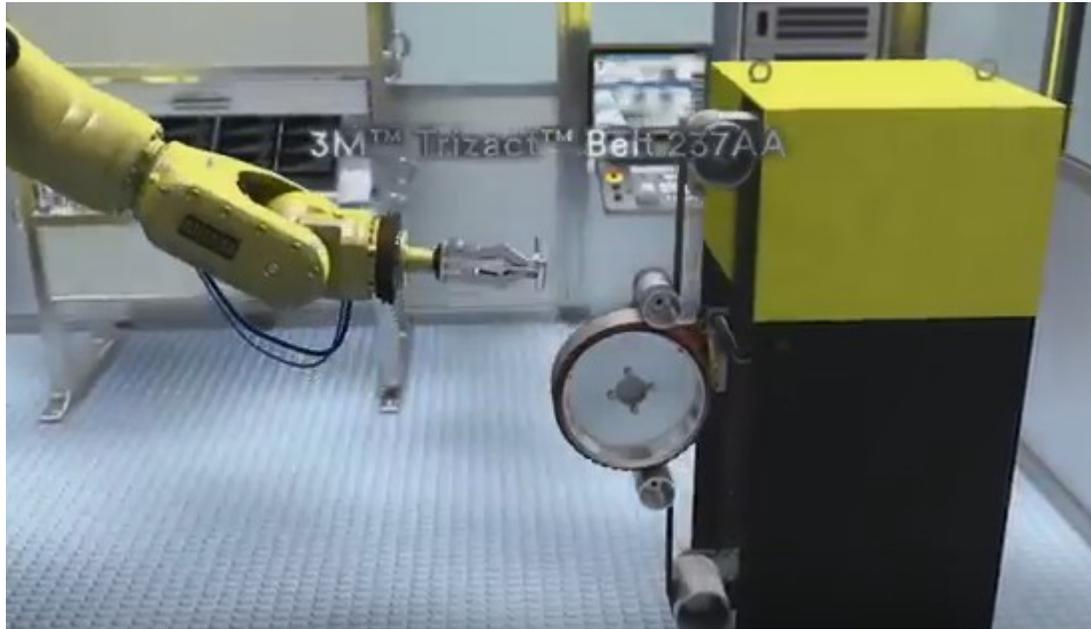


# LA FINITION - TRIZACT



Bande 3M™ Trizact™ 337DC A100 (~P220)

# AUTOMATISATION DES PROCÉDES DE POLISSAGE



# LA MISE ŒUVRE DES PRODUITS – LES TYPOLOGIES DE MACHINES





3M

# LES TECHNIQUES INNOVANTES POUR LE POLISSAGE DE PIECES EN IMPRESSION 3D

- Florent Guméry [fgumery@mmm.com](mailto:fgumery@mmm.com)
- Thierry Bon [tbon1@mmm.com](mailto:tbon1@mmm.com)

7 Juin 2018

**Pour le PECM,  
choisissez PEMTec.**

**PEMTec**  
HIGH PRECISION TECHNOLOGY

# Sommaire

---

● L'histoire de l'entreprise	3
● La technologie et le principe du procédé PECM	5
● Les secteurs d'activité	14
● Nos machines	25
● L'automatisation	28
● Les centres d'application PEM	30



# HISTOIRE DE L'ENTREPRISE

PEM Tec est synonyme de précision.

PEM Tec est mondialement connue comme l'une des entreprises leader dans l'usinage électrochimique de précision des métaux. Nous avons développé cette technologie, en proposant un programme de machines standards, fabriquées en série. Elles répondent aux caractéristiques actuelles des machines-outils.

# Histoire de l'entreprise

---

- > L'entreprise a été fondée en 1995
- > Elle appartient au groupe Wacht depuis 1998
- > Le développement, la fabrication et la vente des machines-outils PECEM et de la périphérie au processus associée
- > L'ingénierie et les formations spécifiques aux procédés PEM
- > Des centres d'application PEM implantés à l'échelle internationale pour soutenir les clients, à la fabrication de processus et d'outils spécifiques



# TECHNOLOGIE

Nous pemmons.

PEMTec est un des leaders de la technologie d'usinage électrochimique de précision. Nous avons créé le verbe « pemmer » pour décrire précisément la technologie PECM et la délimiter explicitement. Pemmer, de quoi parle t'on?

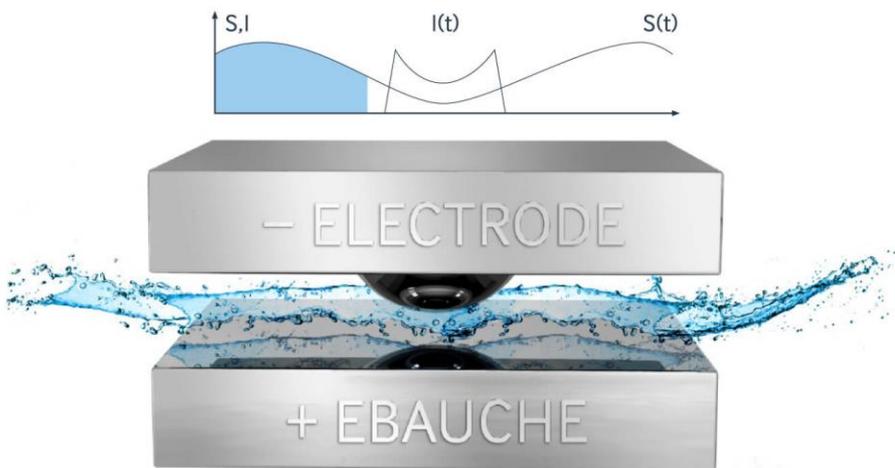
# Principe du procédé PECM

---

- > **Ebauche:** l'anode
- > **Electrode:** la cathode
- > **Electrolyte:** Eau salée conductrice
- > **Tension de process:** 5 – 15 Volt
- > **Densité de courant:** 25 – 100 Ampère/cm<sup>2</sup>
- > **Vitesse d'avance:** 0 – 3 mm/min (en fonction de l'application)
- > **Reproductivité:** 2 – 5 µm (gap frontal)
- > **Qualité de surface:** Ra >= 30 Nanomètre (0,00003 mm)

# Fonctionnement du process PECM | 1<sup>er</sup> phase

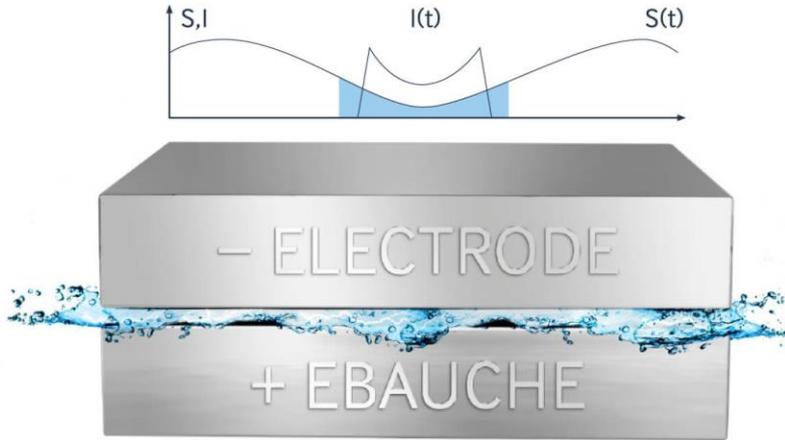
---



- > L'espace inter-électrodes (gap) est ouvert en grand. De l'électrolyte frais circule.

# Fonctionnement du process PECM | 2<sup>ème</sup> phase

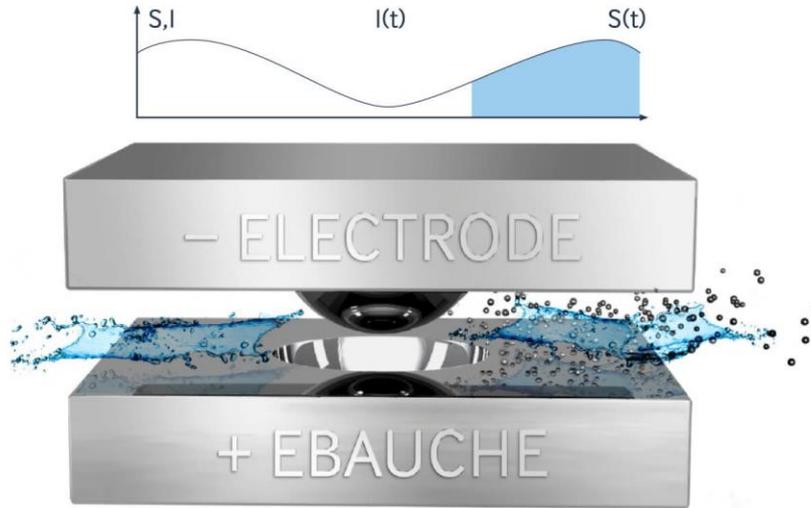
---



- > Le gap se resserre, la distance entre l'électrode (cathode) et la pièce (anode) se réduit jusqu'à quelques microns. Une impulsion électrique est appliquée, générant à cet instant précis un enlèvement de matière par dissolution ionique, ce que l'on appelle l'usinage électrochimique.

# Fonctionnement du process PECM | 3<sup>ème</sup> phase

---



- > Le gap s'ouvre en grand. L'électrolyte utilisé contenant les résidus d'usinage est évacué.

# Avantages de ce process

---

## La fabrication en série rentable

- > Des formes géométriques complexes peuvent être usinées avec précision dans la plupart des métaux
- > Des superalliages ou aciers issus de la métallurgie des poudres sont usinés indépendamment de leur dureté et de leur résistance
- > Avec des électrodes multiples, les pièces sont transformées dans des temps records



Plus rapide



Plus économique



Plus flexible

# Avantages de ce process

---

## Usinage sans contact

- > L'usinage est réalisé sans contact
- > Pas d'influence mécanique ou thermique sur les pièces
- > Résultats d'une extrême stabilité et sans microfissure
- > Absence totale de bavure sur les pièces usinées
- > Réalisation de l'ébauche, la finition et du polissage en une seule passe.



Plus rapide



Plus économique



Plus flexible

# Avantages de ce process

---

## Les nouvelles solutions pour une production de haute qualité

- > Produisez sans générer d'usure de l'outillage liée au process
- > Atteignez une précision de l'ordre du micron ainsi qu'une grande répétabilité
- > L'état de surface peut atteindre un Ra jusqu'à 0,03  $\mu\text{m}$



Plus rapide



Plus économique



Plus flexible

Qui travaille avec les machines d'usinage de précision PEMTec?

# Les secteurs d'activité

Industrie automobile

Aéronautique et aérospatiale

Technique médicale

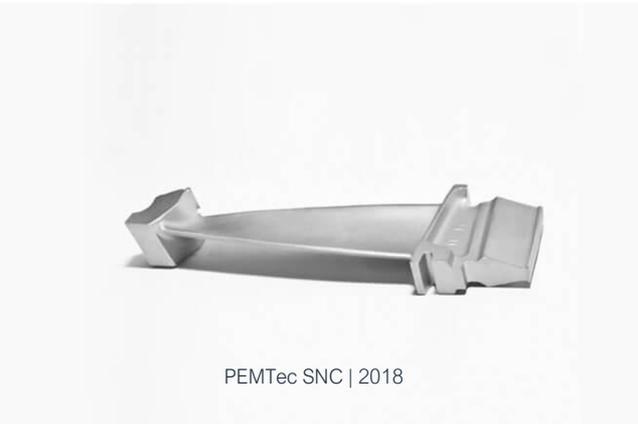
Poinçons de monnaie

Fabrication des outillages

# L'aéronautique et l'aérospatiale



Les centres d'usinage PEMTec permettent de produire des pièces alliant grande résistance mécanique et excellents états de surface. Les super-alliages résistants à très haute température sont usinés suivant des géométries complexes, sans générer de microfissures.



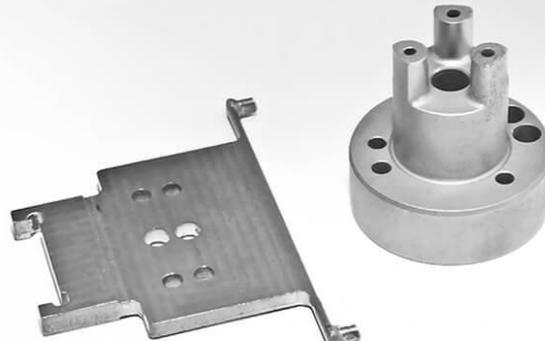
## LES APPLICATIONS

- > Blisks
- > Disques
- > Aubes
- > Turbines



# L'industrie automobile

Déjà établi chez des fabricants de renommée internationale, l'usinage électrochimique de précision développé par PEMTec a fait ses preuves et correspond désormais à « la » solution économique et certifiée pour la production en série de pièces à grande valeur ajoutée.



PEMTec SNC | 2018

## LES APPLICATIONS

- > Crémaillère
- > Levier (composant du turbocompresseur)
- > Vanne (système à injection)
- > Pompes d'injection de carburant
- > Villebrequin
- > Arbre à cames
- > Bielle

# Le médical



Nombreux matériaux employés en technique médicale sont fabriqués sans bavure, sans formation de microfissure, ni impureté liée à l'ajout de matière, le tout avec la meilleure qualité d'état de surface. Que ce soit pour la réalisation des matrices de compression (médicaments) ou des implants pour le corps humain.



## APPLICATIONS

- > Instruments chirurgicaux
- > Implants
- > Outils de compression
- > Valves cardiaques
- > Vis d'ostéosynthèse
- > Pièces en nitinol (alliages à mémoire de forme)
- > Stents
- > Lames chirurgicales

# Les poinçons de monnaie



La qualité et la capacité de la technologie PECM à reproduire des détails très fins, la prédestine tout naturellement à la fabrication des poinçons de monnaie. Les centres d'usinage PEMTec réalisent des contours d'une précision exceptionnelle et d'excellents états de surface.



## LES APPLICATIONS

- > Poinçons de frappe de monnaie
- > Poinçons de frappe de médaille
- > Outils de roulage



# La fabrication des outillages



Avec la technologie PECM, réalisez des outillages innovants et à durée de vie accrue. Les outils de découpe, de frappe ou encore de roulage obtenus aujourd'hui avec les centres d'usinage PEMTec sont des gages de fiabilité et d'efficacité pour les productions en série.



PEMTec SNC | 2018

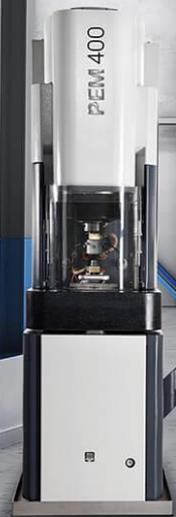
## LES APPLICATIONS

- > Poinçons de découpage
- > Poinçons de formage
- > Poinçons de perçage
- > Outils de mise en forme
- > Matrices

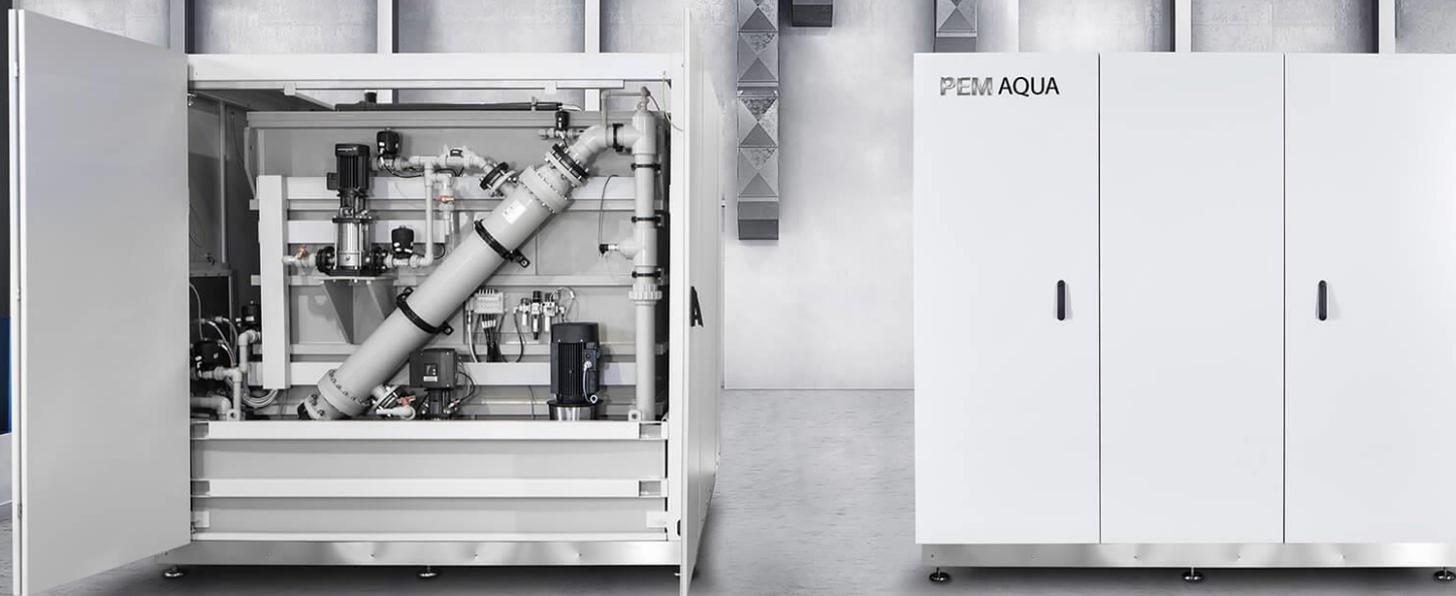


# NOS MACHINES

# Nos machines



# Le système autonome du traitement de l'électrolyte





# L'automatisation: un concept intégré

# Automatisation

---

Chaque machine PECM est unique, car chaque application est différente.

Notre objectif déterminé : nous voulons trouver la meilleure solution pour chaque client.

En collaboration avec vous et nos partenaires spécialisés, nous développons une offre complète et adaptée à vos besoins.

# Nos centres d'application PEM

---



> RM Group, USA

- > Bosch ECM Technologie, Allemagne
- > Boenig Prazisionswerkzeugbau GmbH, Allemagne
- > PEM Applikations Zentrum GmbH, Allemagne
- > SFB ECM Technologie GmbH, Allemagne
- > IWU Fraunhofer Institut Werkzeugmaschinen und Umformtechnik, Allemagne
- > WIBA-ECB GmbH, Allemagne
- > WTN Werkzeugtechnik Niederstetten GmbH & Co. KG, Allemagne
- > CETIM – Centre Technique des Industries Mecaniques, France
- > Mecanique de Precision du Barrois (MPB), France
- > Ter Hoek, Pays-bas
- > Gerhard Rauch GmbH, L'Autriche
- > Gebr. Bram AG Prazisionsmechanik, Suisse

> ISHIHARA SANGYO CO., LTD, Japon

# Nous contacter

---



## **PEMTec SNC**

Eurozone, 6, rue Jules Verne  
BP 60147  
F-57603 Forbach

Tel: +33 3 87 13 09 00

Fax: +33 3 87 13 09 98

## **PEMTec GmbH**

Saarburger Straße 37-39  
D-54329 Konz

Tel: +49 65 01 9 44 40

Fax: +49 65 01 94 44 50

[sales@pemtec.fr](mailto:sales@pemtec.fr)

[www.pemtec.fr](http://www.pemtec.fr)

MERCI pour votre attention !

# Exigences et limites du contrôle de propreté par comptage particulaire

# Inventec

Société du groupe Dehon  
110 personnes

**Domaines :**  
Assemblage électronique  
Nettoyage de précision  
Chimie fine



**Semiconductor**



**Automotive**



**Industrial**



**Telecom**



**Energy**



**Aerospace**

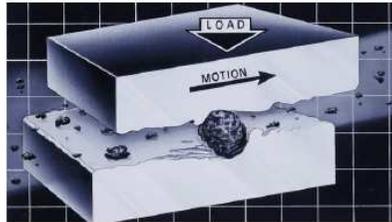


# Agenda

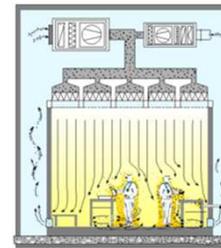
- Quelques domaines d'applications du comptage particulaire
- Que compte-t-on et comment ?
- Solutions proposées par Inventec
- Exemples d'application utilisant un contrôle de propreté par comptage particulaire
- Conclusions et perspectives

# Quelques domaines d'applications

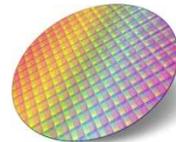
Protection des moteurs de pompes, compresseurs etc.



Production ou opération en atmosphère contrôlée



Contrôle de propreté sur composants critiques

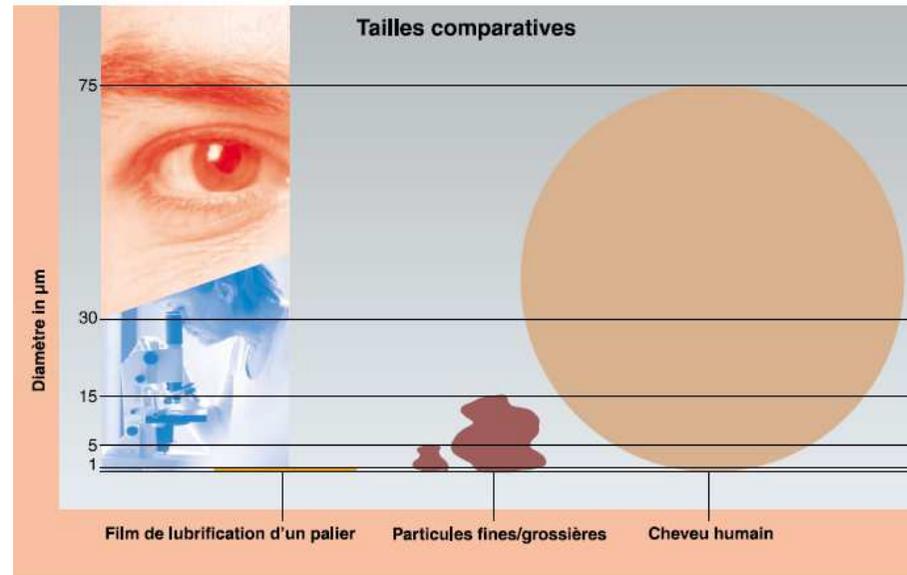


Une méthode de contrôle pour la fabrication additive?

# Exemple de particules

Que compte-t-on?

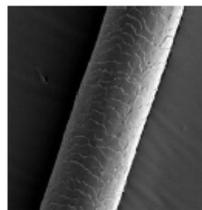
Le comptage particulaire permet de dénombrer des particules allant de quelques  $\mu\text{m}$  jusqu'au particules visibles à l'œil nu



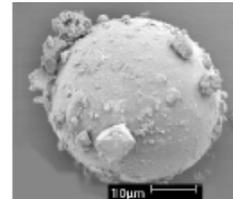
Grain de sable  
100 $\mu\text{m}$



Cheveu  
75  $\mu\text{m}$



Particule de farine  
25  $\mu\text{m}$

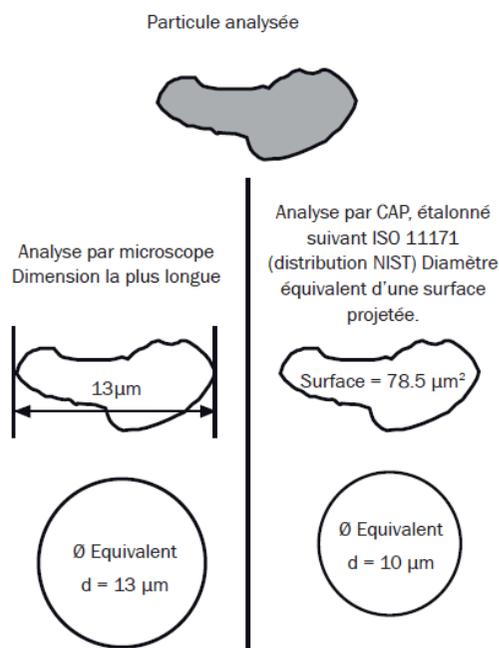


Bactérie  
2  $\mu\text{m}$



# Méthode de comptage particulaire

Que compte-t-on et comment?



Utilisation de la norme NAS 1638 :  
Les particules sont mesurées suivant la  
dimension la plus longue (méthode ARP598)

Apparition des compteurs particulaires  
automatiques :

La plupart des appareils sont étalonnés selon  
la norme de comptage ISO 11171  
(étalonnage des surfaces projetées)

# Normes associées au comptage

Caractérisation de la population de particules : Nombre, taille

NAS 1638



SAE AS4059 rév. E

Dimensions	5-15 µm	15-25 µm	25-50 µm	50-100 µm	>100µm	
NAS classes (based on maximum contamination limits, number of particles for 100 mL)	00	125	22	4	1	0
	0	250	44	8	2	0
	1	500	89	16	3	1
	2	1000	178	32	6	1
	3	2000	356	63	11	2
	4	4000	712	126	22	4
	5	8000	1425	253	45	8
	6	16000	2850	506	90	16
	7	32000	5700	1012	180	32
	8	64000	11400	2025	360	64
	9	128000	22800	4050	720	128
	10	256000	45600	8100	1440	256
	11	512000	91000	16200	2880	512
12	1024000	182400	32400	5760	1024	

NAS classes (based on maximum contamination limits, number of particles for 1 mL)						
MTD	>4 µm	>6µm	>14µm	>21µm	>38µm	>70µm
ACFTD	>2 µm	>5µm	>15µm	>25µm	>50µm	>100µm
Size code	A	B	C	D	E	F
000	195	76	14	3	1	0
00	390	152	27	5	1	0
0	780	304	54	10	2	0
1	1560	609	109	20	4	1
2	3120	1220	217	39	7	1
3	6250	2430	432	76	13	2
4	12500	4860	864	152	26	4
5	25000	9730	1730	306	53	8
6	50000	19500	3460	612	106	18
7	100000	38900	6920	1220	212	32
8	200000	77900	13900	2450	424	64
9	400000	156000	27700	4900	848	128
10	800000	311000	55400	9800	1700	256
11	1600000	623000	111000	19600	3390	512
12	3200000	1250000	222000	39200	6780	1024

La classe permet de caractériser l'état de contamination de la pièce

# Normes associées au comptage

SAE AS4059 rév. E

La classe permet de caractériser l'état de contamination de la pièce

NAS classes (based on maximum contamination limits, number of particles for 1 mL)						
MTD	>4 µm	>6µm	>14µm	>21µm	>38µm	>70µm
ACFTD	>2 µm	>5µm	>15µm	>25µm	>50µm	>100µm
Size code	A	B	C	D	E	F
000	195	76	14	3	1	0
00	390	152	27	5	1	0
0	780	304	54	10	2	0
1	1560	609	109	20	4	1
2	3120	1220	217	39	7	1
3	6250	2430	432	76	13	2
4	12500	4860	864	152	26	4
5	25000	9730	1730	306	53	8
6	50000	19500	3460	612	106	18
7	100000	38900	6920	1220	212	32
8	200000	77900	13900	2450	424	64
9	400000	156000	27700	4900	848	128
10	800000	311000	55400	9800	1700	256
11	1600000	623000	111000	19600	3390	512
12	3200000	1250000	222000	39200	6780	1024

# Méthodes de mesure

## Mesure directe

Comptage des particules en semi continu dans le solvant ayant servi au traitement de finition

## Mesure par extraction

Etape 1 : prélèvement par extraction des particules en utilisant un solvant et une action mécanique

Etape 2 : Quantification par comptage particulaire

Utilisation d'un solvant mouillant, possible à filtrer et facilement évaporable

# Solvants proposés par Inventec

Properties	3M™ Novec™ 71DE Engineered Fluid
Formulation	Azeotrope <sup>1</sup>
Boiling Point (°C)	41
Freeze Point (°C)	-24 <sup>3</sup>
Liquid Density (g/ml)	1.37
Surface Tension (dynes/cm)	16.6
Kauri-Butanol Value	27
Vapor Pressure (mmHg)	363
Viscosity (cps)	0.45
Heat of Vaporization (cal/g @ boiling point)	48

## 3M™ Novec™ 71DE Engineered Fluid



## 3M™ Novec™ 7100 Engineered Fluid

### Typical Physical Properties

Properties	3M™ Novec™ 7100 Engineered Fluid
Formula	C <sub>4</sub> F <sub>8</sub> OCH <sub>3</sub>
Molecular Weight	250
Boiling Point (°C)	61
Freeze Point (°C)	-135
Liquid Density (g/ml)	1.52
Surface Tension (dynes/cm)	13.6
Solubility of Solvent in Water (ppmw)	12
Solubility of Water in Solvent (ppmw)	95
Vapor Pressure (mmHg)	202

# Exemples d'applications

Mesure par extraction : Propreté de certaines pièces médicales ou cosmétiques

Nettoyage des pièces avec le 3M™ Novec™ 72DE

- Extraction des particules avec du 3M™ Novec™ 7100



Mesure directe dans le solvant : Traitement de finition sur les tubes à oxygène

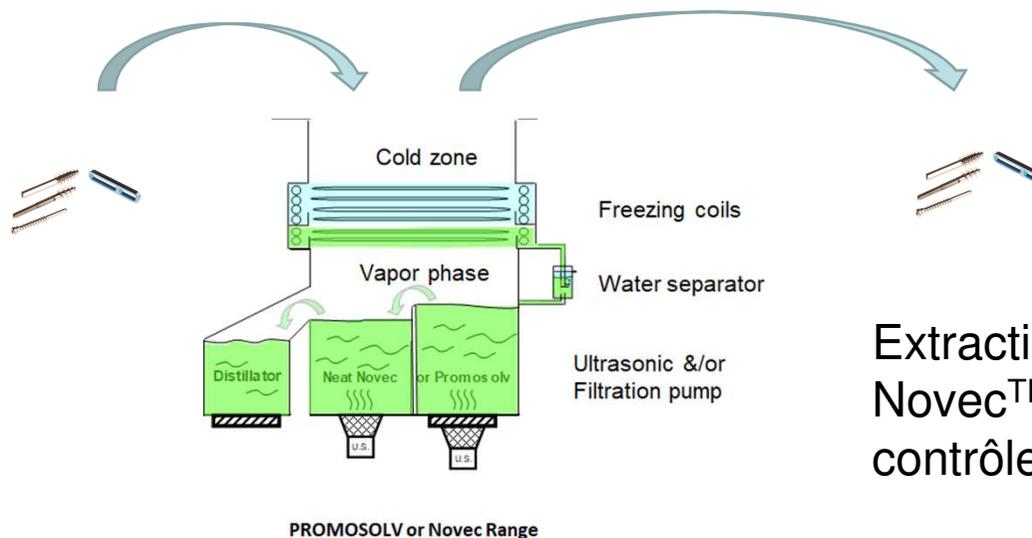
Nettoyage de tube

- Utilisation du fluide 3M™ Novec™ 71DE

- Contrôle particulaire à la sortie

# Exemple de mesure par extraction après traitement de finition

Schéma de principe



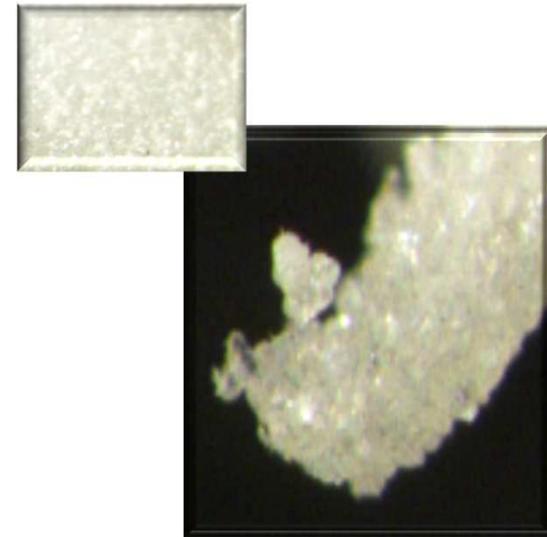
Extraction particules avec 3M™  
Novec™ 7100 pour analyse de  
contrôle particulaire

Cahier des charges clients : Pas de particules au-dessus de 200µm

# Exemple de mesure par extraction après traitement de finition

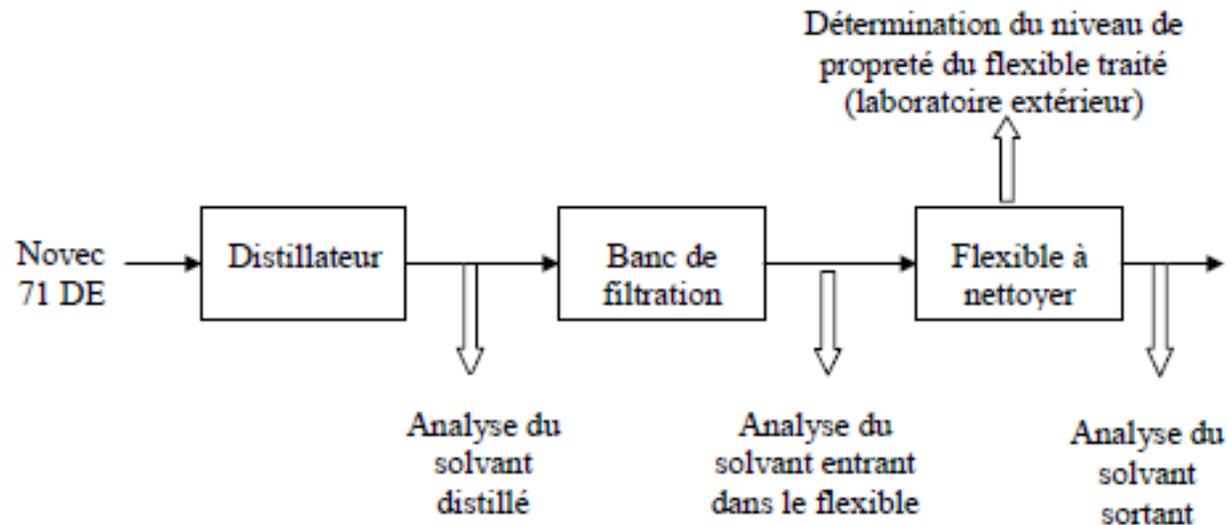
Optimisation du procédé de traitement de finition en fonction des particules décrochées

- Particules décrochées
- Particules décrochantes en fonction du traitement
- Rugosité



# Exemple de mesure directe sur le fluide de finition

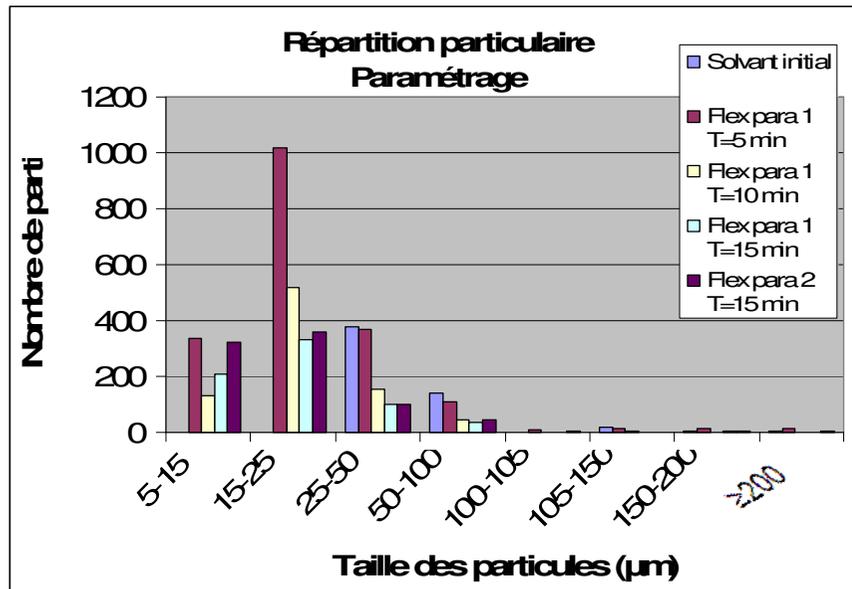
Schéma de principe



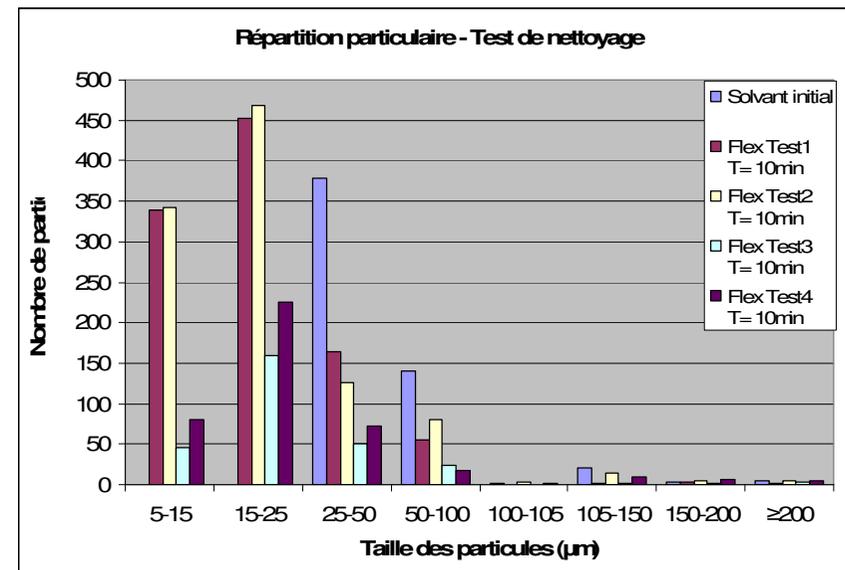
Cahier des charges client : contamination particulière de classe 1

# Exemple de mesure directe sur le fluide de finition

Prélèvement pour comptage particulaire après une circulation de 30s dans les tubes



Prélèvement pour comptage particulaire après une circulation de 10min dans les tubes



Etude nécessitant une atmosphère contrôlée pour confirmer les résultats

# Le contrôle particulaire après nettoyage de finition

Permet de mesurer le nombre et la taille des particules (caractérisation de la nature de celles-ci quelques fois possible)

Nécessite un solvant inerte avec une faible tension de surface si possible

Permet de contrôler l'efficacité du nettoyage (seulement partiellement pour certaines pièces)

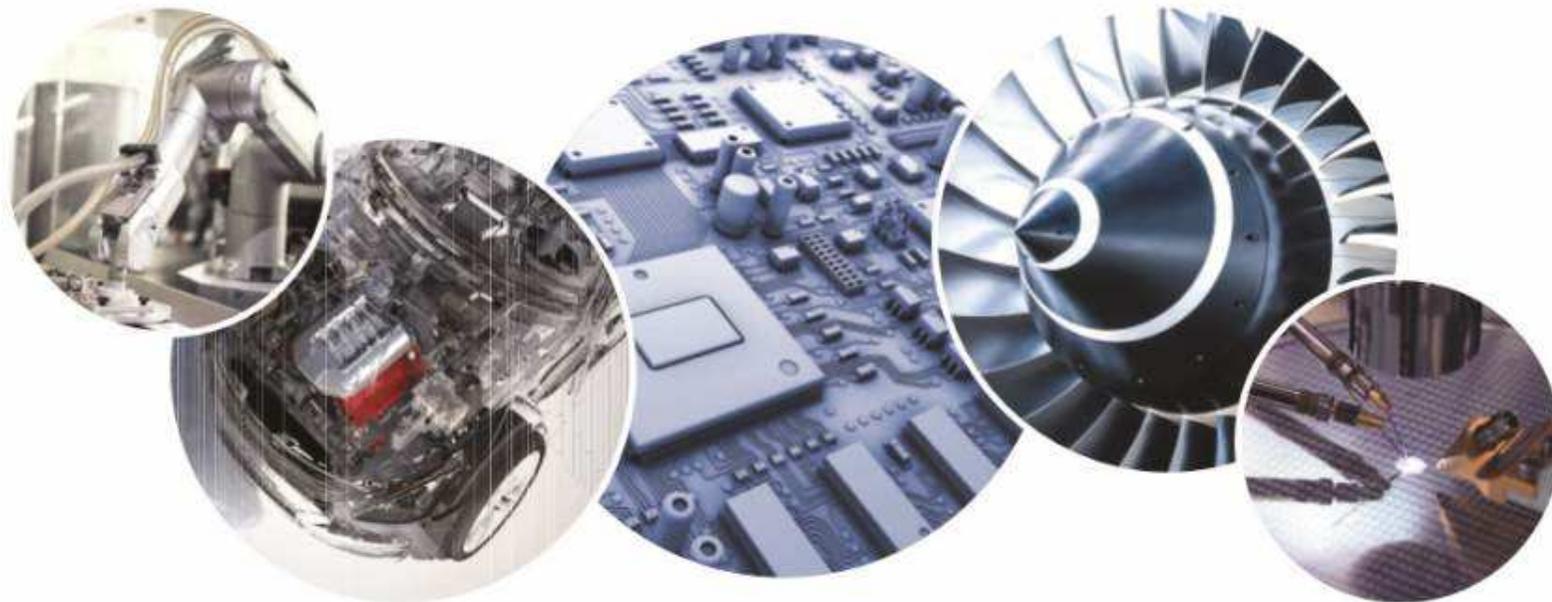
Nécessite, selon la spécification demandée, de travailler dans des pièces à atmosphère contrôlée

# Quelle utilisation pour la fabrication additive ?

Les particules → principale pollution sur les pièces de fabrication additive

Rugosité → faire la différence entre les particules décrochantes,  
« enfermées » ou accrochées

Besoin de méthodes adaptées pour le contrôle de propreté ou de qualité  
par mesure particulaire de pièces produites avec un procédé de fabrication  
additive



Merci à vous pour votre attention

1

07/06/2017

## Impact du traitement thermique et finitions des pièces issues de fabrication additive par PECM



**Stéphane GUERIN et Christophe REYNAUD**  
Cetim – PPI



2

07/06/2017

## Impact TTH et finition des pièces issues de Fabrication Additive

### Sommaire

- ▶ Enjeux et données de la Fabrication additive
- ▶ Briques technologiques
- ▶ Traitements thermique
- ▶ Impact sur les opérations de reprises et finition
- ▶ Solutions de reprise et finition de pièces en TA6V et CrCo
- ▶ Synthèse
- ▶ Questions



3

## Impact TTH et finition des pièces issues de Fabrication Additive

07/06/2017

**Enjeux**

- ▶ Tolérances et état de surface
- ▶ Tenue à la fatigue
- ▶ Préparation mise en revêtement
- ▶ Assemblage
- ▶ ...

**Données FA**

- ▶ Formes complexes
- ▶ Formes internes
- ▶ Supports de fabrication
- ▶ Etat de surface médiocre et hétérogène
- ▶ Prise de pièce
- ▶ Surépaisseur
- ▶ Propreté (médical)
- ▶ ...



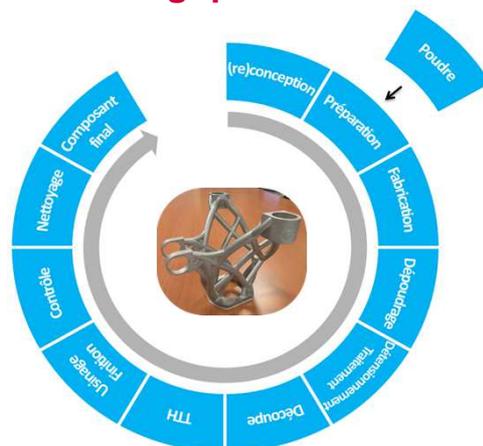
4

## Impact TTH et finition des pièces issues de Fabrication Additive

07/06/2017

**Travaux sur l'ensemble des briques technologiques**

- ▶ Conception
  - ▶ Fabrication
  - ▶ TTH
  - ▶ Parachèvement
  - ▶ ...
- ➔ A maîtriser pour produire des composants finis
- ➔ Post-traitements : solutions de TTH et de finitions de surface



5

## Impact TTH et finition des pièces issues de Fabrication Additive

07/06/2017

**Traitement thermique après Fabrication Additive****➔ Objectifs recherchés**

- ▶ Réduire l'intensité des contraintes résiduelles
- ▶ Améliorer la santé matière
  - ▶ Eliminer des porosités et des manques de fusion
  - ▶ Homogénéiser la microstructure
- ▶ Piloter les caractéristiques mécaniques



6

## Impact TTH et finition des pièces issues de Fabrication Additive

07/06/2017

**Cas de l'alliage CoCrMo – TTH de détente****➔ Données bibliographiques****▶ Données EOS**

- ▶ Alliage SP2 : 450°C-750°C
- ▶ Alliage MP1: Haute température SR : 1150°C-6h

**▶ Fabrication par EBM**

- ▶ Condition de préchauffage pour limiter les contraintes résiduelles ~830°C

**▶ Contrainte transformation allotropique  $\alpha(\text{FCC}) \leftrightarrow \varepsilon(\text{HCP})$** 

- ▶ Risque de déformation lié à cette transformation
- ▶ Compromis à trouver

Source : Turrubiates. J Mater Sci. Vol 46. 2011

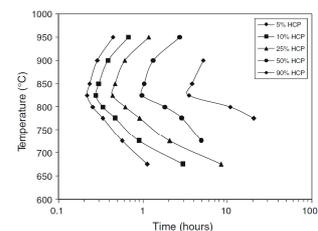
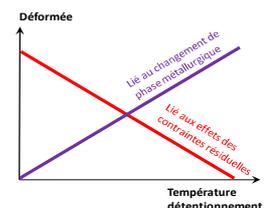


Fig. 7 TTT diagram for the FCC → HCP isothermal martensitic transformation in the investigated Co-Cr-Mo-C alloy



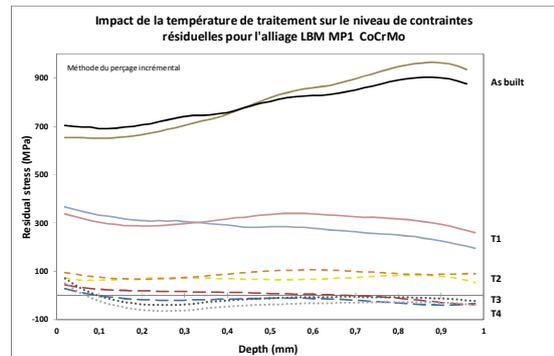
7

## Impact TTH et finition des pièces issues de Fabrication Additive

07/06/2017

### ➔ Quelques résultats

- ▶ Niveau de contraintes résiduelles significatif à l'état brut SLM
- ▶ TTH à T1 insuffisant : réduction de 50% de l'intensité des contraintes résiduelles
- ▶ TTH à T3 déformation liée au changement de phase



T1 < T2 < T3 < T4

Source : Projet Orthopédie supporté par la région Rhône Alpes Auvergne



8

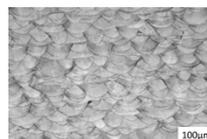
## Impact TTH et finition des pièces issues de Fabrication Additive

07/06/2017

### ➔ Microstructures et impact sur la finition par Usinage Electrochimique de Précision

#### ▶ Etat Brut

- ▶ Nombreux précipités aux interfaces entre les cordons



Ra >> 20µm  
Brut

#### ▶ TTH de détente dans le domaine de formation de HCP

- ▶ Mixte  $\alpha$ (CFC)  $\epsilon$ (HCP)



Ra ~ 0,05µm  
Finition mâte  
+ coloration

#### ▶ Gamme : redensification par HIP et redissolution des carbures et intermétalliques

- ▶ Microstructure ~ 100%  $\alpha$



Ra ~ 0,03µm  
Finition poli miroir



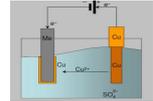
9

## Impact TTH et finition des pièces issues de Fabrication Additive

**Solution de reprise et finition par ECM**

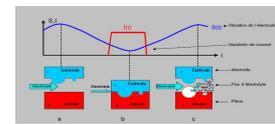
- ▶ Usinage électrochimique des métaux ECM (Electro Chemical Maching)
  - ▶ Par action du courant dans un milieu électriquement conducteur
  - ▶ Forme de l'électrode reproduite dans la pièce à usiner

➔ Loi de Faraday

**Evolution vers le PECM (Precise Electro Chemical Machining)**

## ▶ Principe

- ▶ Electrode vibrante et gap réglé
- ▶ Courant pulsé entre l'électrode et la pièce à usiner



- ➔ Précision de reproduction plus importante et Ra inférieur par la diminution du gap permise par le procédé



10

## Impact TTH et finition des pièces issues de Fabrication Additive

**PECM d'une cupule**

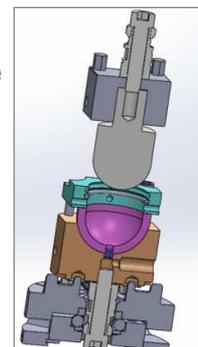
## ▶ Caractéristiques

- ▶ Matière Chrome Cobalt
- ▶ Brut D50mm Issue de fusion laser + HIP (sur ép. 0,5mm Ra initial 1,5µm)
- ▶ Précision de 0,1mm (rayon sphère) et défaut de forme 0,05mm (sphéricité)
- ▶ Poli miroir <0,05µRa



## ▶ Outillage PECM

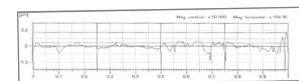
- ▶ Electrode rodée



## ▶ Résultat

- ▶ Temps de 7min (calibration+finition+polissage)
- ▶ Ra : 0,03µm Rz : 0,26µm Rt : 0,5µm

- ➔ Possibilité de polir simultanément 8 à 12 pièces



11

## Impact TTH et finition des pièces issues de Fabrication Additive

**PECM d'un plateau tibial**▶ **Caractéristiques**

- ▶ Matière Chrome Cobalt
- ▶ Brut 50\*75\*20 mm Issue de fusion laser + HIP (sur ép. 0,3mm Ra initial 0,8µm)
- ▶ Précision de 0,06mm et défaut de forme 0,1mm
- ▶ Poli miroir <0,05µRa sur plan et plot

▶ **Outillage PECM**

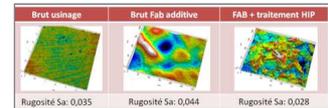
- ▶ Electrode polie manuellement

▶ **Résultat**

- ▶ Temps de finition et polissage de **3min**
- ▶ Mesure topologique de la surface



- ➔ **Importance de la qualité métallurgique du matériau** (Taille de grain et homogénéité matière)



12

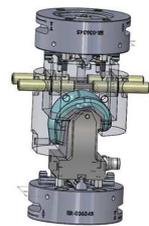
## Impact TTH et finition des pièces issues de Fabrication Additive

**PECM d'un condyle de genou**▶ **Caractéristiques**

- ▶ Matière Chrome Cobalt
- ▶ Brut 50\*65\*55 mm issue de fusion laser + HIP (sur ép. 0,6mm Ra initial de 20 à 30µm)
- ▶ Précision : +/-0,1mm
- ▶ Poli miroir <0,05µRa

▶ **Outillage PECM**

- ▶ En 3 parties

▶ **Résultat**

- ▶ Temps de reprise et de polissage de **15min**

- ➔ **Importance de la qualité métallurgique du matériau** (Taille de grain et homogénéité matière)



13

## Impact TTH et finition des pièces issues de Fabrication Additive

## Reprise d'un Blisk après FA

## ► Caractéristiques

- ▶ 5 pales
- ▶ Dimensions 30\*15mm
- ▶ Epaisseur mini 0,2mm et maxi 1,1mm
- ▶ Matériaux : TA6V, 17-4PH, CrCo, Inconel 718
- ▶ Issue de fabrication additive sur lit de poudre (machine EOS M290)
- ▶ Surépaisseur de 0,5mm et Ra autour de 20µm (avec des pics autour de 60µm)
- ▶ Traitement pour le TA6V : Détente+HIP+TTH → Microstructure obtenue

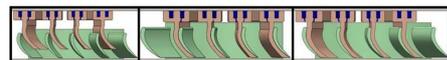


14

## Impact TTH et finition des pièces issues de Fabrication Additive

## ► Mise en œuvre du PECM au Cetim

- ▶ Reprise et finition en 3 positions



## ► Outillage PECM

- ▶ En 3 parties
- ▶ Avec base tournante



## ► Résultat

- ▶ Temps d'usinage (ECM+Polissage PECM) de 9 à 15min suivant le matériau
- ▶ Ra (suivant matériau) ⇒ de 0,2 à 0,8µm sur l'extrados et 0.15 à 0,4µm sur l'intrados

→ Ra max de 60µm ramené à un Ra max <0,8µm



15

## Impact TTH et finition des pièces issues de Fabrication Additive

**Solution de reprise et finition en bain chimique**

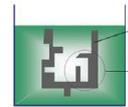
## ▶ Principe

- ▶ Immersion simple de la pièce dans un bain
- ▶ Enlèvement matière piloté et reproduit de manière précise
- ▶ Vitesse déterminée par la concentration de produits chimiques dans le bain et par la température du bain



## ▶ Bain acide utilisé pour le TA6V

- ▶ Solution à base d'acide fluorhydrique et additifs
- ▶ Electrolyte faiblement concentré, utilisé à température peu élevée (<60°C)



16

## Impact TTH et finition des pièces issues de Fabrication Additive

## ▶ Mise en œuvre chez Mécaprotec Industries

## ▶ Gamme opératoire

- ▶ Dégraissage alcalin Ph9
- ▶ Sablage
- ▶ Dégraissage alcalin Ph9
- ▶ Usinage chimique : 2 passages



## ▶ Résultat

- ▶ Temps de l'opération : **env. 30min**
  - Temps de préparation sablage env. 15min
  - Temps d'usinage chimique env. 15min
- ▶ Etat de surface : **2,1 à 3,9µmRa**



➔ Ra max de 60µm ramené à un Ra max <4µm



17

## Impact TTH et finition des pièces issues de Fabrication Additive

**Reprise d'une pale après FA**▶ **Caractéristiques**

- ▶ Dimensions 30\*15mm
- ▶ Epaisseur mini 0,2mm et maxi 1,1mm
- ▶ Matériau : TA6V
- ▶ Issue de fabrication additive sur lit de poudre (machine EOS M290)
- ▶ Surépaisseur de 1mm et Ra max autour de 20µm
- ▶ Traitement : Détente+HIP+TTH



18

## Impact TTH et finition des pièces issues de Fabrication Additive

**Positionnement des procédés de finition**▶ **Reprise et finition PECM**

- ▶ Pas d'opération préalable
- ▶ Temps total env. 20min
- ▶ Ra de 0,3 à 0,8µm
- ▶ Précision autour de 0,04mm

▶ **Finition pate abrasive**

- ▶ Opération de **reprise par émerisage** en préalable
- ▶ Temps sans l'émerisage env. 30 min
- ▶ Ra de 0,4 à 1,5µm
- ▶ Précision autour de 0,1mm

▶ **Finition par Tribofinition**

- ▶ Opération de **reprise par émerisage** en préalable
- ▶ Temps sans l'émerisage env. 20 min
- ▶ Ra de 0,2 à 0,6µm
- ▶ Précision autour de 0,05mm



➔ Autres solutions : usinage, chimique...



19

## Impact TTH et finition des pièces issues de Fabrication Additive

**PECM pour la reprise et la finition de pièces Fab Add**

## ▶ Avantages

- ▶ Pas de problème sur la **sur épaisseur à usiner et les défauts de forme**
- ▶ Pas de problème sur **Ra de départ** (  $Ra \gg 20\mu m$  )
- ▶ Pas de limite de dureté
- ▶ Finition très rapide (quelques minutes)
- ▶  $Ra < 0,1\mu m$  selon le matériau
- ▶ Respect de l'intégrité matière (pas d'incidence thermique et mécanique)

## ▶ Limites

- ▶ Taille de la pièce
- ▶ Problème d'usinabilité de certains titane (électrolyte spécifique)
- ▶ Coût de l'outillage



07/06/2017

20

## Impact TTH et finition des pièces issues de Fabrication Additive

**Synthèse**

- ▶ Travaux sur l'ensemble des briques technologiques à maîtriser pour produire des composants finis par une gamme de Fabrication additive
- ▶ Post-traitements de ces pièces
  - ▶ Avec des développements de solutions de Traitements Thermiques
  - ▶ Avec la connaissance et la maîtrise des différentes solutions de finition
- ▶ Potentiels importants de la technologie PECM notamment pour les aciers inoxydables, Chrome Cobalt, TA6V...
- ➡ Avec la nécessité d'avoir une métallurgie adaptée pour obtenir les qualités de surface attendues



07/06/2017

21

07/06/2017

## Machines

### ▶ Gamme machine PEMTec

- ▶ PEM400, PEM600 et PEM800



### ▶ Machine disponible au Cetim

- ▶ PEM 600 du constructeur PEMTec
  - ▶ Générateur à impulsion électrique de 7200 A (72 cm<sup>2</sup>)
  - ▶ Plan de travail 450 x 450 mm



➔ **Contrat de coopération avec le constructeur PEMTec** 

## Cetim : Centre de compétence pour le transfert de la technologie

### ▶ Prestations

- ▶ Détection et évaluation des potentialités de la technologie
- ▶ Etude de faisabilité et de pré industrialisation
- ▶ Accompagnement à l'industrialisation et au transfert industriel

➔ **Possibilité d'Unité à Dispositif Partagé (UPDP)**



22

07/06/2017

Impact TTH et finition des pièces issues de Fabrication Additive

## Merci pour votre attention



Stéphane GUERIN  
Tél : 06 74 40 12 03  
Mail : stephane.guerin@cetim.fr

Christophe REYNAUD  
Tél : 06 83 58 13 89  
Mail : christophe.reynaud@cetim.fr

