

« Techniques innovantes de mise en forme 3D et de frittage des matériaux céramiques »

une co-organisation du GFC
et des opérateurs du projet TECH2FAB (Interreg V – FWVL)

Maryse DEMUYNCK – BCRC-CRIBC, Mons (Belgique)



Objectif

Accélération du processus d'adoption et de transfert de technologies avant-gardistes dans le domaine:

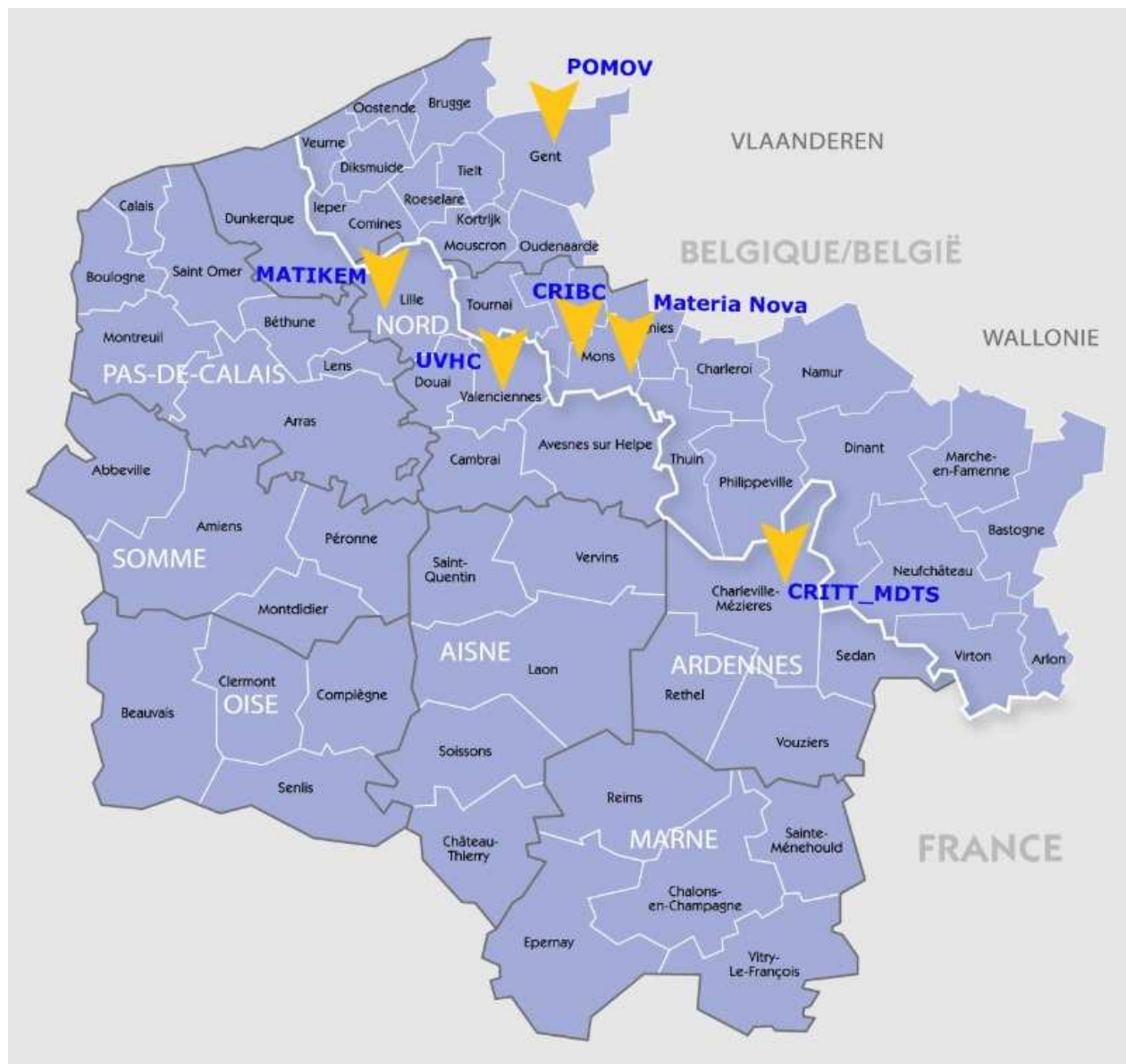
- des traitements de surface par voie sèche
- des technologies de fabrication alternatives de matériaux céramiques et composites
- des technologies de consolidation par frittage

Intérêt pour les entreprises de la zone frontalière ?

- Besoin de solutions innovantes aux problèmes et défis technologiques
- Technos parfois perçues comme complexes et/ou inabordables
- Indicateurs R&D et innovation en retrait par rapport aux moyennes nationales

Outputs attendus

- Offrir aux entreprises de la zone un panel de technologies élargi/enrichi
 - du fait de l'association des ressources complémentaires des opérateurs
 - dans une zone de proximité géographique appréciable
- Sensibiliser les entreprises de la zone
 - au potentiel des technologies de chaque UD dans leur niche de marché
 - en utilisant l'opérateur "natif" pour introduire l'opérateur "étranger"
- Démystifier ces technologies perçues comme complexes et/ou inabordables pour une PME
- Adapter l'offre technologique du marché
 - aux spécificités des entreprises de la zone
 - en privilégiant le travail collaboratif transfrontalier
- Nouer des partenariats durables entre opérateurs et entreprises de la zone
 - afin d'accélérer le processus d'adoption de technologies avant-gardistes par ces dernières.



Unités de démonstration technologique

UD 1 : Traitements de surface par voie sèche (sous-vide et plasma)

- Complémentarité point de vue upscaling
- Technologies à l'échelle laboratoire et semi-pilote (Materia Nova)
- Technologies à l'échelle pilote (CRITT-MDTS)

UD2 : Technologies de fabrication alternatives de matériaux céramiques et composites (additives, soustractives et hybrides)

- Complémentarité équipements
- Technologies laser – hybrides/additives-soustractives (CRIBC)
- Stéréolithographie (UVHC)

UD3 : Technologies de consolidation par frittage

- Complémentarité équipements
- SPS et frittage flash (CRIBC)
- Micro-onde (UVHC)

Traitements de surface par voie sèche

Technologie plasma sous-vide et atmosphérique, implantation ionique

- Opérateurs: Materia Nova et le CRITT-MDTS
- Surface = media par lequel un objet interagit avec le monde extérieur
- Interactions diverses: couleur, résistance à l'usure ou à l'impact, affinité avec les liquides ou les gaz, ...
- Modification contrôlée de la surface d'un objet = contrôle de ses interactions avec le monde extérieur
- Exemples:
 - Diminution ou promotion des interactions déjà existantes
 - Apport de nouvelles fonctionnalités → nouvelles interactions
- Actuellement: modifications par ajout, à la surface de l'objet, d'un matériau sous forme de couches minces présentant des propriétés adéquates pour obtenir l'interaction souhaitée
- Technologies plasmas = procédés verts (aucun solvants, rejets très faibles et non toxiques)

Traitements de surface par voie sèche

Moyens techniques et compétences

- Plasma atmosphérique
 - Fonctionnalisation, préparation (contrôle de l'énergie de surface)
 - Dépôt de couches organométalliques (SiOx, SiCOx)
 - Métallisation des polymères
- Plasma sous-vide
 - Dépôt de couches hautes qualités pour application tribologique.
 - Dépôt de couches décorative et optique
- Implantation ionique
 - Modification de la tribologie des surfaces sans dépôts (dureté, anti-friction, résistance à l'usure) des métaux, polymères et céramiques

Moyens d'analyses

- Analyses chimiques (XPS, SIMS, ICP), microscopie et imagerie (SEM, SEM-FEG, TEM, DRX, XRF), tribologie

Technologies de fabrication alternatives

Technologies additives, soustractives et hybrides

- Opérateurs: CRIBC et UVHC-LMCPA
- Objectif : mise en forme d'objets céramiques de géométrie complexe par des procédés innovants ou exotiques (fabrication additive ou hybride)
- Exemples :
 - Implants céramiques biocompatibles,
 - Dentisterie (prothèses),
 - Pièces d'horlogerie et de joaillerie,
 - ...
- Les technologies additives et hybrides offrent des avantages significatifs par rapport aux approches conventionnelles (liberté de design, complexité géométrique ...).
- Elles exploitent de manière rationnelle les matières premières et permettent leur recyclage.

Technologies de fabrication alternatives

Moyens techniques et compétences

- Usinage hybride soustractif (Fraisage + Laser)
 - Prototypage rapide de pièces techniques céramiques (alumine, zircone, WC/Co...) par usinage en cru 5 axes
- Fabrication additive directe :
 - Réalisation de moules de fonderie en alumine
 - Fusion sélective par laser (SLM)
- Fabrication additive indirecte :
 - Mise en forme d'objets 3D en céramique technique
 - Impression 3D hybride (Binder Jetting & reprise laser)
 - Robocasting hybride (Extrusion & reprise mécanique)
 - Stéréolithographie

Moyens d'analyses

- Analyses chimiques (ICP, XRF), rugosimétrie sans contact, imagerie (SEM, confocale...), ...

Technologies de frittage assisté par champ électrique/magnétique

- Opérateurs: CRIBC et UVHC-LMCPA
- Objectif: Benchmark des technologies de frittage assisté par champ électrique (SPS / flash) ou magnétique (micro-ondes)
- Technologies dont les avantages sont reconnus mais qui présentent certaines limitations (non-rédhibitoires)
- Exemples :
 - Cycles thermiques plus courts et températures plus faibles (effets positifs sur microstructure et propriétés finales des matériaux)
Mais apparition de gradients thermiques
 - Applicables à bon nombre de matériaux (isolants / conducteurs)
 - Densification de pièces de formes complexes
 - Matériaux transparents
 - Modélisation du frittage

Moyens techniques et compétences

- Frittage SPS / FAST
 - Frittage rapide par pressage uniaxial et chauffage par effet Joule
 - Matériaux céramiques, métalliques ou composites (conducteurs ou isolants)
- Frittage flash (en développement)
 - Frittage rapide (instantané) sous l'effet d'un champ électrique important
 - Frittage sans charge de matériaux céramiques
- Frittage micro-ondes
 - Frittage rapide sous l'effet d'un champ magnétique
 - Frittage de matériaux céramiques ou composites
 - Applicable aux matériaux conducteurs et isolants

Moyens d'analyses

- Analyses chimiques et minéralogiques (XRF, ICP, XRD, EDX), analyses de microstructure et imagerie (MEB-EDX, microscopie), propriétés physiques (élasticité, tests mécaniques, conductivité, dureté, ...), comportement frittage

Programme de la journée

Matinée

- 10:00 – 10:10 Accueil - Mr le Maire de Maubeuge et de la Présidence de l'UVHC
- 10:10 – 10:25 Présentation générale du projet Tech2Fab (Interreg V – FWVL)
Maryse Demuynck - BCRC - Mons
- 10:25 – 10:45 **Evolution technologique du frittage**
Maryse Demuynck - BCRC - Mons
- 10:45 – 11:05 **Frittage par micro-ondes**
Anthony Thuault - LMCPA – Maubeuge
- 11:05 – 11:35 **Field Assisted Sintering Techniques – SPS et frittage flash**
Jean-Pierre Erauw - BCRC – Mons
- 11:35 – 11:55 **Développement des applications industrielles du chauffage par micro-ondes**
Etienne Savary – Innovonde
- 12:25 – 14:00 Déjeuner à la Mairie de Maubeuge (salle Jean Jaurès)

Programme de la journée

Après-midi

- 14:00 – 14:20 Procédés de prototypage appliqués aux céramiques
Fabrice Petit - BCRC - Mons
- 14:20 – 14:40 Stéréolithographie - *Jean-Christophe Hornez - LMCPA - Maubeuge*
- 14:40 – 15:00 Fabrication hybride - *Enrique Juste - BCRC – Mons*
- 15:00 – 15:20 Frittage sélectif par laser (SLS) – Fusion sélective par laser (SLM)
Geoffroy Bister – BCRC - Mons
- 15:20 – 15:40 Fabrication additive de substituts osseux
Grégory Nolens - Cerhum - Liège
- 15:40 – 15:50 Pôle de compétitivité Matikem / Procédé innovant M.O.L.I.N.A
Frédéric Merle - Matikem
- 15:50 – 16:00 Faciliter la mise en réseau des acteurs de la fabrication additive
David Ferron - Club Impression 3D et fabrication additive Hauts-de-France
- 16:00 – 16:20 FabLab : Just Make It !
Anthonin Demarbaix - Faculté Polytechnique de Mons

Programme de la journée

Fin de journée (visites sur inscription)

- 16:50 – 17:50 Plateformes frittage par micro-ondes et impression 3D (stéréolithographie)

LMCPA - Pôle Universitaire de Maubeuge

Boulevard Charles de Gaulle, 59600 Maubeuge - France

OU

- 17:20 – 18:20 Plateformes frittage SPS et mise en forme additive (SLS, SLM) et hybride

BCRC - 4, avenue du Gouverneur Cornez, 7000 Mons - Belgique

Dates à retenir – Ateliers de démonstration (infos à suivre)

- Jeudi 28/09 – UD1 – CRITT-MDTS
- Jeudi 19/10 – UD3 – UVHC
- Jeudi 16/11 – UD2 – CRIBC

Pour plus d'informations sur le projet
TECH2FAB ou sur nos UD, visitez:
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



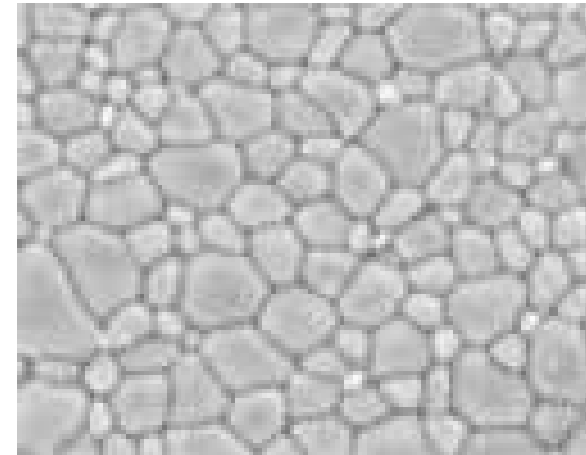
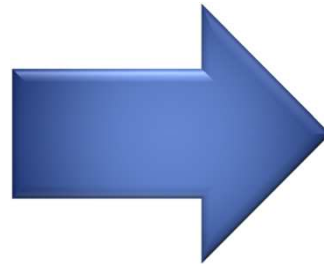
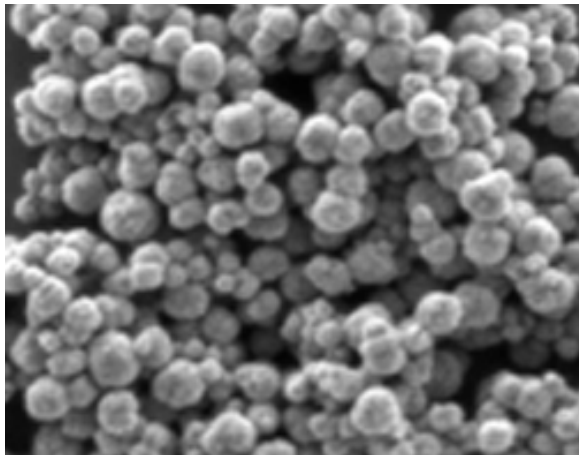
« Evolution technologique du frittage »

Maryse DEMUYNCK - CRIBC, Mons (Belgique)



Frittage ?

- passage d'un compact pulvérulent à un matériau cohérent sous l'action de la chaleur.
- Processus de densification (élimination de la porosité initiale)



- Processus thermique à une température inférieure à la température de fusion (si fusion : fusion très localisée → maintien cohérence de la pièce)
- Processus conservant (idéalement) la forme de l'objet mais s'accompagnant (en général) d'une modification des dimensions

Frittage naturel

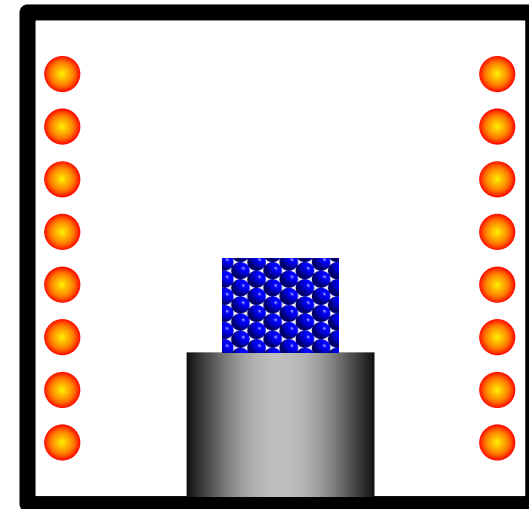
La pièce à densifier / à fritter est placée dans un four « conventionnel »

Avantages

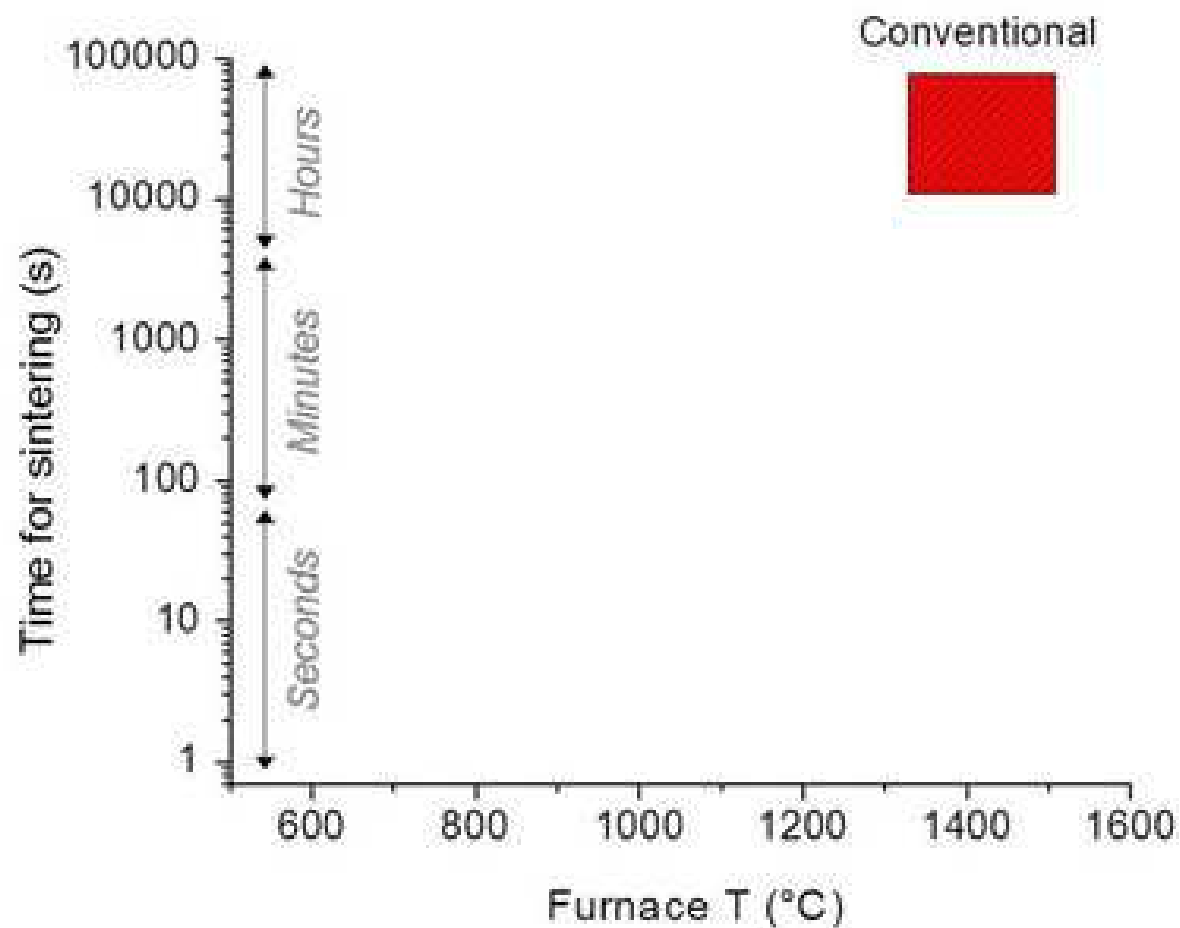
- Procédé économique
- Procédé batch ou continu (fours tunnels)
- Atmosphère contrôlée ou non
- Pièces simples et complexes

Inconvénients

- Relativement long (plusieurs heures)
- Porosité résiduelle possible
- Efficacité (très) limitée pour certains matériaux

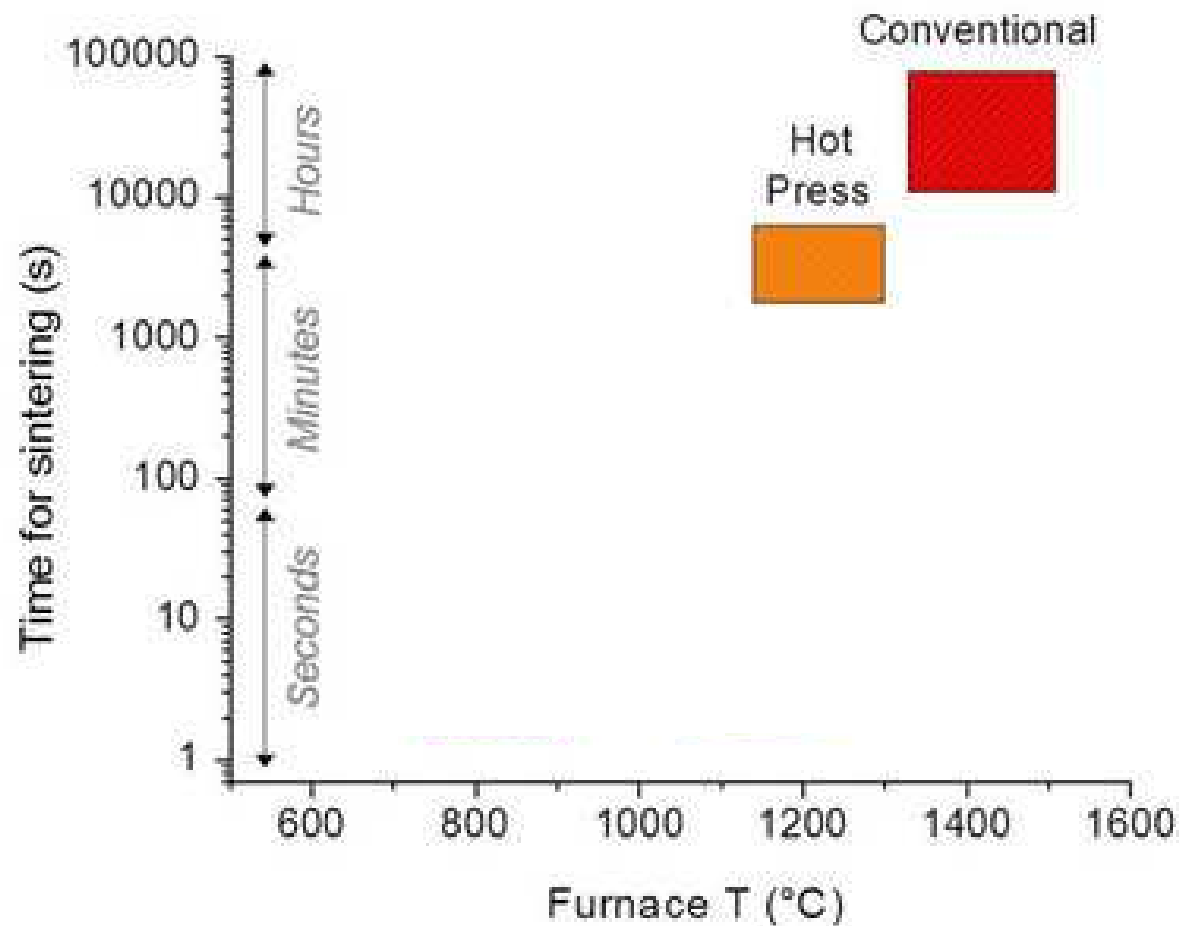


Frittage naturel



Frittage assisté mécaniquement

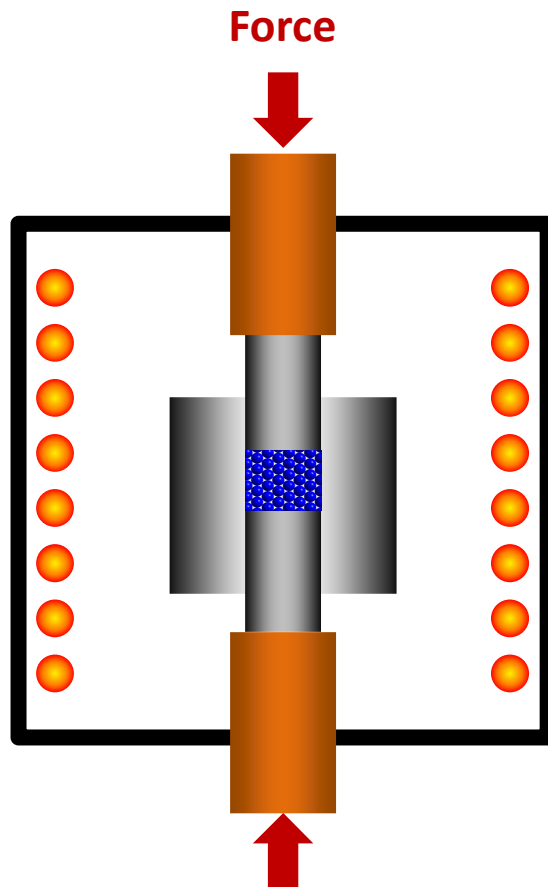
Gain d'énergie via application d'une charge



Frittage assisté mécaniquement

En pratique: l'application d'une contrainte peut se faire

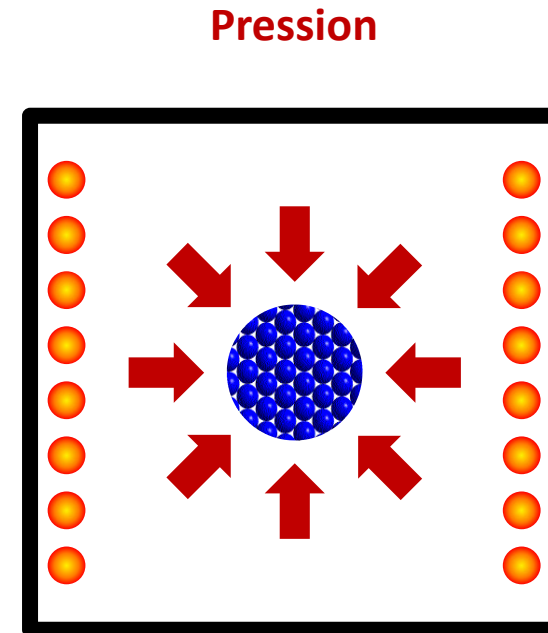
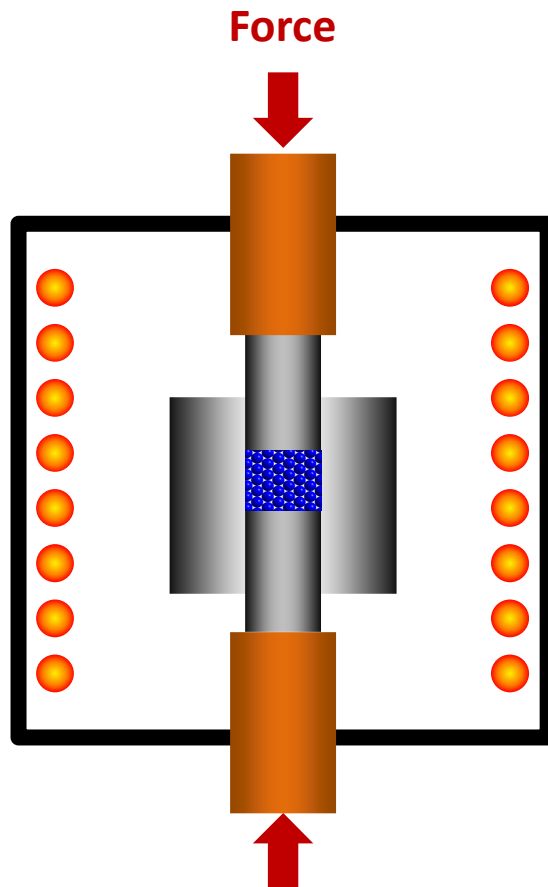
- Uniaxialement
→ Presse à chaud (HP)



Frittage assisté mécaniquement

En pratique: l'application d'une contrainte peut se faire

- Uniaxialement
→ Presse à chaud (HP)
- Isostatiquement
→ Presse isostatique à chaud (HIP)



Frittage assisté mécaniquement

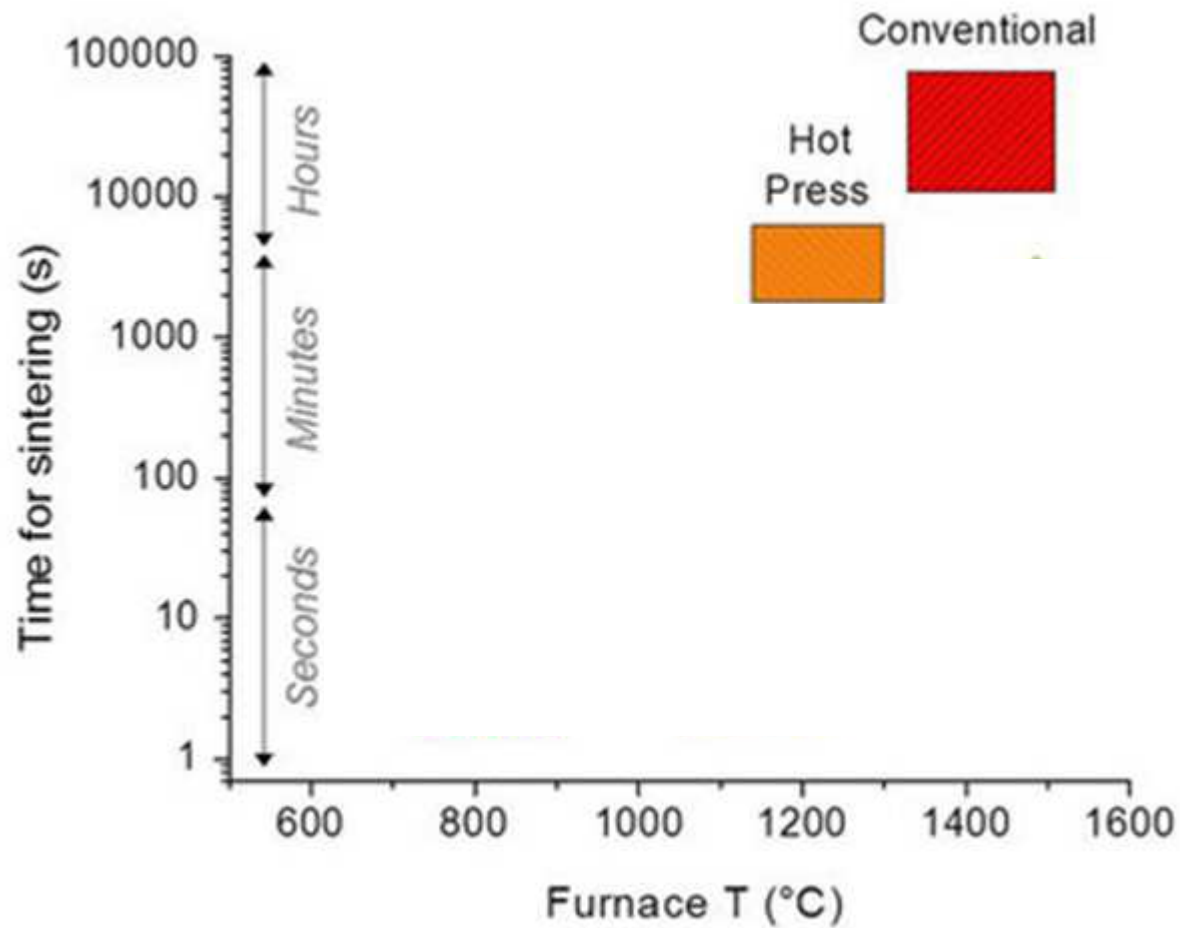
Avantages

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

Inconvénients

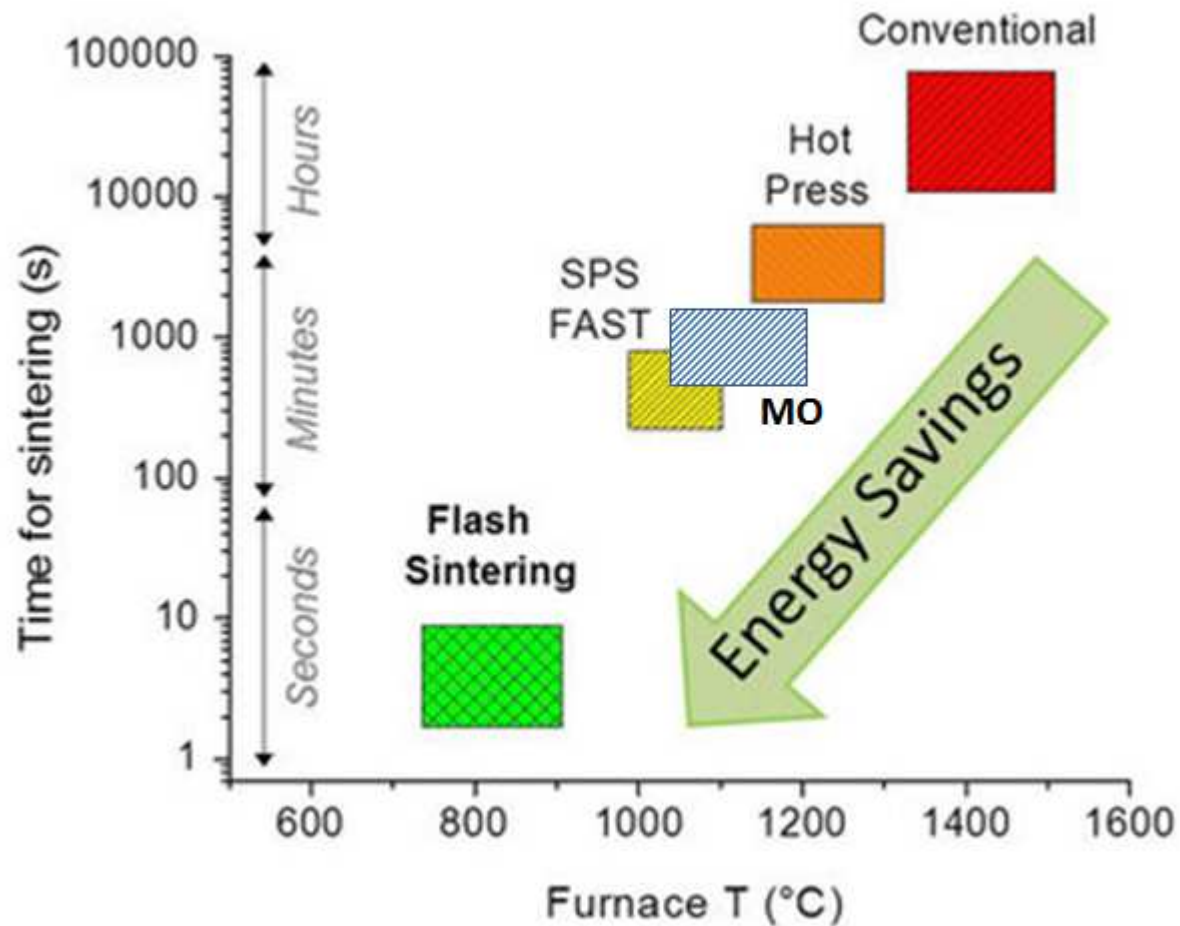
- Procédés batch
- Limitations géométriques (HP)
- Etapes complémentaires (encapsulation dans le cas du HIP)

Frittage assisté mécaniquement



Frittage assisté par effet de champ

Modification du mode de chauffe



Frittage assisté par effet de champ

Utilisation d'un courant électrique

Materials Science and Engineering R 63 (2009) 127–287



Contents lists available at ScienceDirect

Materials Science and Engineering R

journal homepage: www.elsevier.com/locate/mser



Consolidation/synthesis of materials by electric current activated/assisted sintering

Roberto Orrù^{a,b}, Roberta Licheri^{a,b}, Antonio Mario Locci^{a,b}, Alberto Cincotti^{a,b}, Giacomo Cao^{a,b,c,*}

^a Dipartimento di Ingegneria Chimica e Materiali, Unità di Ricerca del Consorzio Interuniversitario per la Scienza e Tecnologia dei Materiali (INSTM), Università degli Studi di Cagliari, Piazza d'Armi, 09123 Cagliari, Italy

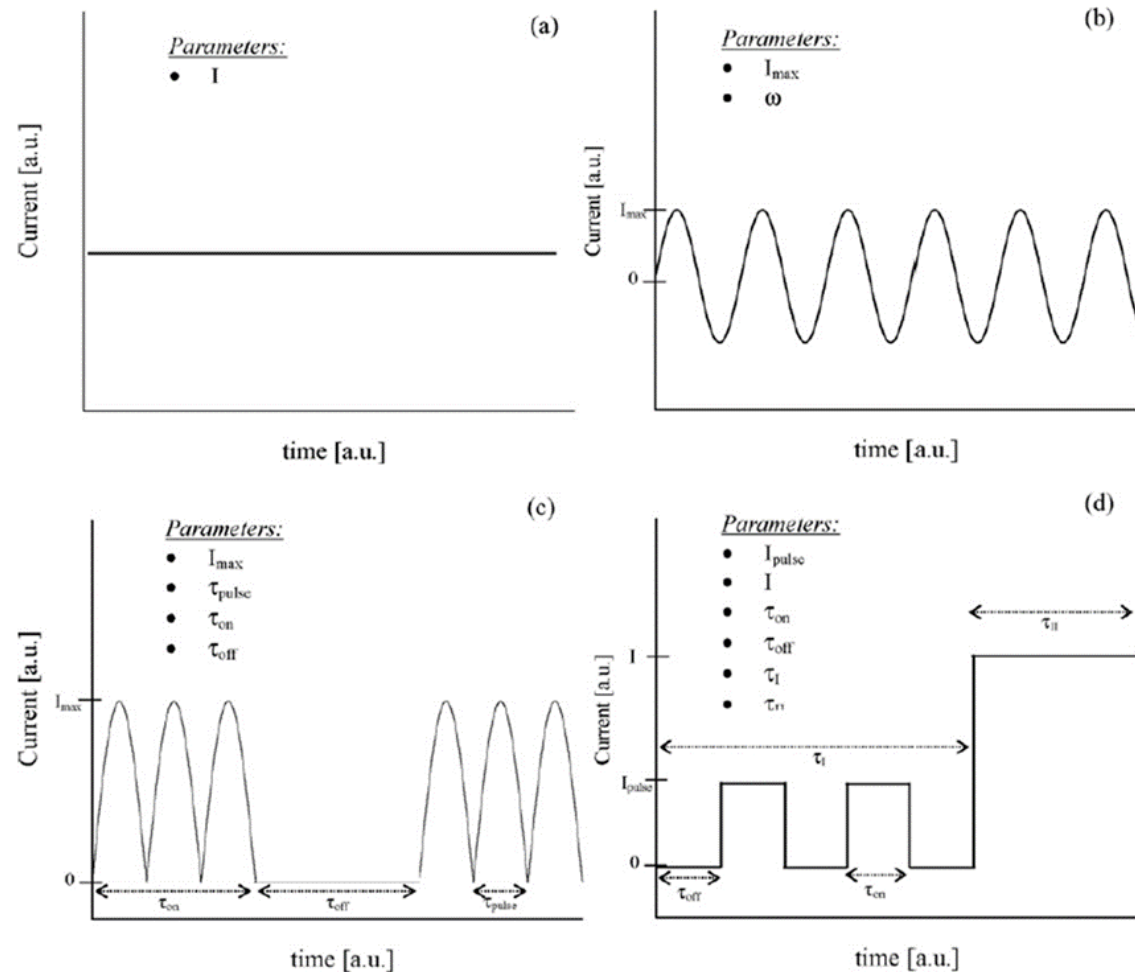
^b Unità di Ricerca del Consorzio Nazionale delle Ricerche (CNR) – Dipartimento di Energia e Trasporti, Università degli Studi di Cagliari, Piazza d'Armi, 09123 Cagliari, Italy

^c CRS4, Parco Scientifico e Tecnologico, POLARIS, Edificio 1, 09010 Pula (CA), Italy

Frittage assisté par effet de champ

Utilisation d'un courant électrique

- Différents types de courants (continu, alternatif, pulsé, C° pulsé + C°, ...)



Frittage assisté par effet de champ

Utilisation d'un courant électrique

- Différents types de courants (continu, alternatif, pulsé, C° pulsé + C°,...)
- Parfois noms différents pour même type de courant et même équipement
- Parfois noms identiques pour type de courant et équipement différents
- Terme « plasma » !

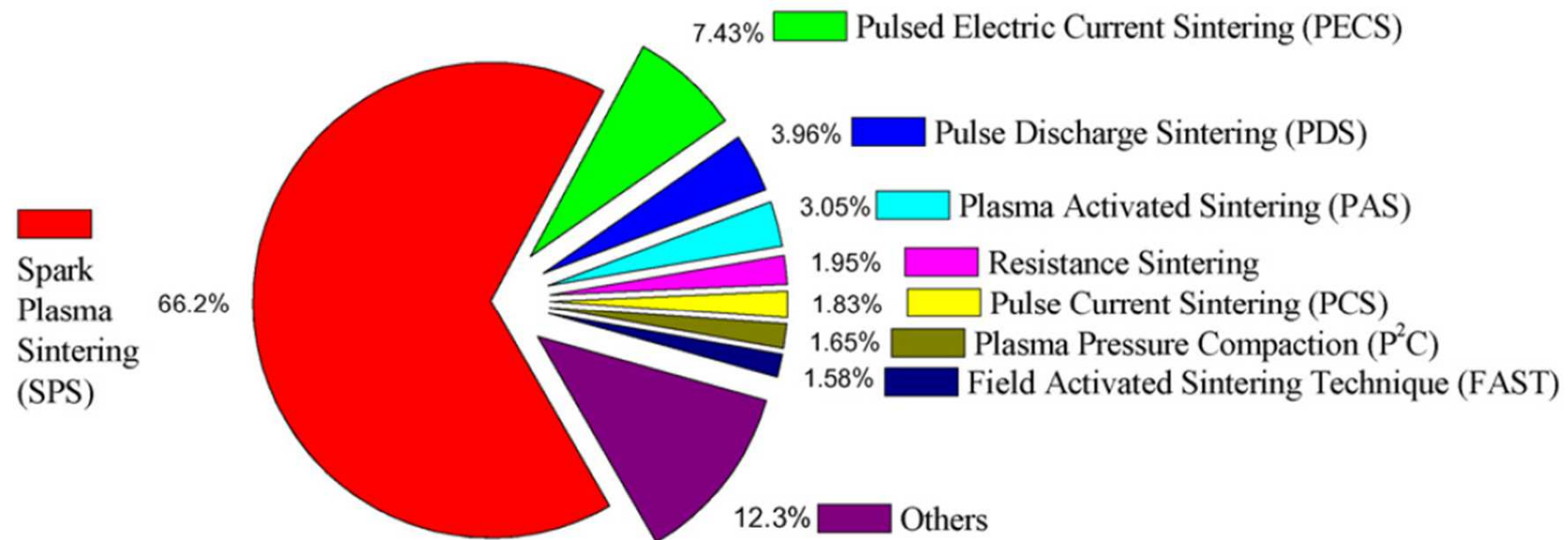


Fig. 12. RS processes designation.

Frittage assisté par effet de champ

Utilisation d'un courant électrique

- Différents types de courants (continu, alternatif, pulsé, C° pulsé + C°,...)
- Parfois noms différents pour même type de courant et même équipement
- Parfois noms identiques pour type de courant et équipement différents
- Terme « plasma »!

Utilisation d'un champ magnétique

- Echantillon soumis à une radiation électromagnétique (1-300GHz)
- Mise en mouvement des charges mobiles dans l'échantillon (dipôles, ions)
- Aspects positifs: bon rendement énergétique, chauffe rapide, ...
- Aspects plus limitants: emballement thermique, hétérogénéités,...

Frittage assisté par effet de champ

Avantages reconnus

- Vitesses de chauffe et de refroidissement élevées → cycles très courts
- Vitesses de densification élevées à des T de frittage plus faibles
- Microstructures plus fines
- Performances accrues des matériaux produits
- Applicable à bon nombre de matériaux

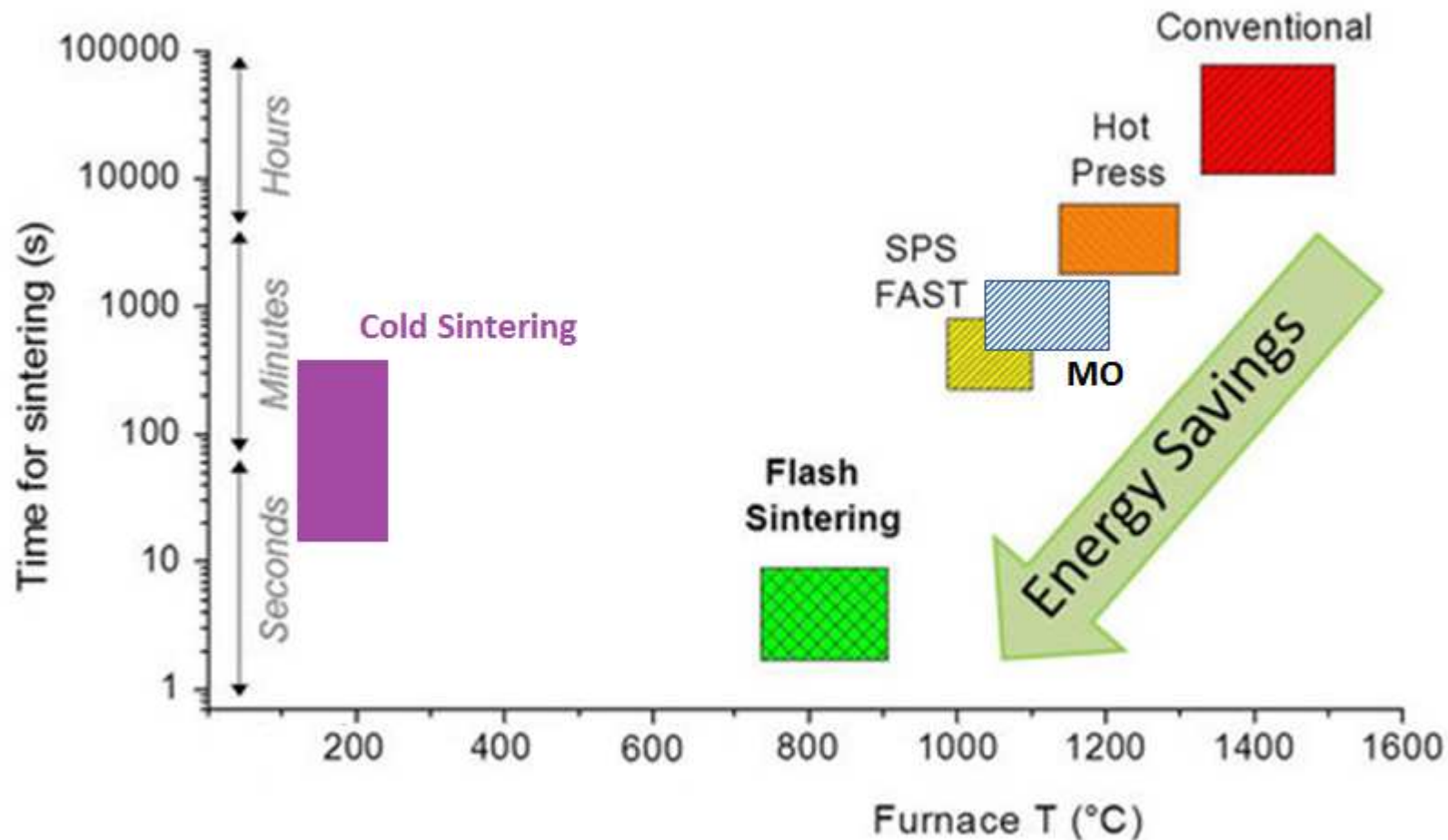
Inconvénients / limitations reconnus

- Existence de gradients thermiques (→ Hétérogénéités, limitation dimensions)
- Limitation à des pièces de géométrie simple
- Multiplicité de facteurs/paramètres
 - Compréhension limitée des mécanismes
 - Contrôle non trivial du processus
- Productivité limitée (procédé batch)

Evolution possible

Prochaine étape: Cold sintering ? *(Développement PennState University)*

- Densification entre 100°C et 250°C
- Permet le co-frittage de matériaux céramiques et thermoplastiques



Equipements UD3 - frittage

Etapes préalables au frittage

- Dilatométrie par contact
- Dilatométrie optique
- Fours de déliantage

Equipements UD3 - frittage

Etapes préalables au frittage

- Dilatométrie par contact
- Dilatométrie optique
- Fours de déliantage
 - dont four Carbolite Gero GLO/11-1G (CRIBC)
 - Déliantage et préfrittage
 - Sous vide → 750°C
 - Sous air, Ar, N₂ et H₂ → 1100°C
 - Vol. 27 litres
 - 1 - 600°C/h



Equipements UD3 - frittage

Etapes préalables au frittage

- Dilatométrie par contact
- Dilatométrie optique
- Fours de déliantage

Fours de frittage conventionnel

- Fours de frittage conventionnel (CRIBC / UVHC)

Equipements UD3 - frittage

Etapes préalables au frittage

- Dilatométrie par contact
- Dilatométrie optique
- Fours de déliantage

Fours de frittage conventionnel

- Fours de frittage conventionnel (CRIBC / UVHC)
 - dont four Nabertherm (CRIBC)
 - Modèle SVHT 09/20-W –H
 - Sous vide, Ar, N₂ ou H₂ (CRIBC) → 2000°C
 - Volume 9 litres



Equipements UD3 - frittage

Etapes préalables au frittage

- Dilatométrie par contact
- Dilatométrie optique
- Fours de déliantage

Fours de frittage conventionnel

- Fours de frittage conventionnel (CRIBC / UVHC)

Fours de frittage assisté mécaniquement

- Pressage uniaxial à chaud
- Pressage isostatique à chaud



Equipements UD3 - frittage

Frittage assisté par champ électrique

- Frittage SPS / FAST (CRIBC)
 - Equipement FCT - HHPD125
 - Acquis dans le cadre du projet FEDER - EQUIDER
- Frittage flash (CRIBC)
 - En développement
 - Projet FEDER IMAWA-FlashSint

Cf. Exposé JP.Erauw (BCRC)
**« Field Assisted Sintering Techniques –
SPS et frittage flash »**

Frittage assisté par champ magnétique

- Frittage micro-ondes (UVHC)
 - Equipement Sairem
 - Four à micro-ondes monomode
2,45 GHz
 - Acquis sur fonds propres

Cf. Exposé A.Thuault (UVHC-LMCPA)
« Frittage par micro-ondes »

Merci pour votre attention

Questions?



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



Procédés de fabrication additive appliqués aux céramiques

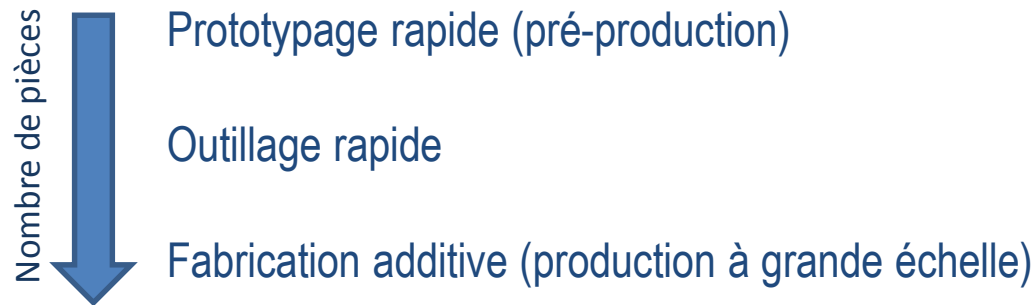
F. Petit – Belgian Ceramic Research Centre
f.petit@bcrc.be

Qu'est-ce que la Fabrication Additive (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).

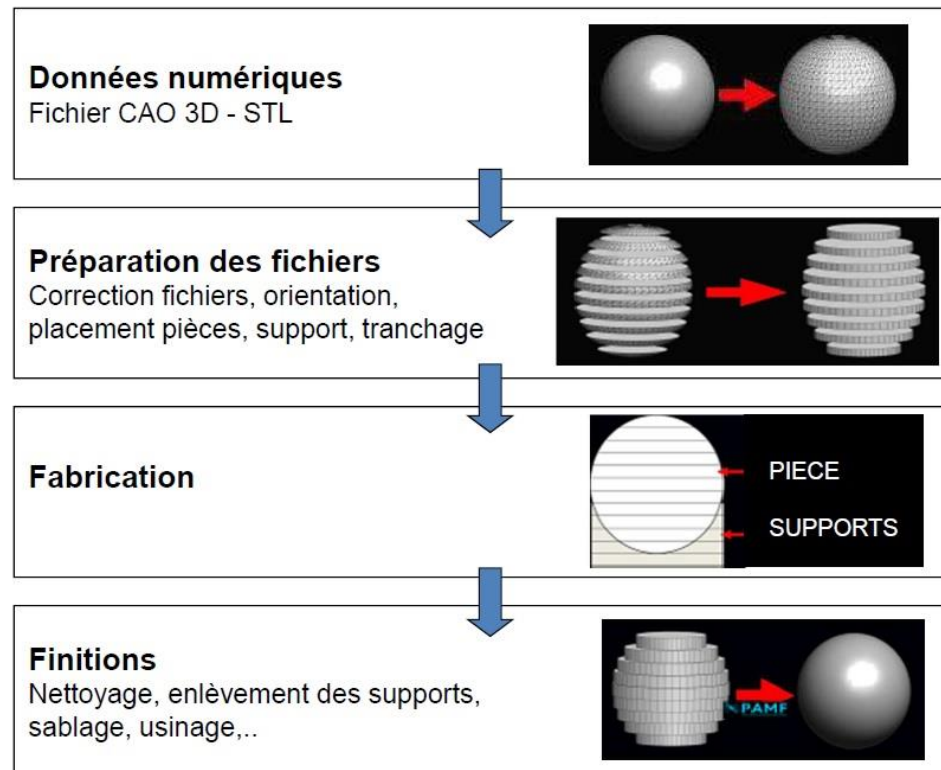
Différentes terminologies pour une même idée :



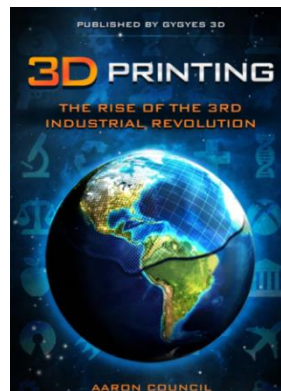
Dénominateurs communs à toutes les technologies AM :

3 entrées indispensables dans tout processus AM : la CAO, la matière première et l'énergie.

- **CAO** : représentation numérique de l'objet à fabriquer
- **Matière première** : sous forme de liquide, poudre, feuildard ou film
- **Energie** pour la mise en forme : laser, lumière UV ou IR, source de chaleur ... stimulant différents phénomènes physiques & chimiques.



Intérêt considérable du monde Industriel pour la fabrication additive !



- Réduction des coûts
- Temps réduit de mise sur le marché
- Personnalisation des articles
- Absence de limitations géométriques
- Utilisation rationnelle des matières premières
- Absence d'usure d'outil
- Fabrication directe aux cotes.

Les procédés additifs pour les métaux et les polymères sont globalement murs.

Qu'en est-il des céramiques ?

2 grandes familles (ASTM 17296)

Procédés « Directs »

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

Procédés « indirects »

Définition :

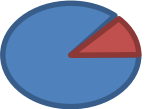
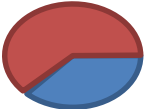
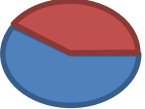
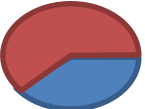
L'objet est mis en forme par technique additive et ses propriétés finales obtenues par frittage (post traitement Thermique).

Moins efficient “a priori” mais plus aisément maîtrisable

Foisonnement d'idées et de technologies MAIS :

Aucune approche n'est actuellement pleinement satisfaisante.

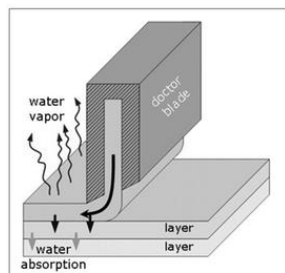
Quelles sont les technologies additives existantes ?

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

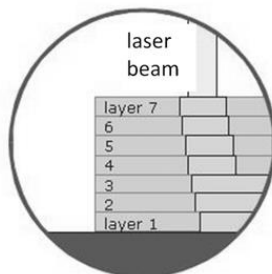


Methode à base de suspensions céramiques (LSD : Layerwise Slurry Deposition)

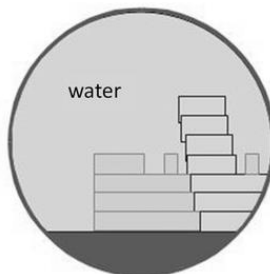
Deposition of layer



Selective Laser Sintering



Cleaning



Principe:

Chaque couche de l'objet est obtenue par coulage en bande d'une suspension chargée en poudre céramique qui est séchée.

La consolidation sélective de la couche est obtenue par traitement laser.

L'objet fabriqué doit subir un traitement thermique complémentaire pour atteindre ses propriétés finales.

Avantages

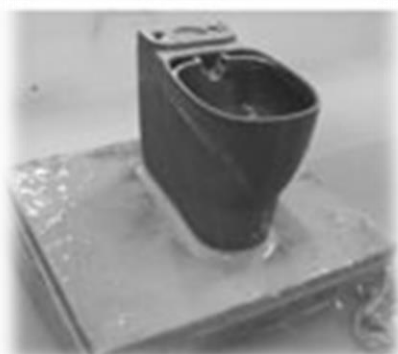
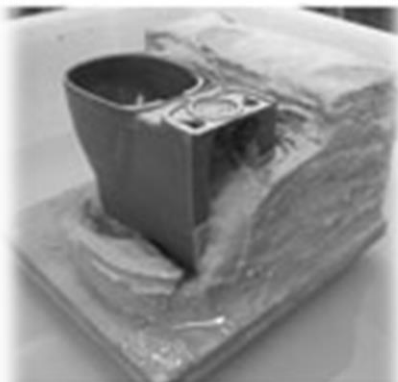
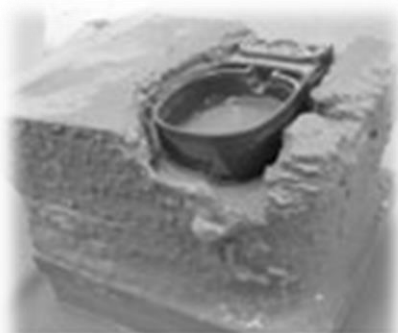
- Bon fini de surface (poudres fines)
- Aucun support de fabrication requis
- Densité des pièces frittées meilleure qu'en binder jetting.
- Compatible toute matière céramique.

Limitations

- Cycle long (temps de séchage des couches prohibitif)
- Pas complètement dense après frittage (+ micro-fissures)



Methode à base de suspensions céramiques (LSD : Layerwise Slurry Deposition)



Porcelaine (densité > 80%)*

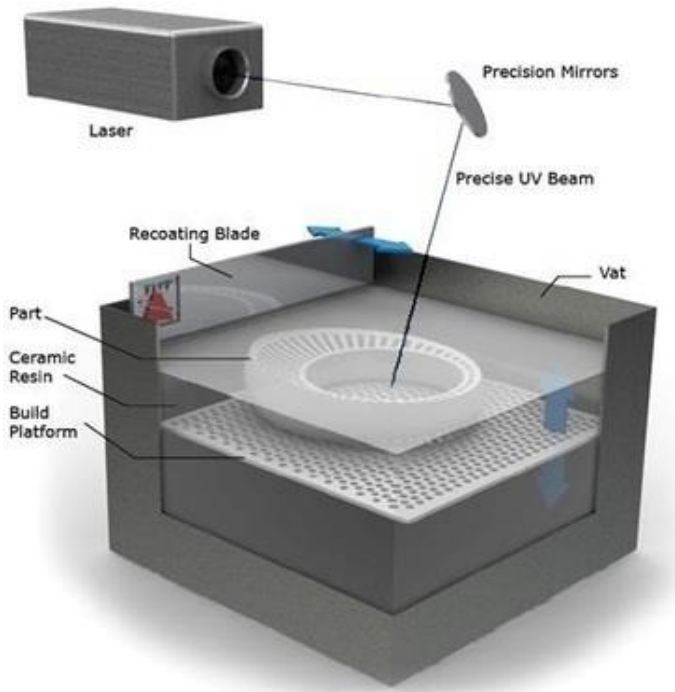


SiO₂ (densité > 95%)*

* Source : "Ceramic Institut Clausthal GmbH"



Methode stéréolithographique (SLA : StereoLithography Apparatus)



Principe:

Chaque couche de l'objet est obtenue par irradiation contrôlée (laser UV ou DLP) d'une résine photopolymérisable chargée de poudre céramique.

L'objet fabriqué doit subir un traitement thermique (déliantage/frittage) pour atteindre ses propriétés finales.

Avantages

- Fini de surface excellent
- Géométries extrêmement complexes
- Convient idéalement pour des architectures "ouvertes"

Limitations

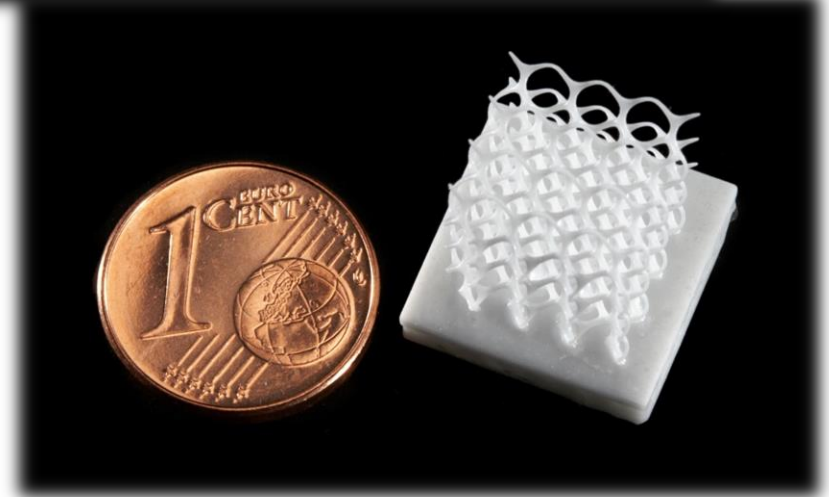
- Difficilement compatible avec nitrures et carbures.
- Déliantage problématique & microfissuration
- Pièces massives (épaisseur > 1cm) difficilement réalisables
- Performances mécaniques parfois < attentes



Methode stéréolithographique (SLA : StereoLithography Apparatus)



Pièces en alumine (Admatec)

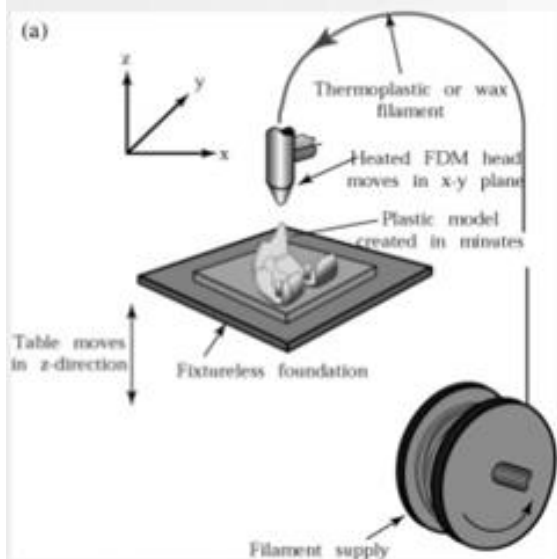


Pièces en alumine (Lithoz)



Methode par impression thermoplastique (FDM : Fused Deposition Modeling)

Fused-Deposition-Modeling



Principe:

Un filament thermoplastique (ou une cire) chargé en céramique alimente une tête d'extrusion à chaud. L'objet est constitué progressivement par l'empilement de cordons d'extrusion.

L'objet fabriqué doit subir un traitement thermique (déliantage/frittage) pour atteindre ses propriétés finales.

Avantages

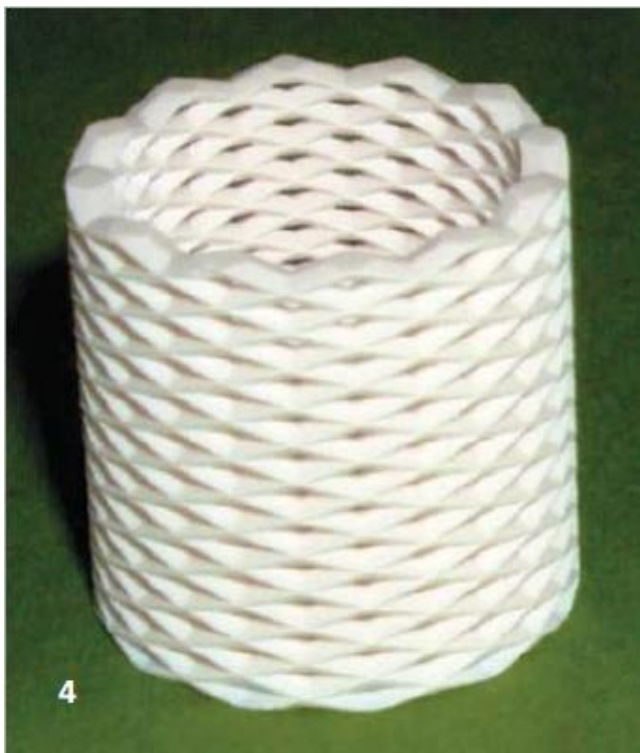
- Compatible toute matière céramique
- Compatible gros objets (> 10 cm)
- Relativement rapide et peu onéreux
- Compatible multi-matières

Limitations

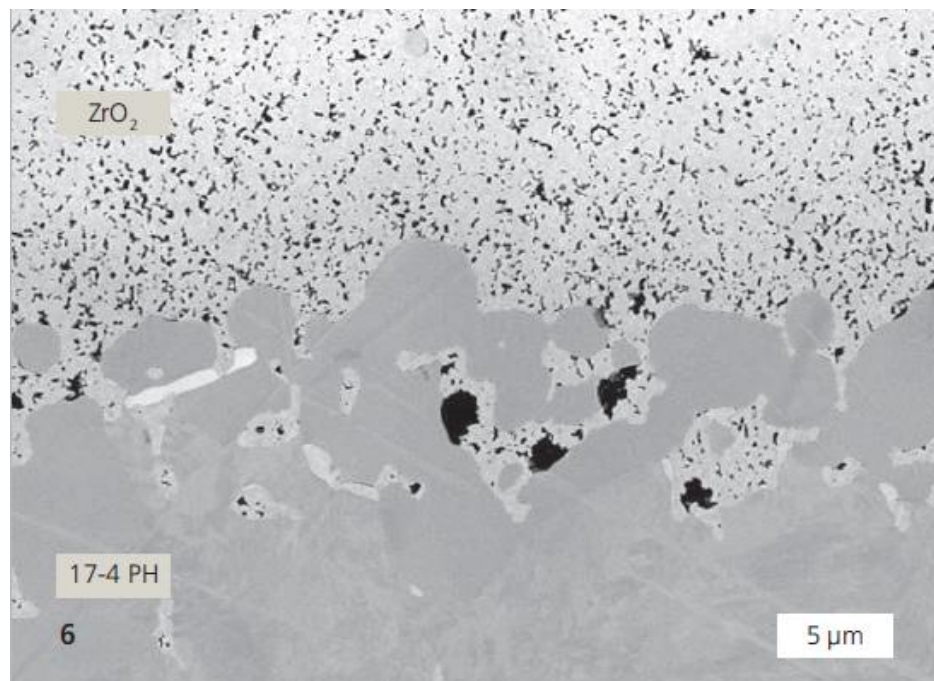
- Pièces poreuses après frittage
- Déformations des pièces
- Supports de fabrication requis (= cicatrices sur les objets)
- Performances mécaniques < attentes



Methode par impression thermoplastique (FDM : Fused Deposition Modeling)



Pièce frittée en zircone*

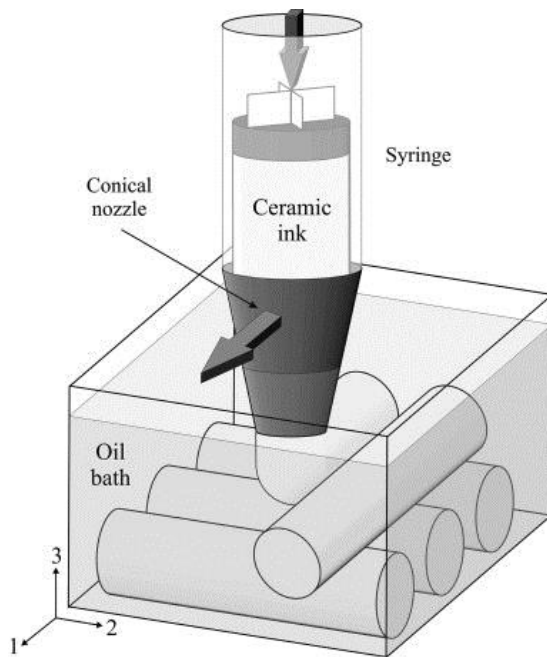


Exemple de matériau à gradient produit par
FDM (bottom : acier inox, top : zircone)*

* Source : Fraunhofer IKTS



Methode par extrusion directe (Robocasting)



Principe:

Une pâte céramique est extrudée au travers un orifice calibré (via un piston, une seringue, une valve de dosage...) pour produire un cordon. L'objet est constitué progressivement par l'empilement de ces cordons de manière analogue au FDM.

L'objet fabriqué doit subir un traitement thermique (déliantage/frittage) pour atteindre ses propriétés finales.

Avantages

- Compatible toute matière céramique
- Relativement rapide et peu onéreux
- Compatible multi-matières
- Pièces relativement denses après frittage
- Bonnes performances mécaniques

Limitations

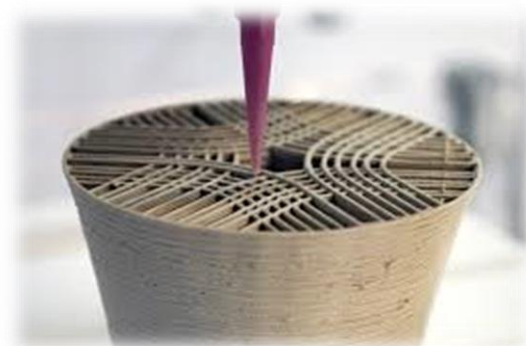
- Etats de surface grossiers
- Possible déformation des pièces
- Supports de fabrication requis (= cicatrices sur les objets)
- Essentiellement utilisée pour la fabrication de scaffolds et de filtres



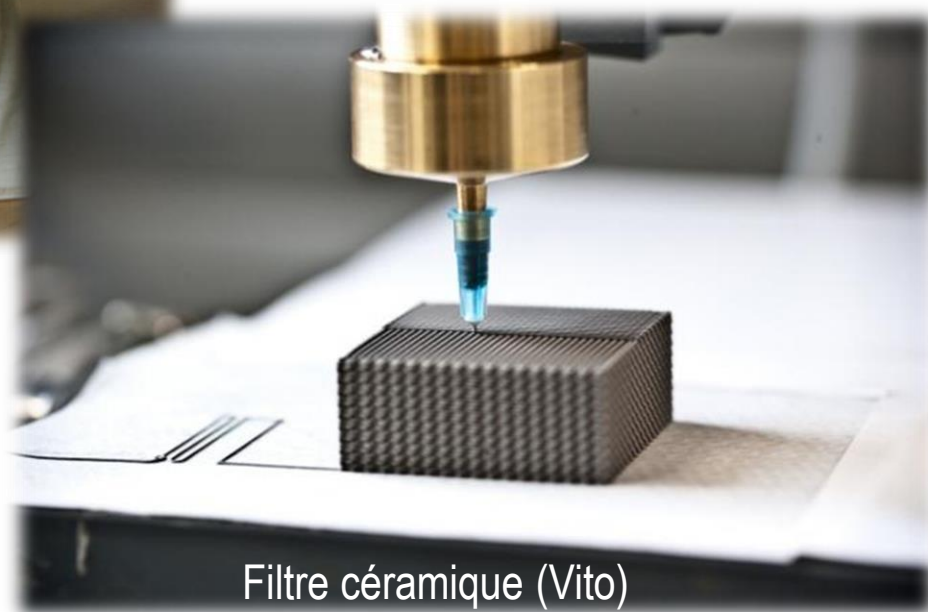
Methode par extrusion directe (Robocasting)



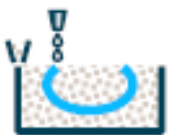
Pièce crue en porcelaine (WASP)



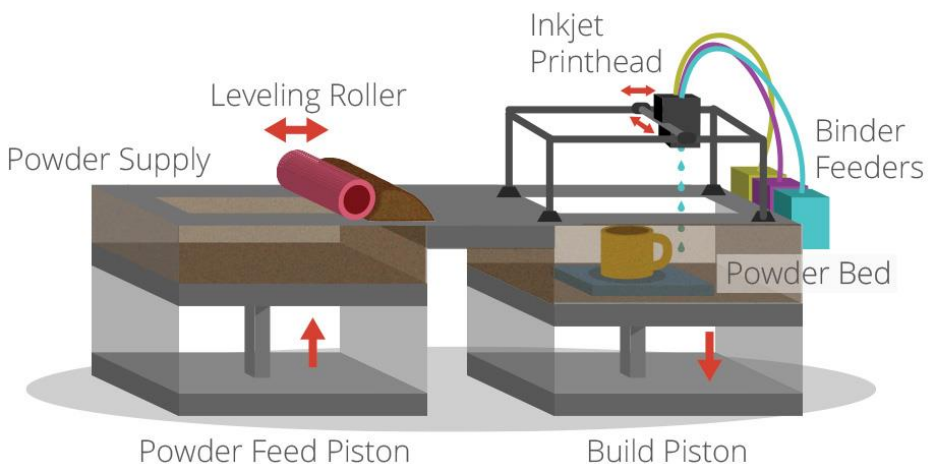
Structure en argile (Unfold)



Filtre céramique (Vito)



Methode par Impression 3D (3DP : 3D printing)



Principe:

Chaque couche de l'objet est obtenue par consolidation sélective d'un lit de poudre grâce à une colle dispensée par un système jet d'encre.

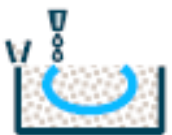
L'objet fabriqué doit subir un traitement thermique (déliantage/frittage) pour atteindre ses propriétés finales.

Avantages

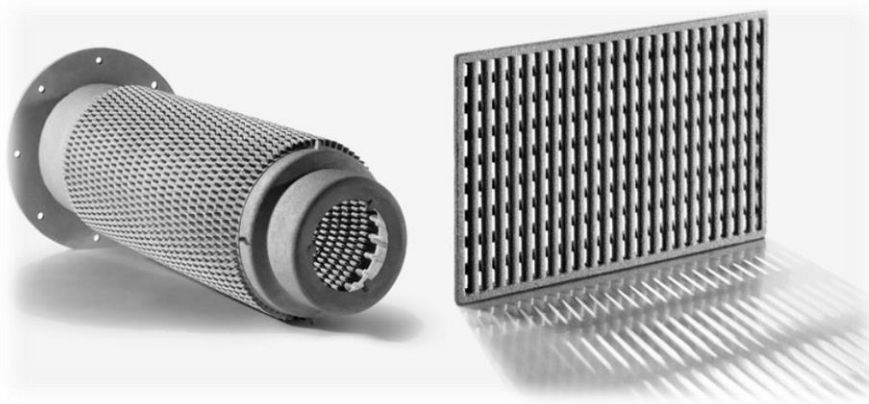
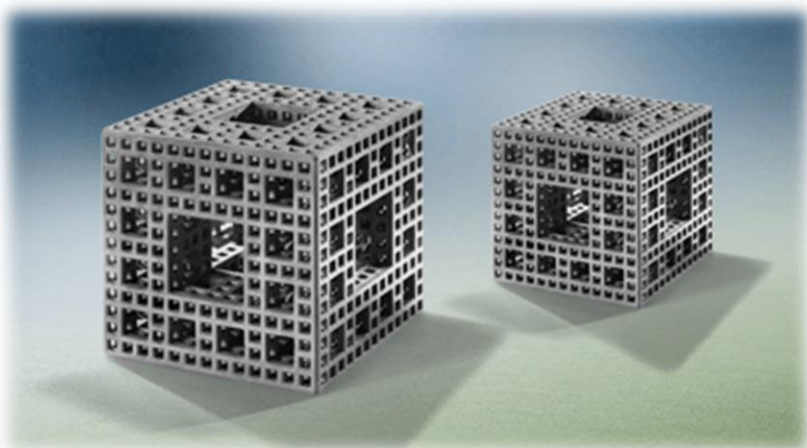
- Très rapide et peu onéreux
- Grandes pièces réalisables (> 1 m)
- Aucun support de fabrication n'est requis
- Compatible toute matière

Limitations

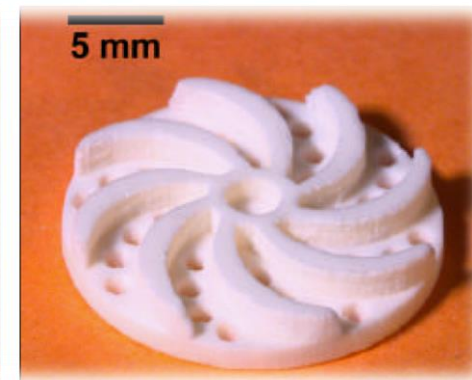
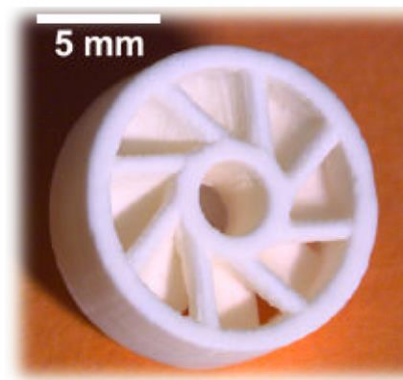
- Etats de surface très grossiers
- Pièces poreuses après traitement thermique
- Supports de fabrication requis (= cicatrices sur les objets)
- Performances mécaniques << attentes.



Methode par Impression 3D (3DP : 3D printing)



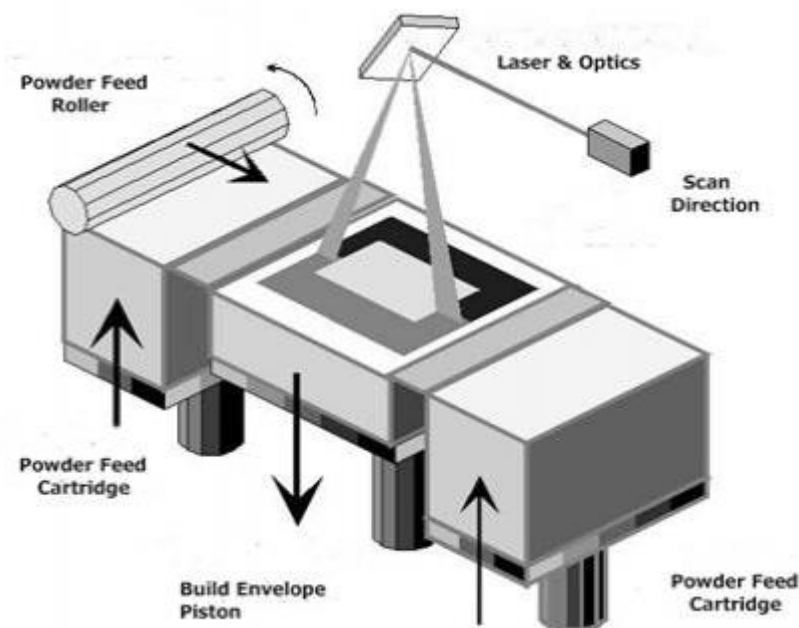
Pièces en RBSiC (Schunck)



Pièces en Alumine (Source : MIT)



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



Principe:

Chaque couche de l'objet est obtenue par consolidation sélective d'un lit de poudre grâce à un laser de puissance qui assure sa fusion.

L'objet fabriqué ne doit théoriquement subir aucun traitement thermique complémentaire pour atteindre ses propriétés finales.

Avantages

- Approche directe
- Plus propre que les approches suspensions & pâtes
- Procédé plus robuste que les approches indirectes (peu de dérives de process)

Limitations

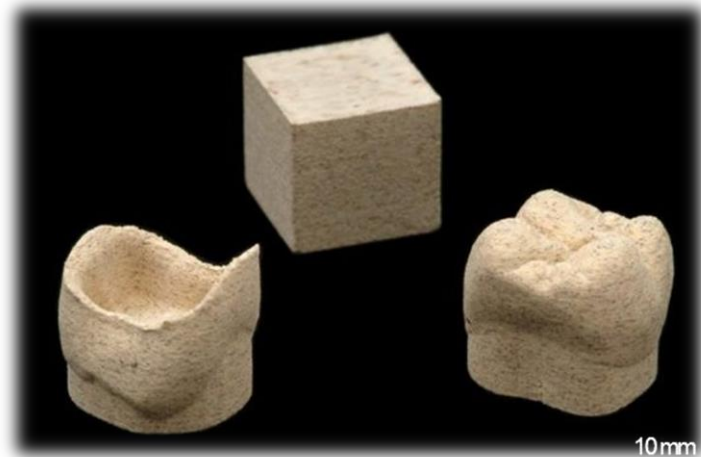
- Technologie onéreuse
- Etats de surface rugueux
- Pièces poreuses et microfissurées après fabrication (choc thermique)
- Supports de fabrication requis
- Performances mécaniques <<< attentes.



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



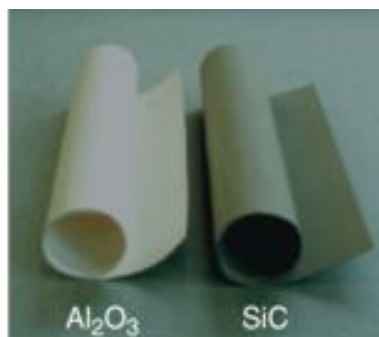
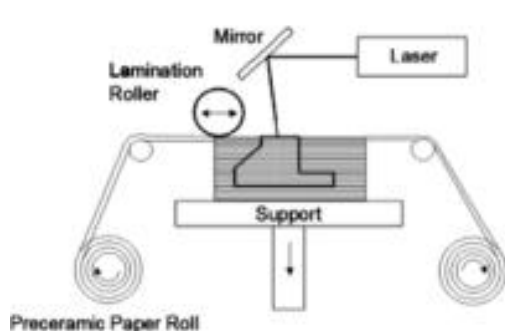
Pièces en Alumine (CRIBC)



Pièces en zircone (Fraunhofer ILT)



Methode par empilement de couche (LOM : Laminated Object Manufacturing)



Principe:

Chaque couche de l'objet est obtenue par consolidation sélective d'un lit de poudre grâce à une colle dispensée par un système jet d'encre.

L'objet fabriqué doit subir un traitement thermique (déliantage/frittage) pour atteindre ses propriétés finales.

Avantages

- Technologie propre
- Bons états de surface
- Pas de limitation de matières
- Investissements limités

Limitations

- Recyclabilité problématique
- Porosité après frittage



Methode par empilement de couche (LOM : Laminated Object Manufacturing)

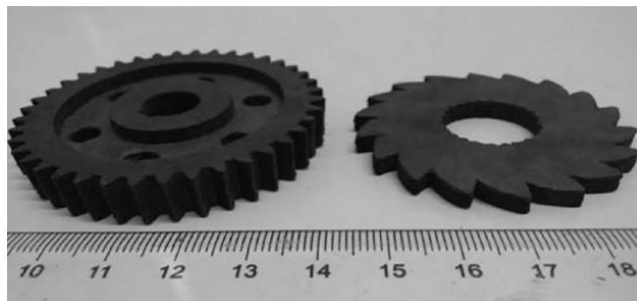
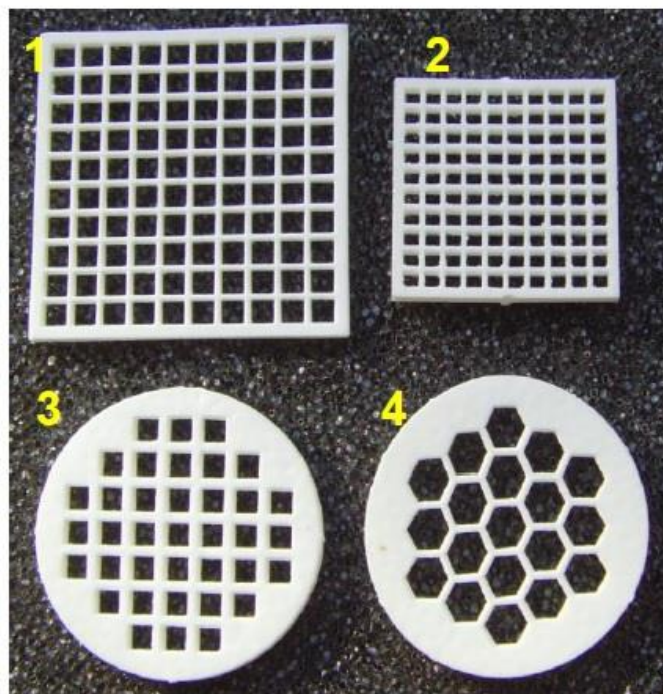


Fig. 11 : The 3-dimensional-shape gear wheels fabricated by means of LOM after heat treatment.



Al_2O_3 test parts

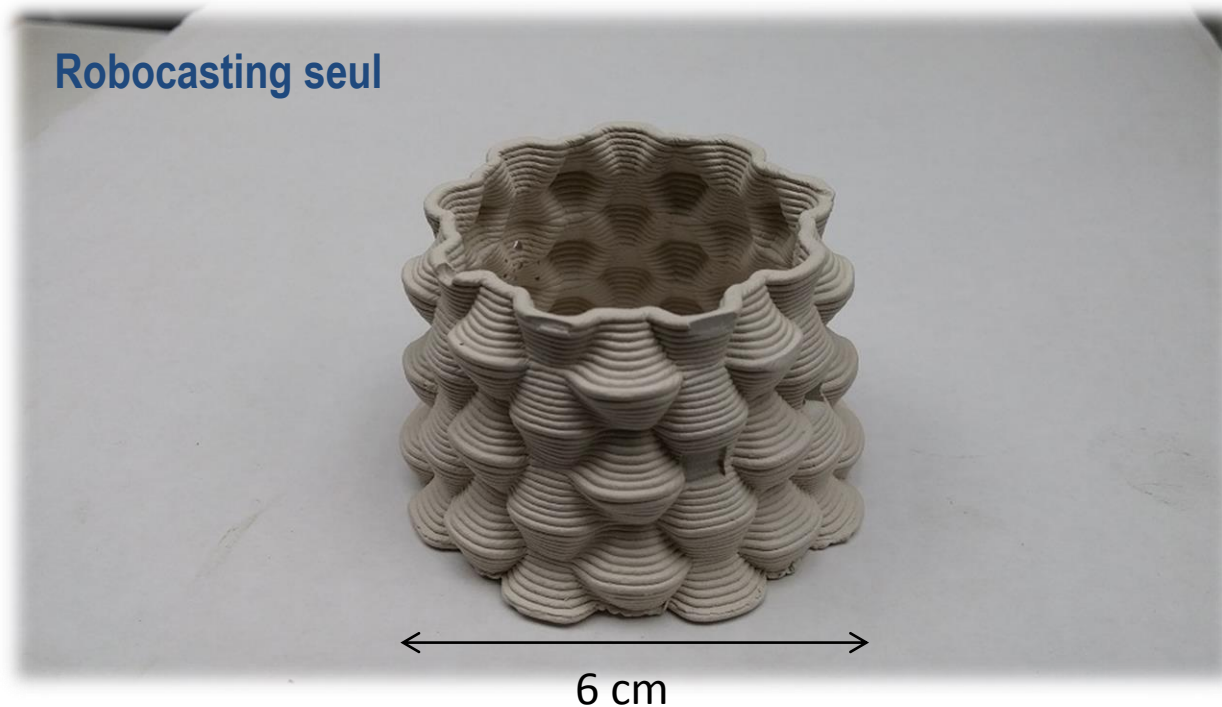


ZTM test part

Methode Hybride – Additif / soustractif

Robocasting + post-usinage

Robocasting seul



Diamètre des cordons extrudés : approx. 1 mm

=

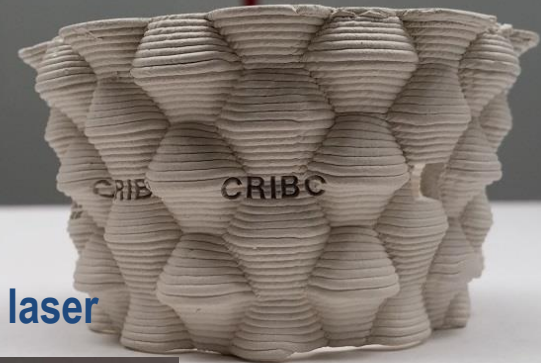
Mise en forme rapide et productive mais résolution très limitée

Methode Hybride – Additif / soustractif

Robocasting + post-usinage



Post-usinage laser



Post-usinage laser



Post-usinage à la fraise

Merci pour votre attention

Questions?

*Belgian Ceramic Research Centre (BCRC)
Avenue Gouverneur Cornez, 4 – B-7000 Mons, BELGIUM
Tel: +32 (0) 65 40 34 34 – Fax: +32 (0) 65 40 34 60
www.bcrc.be*

Techniques innovantes de mise en forme 3D et de frittage des matériaux céramiques

Fabrication hybride

Enrique JUSTE

Belgian Ceramic Research Centre

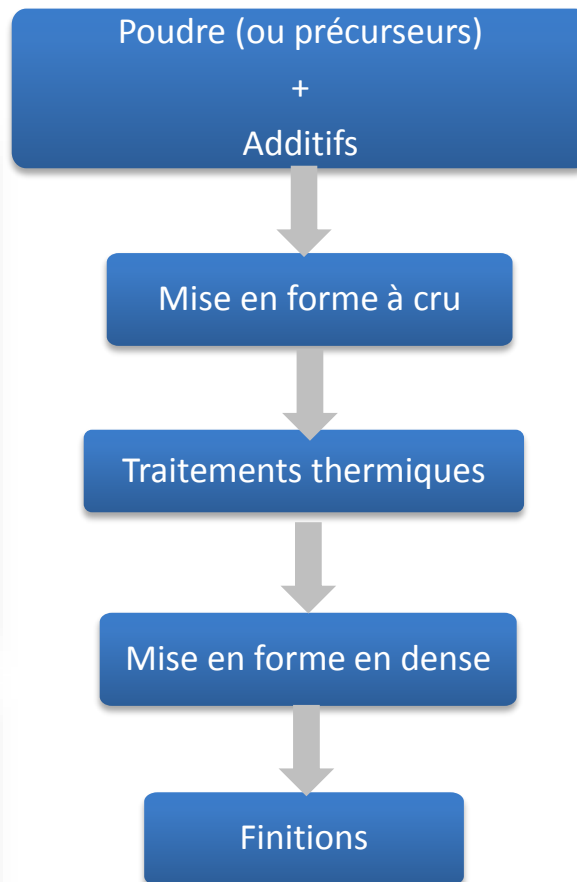
e.juste@bcrc.be

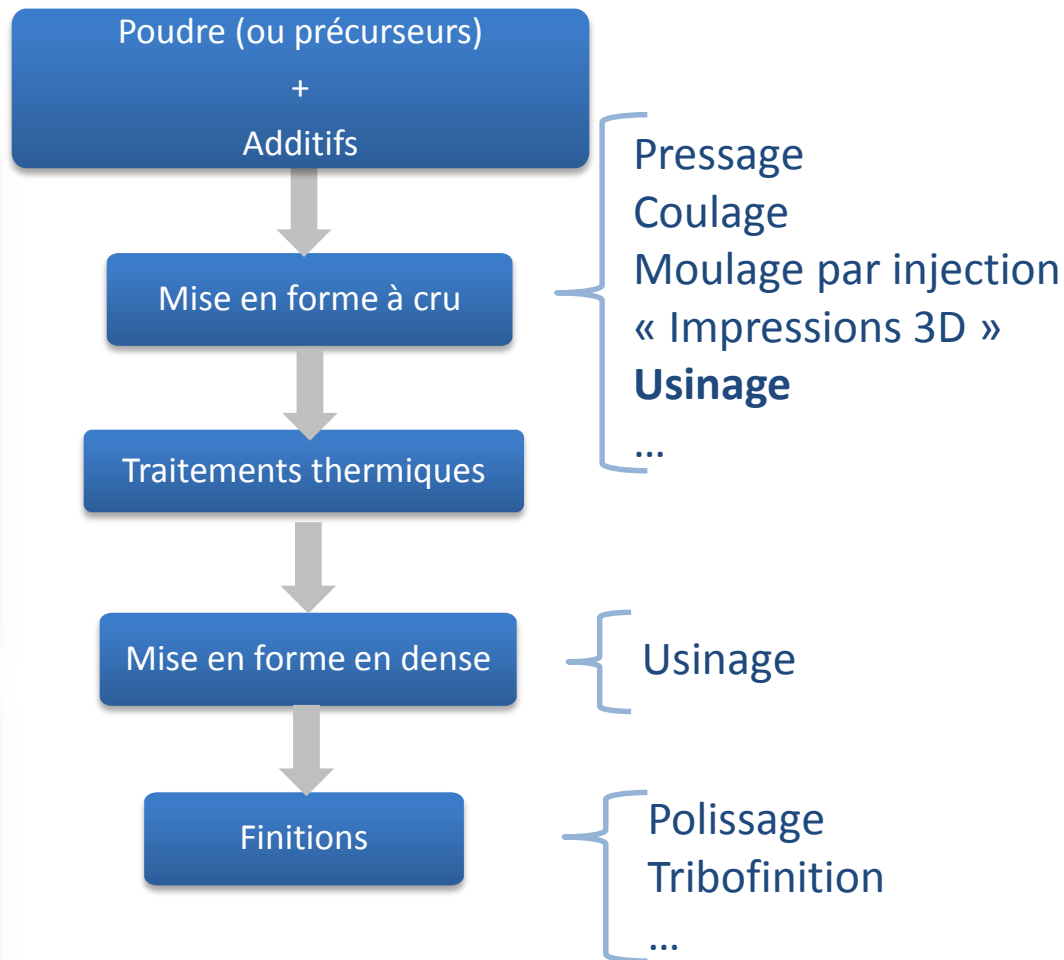
www.bcrc.be

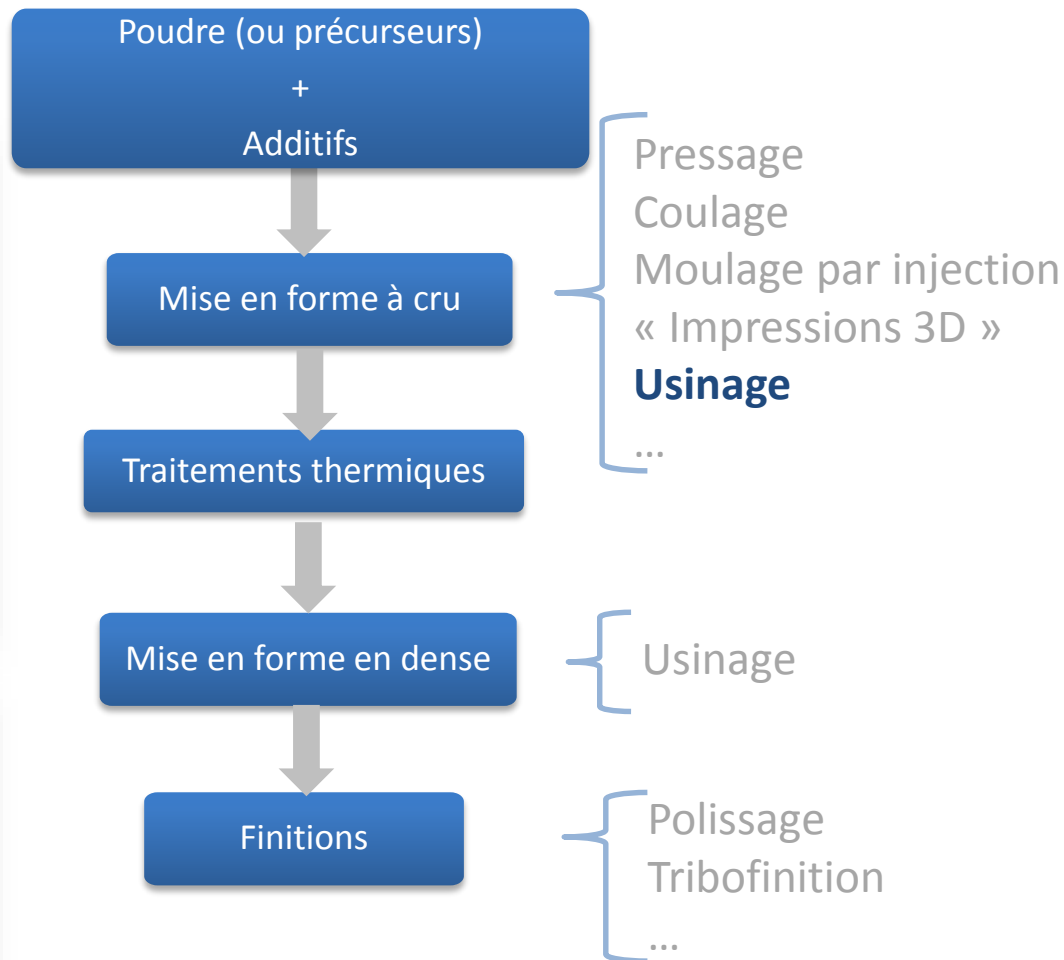


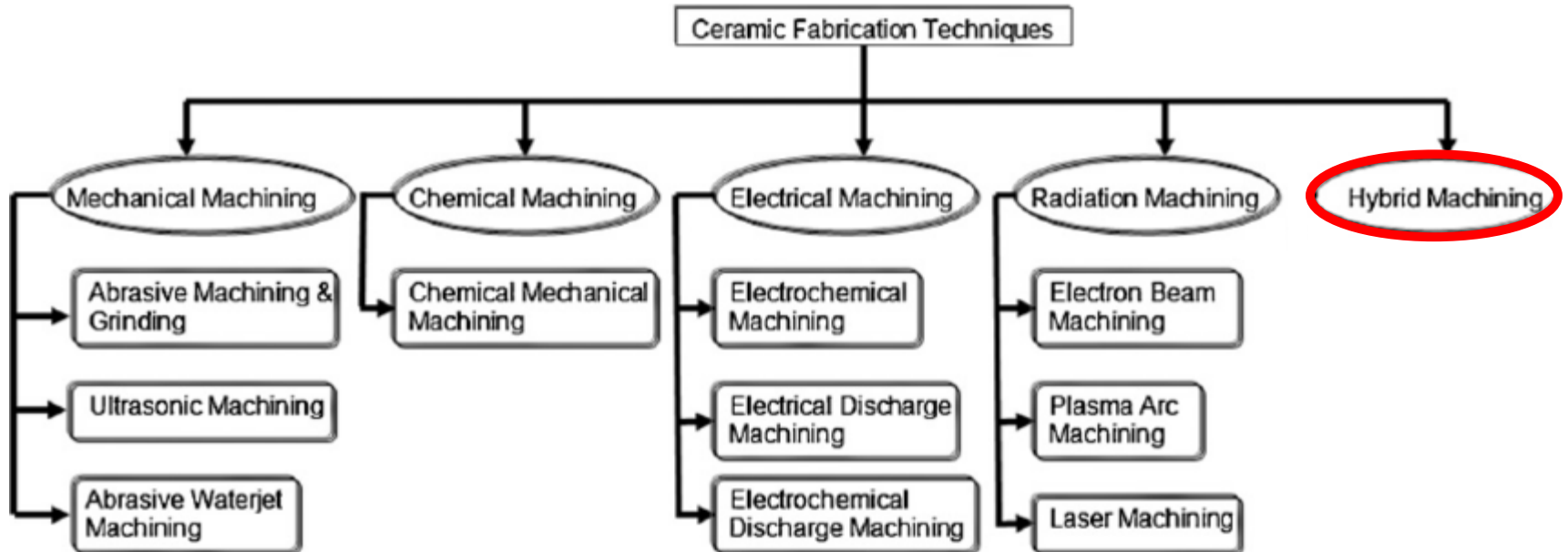


Avantages	Inconvénients
Dureté élevée Réfractarité élevée Inertie chimique Résistance à la rupture élevée Résistance à l'usure par abrasion Fonctionnalités particulières ...	Matériau fragile

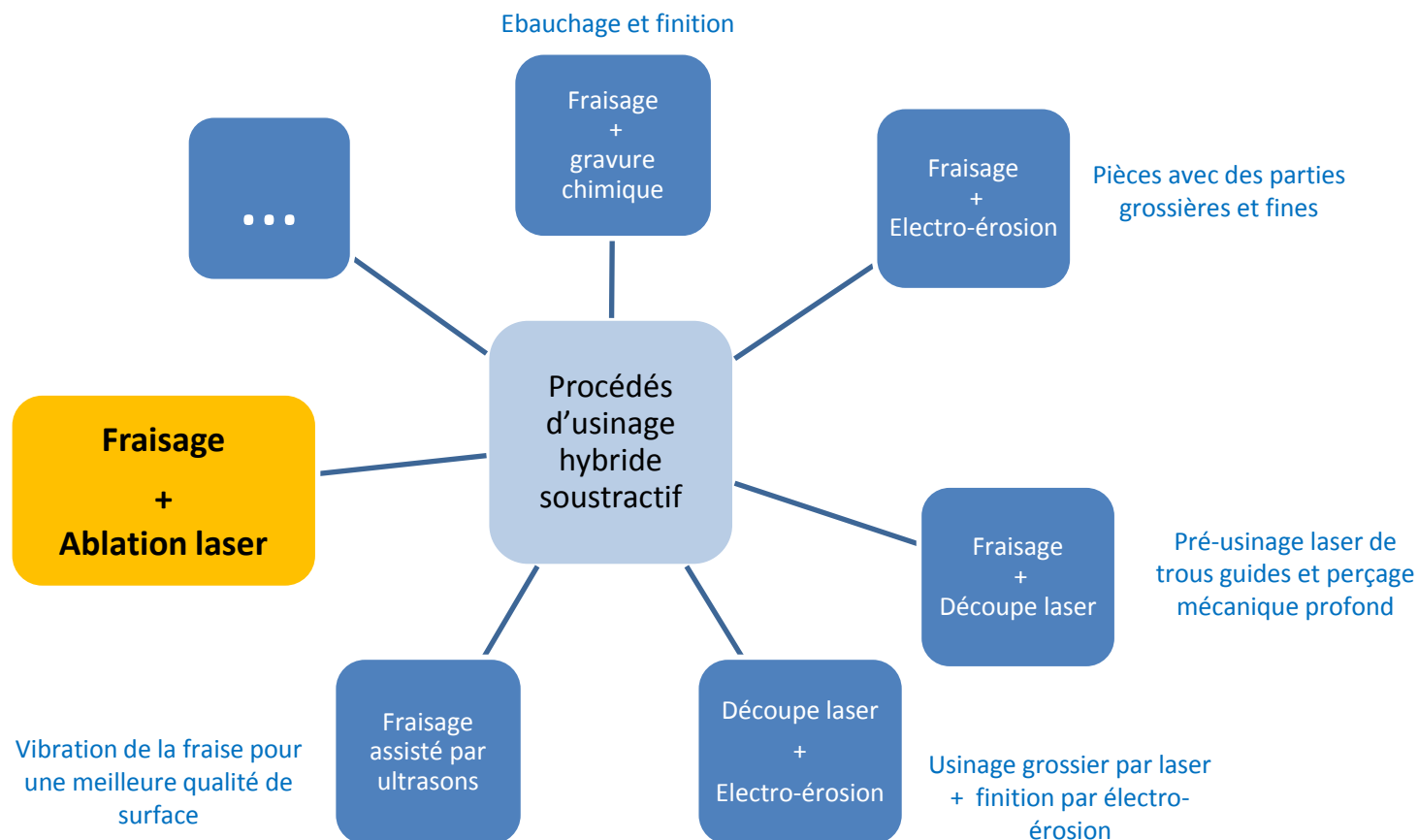








Association de plusieurs processus de fabrication établis dans une nouvelle configuration combinée permettant d'exploiter de manière synergique les avantages de chaque procédé discret



2 approches :

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

Cru



Préfritté

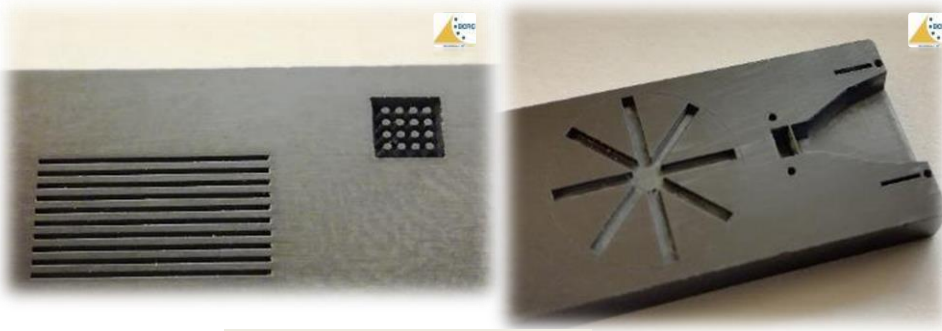
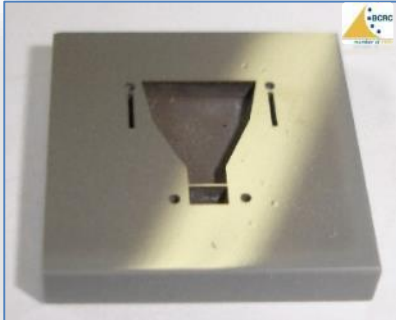


Dense



2 approches :

Machining of dense Si_3N_4



Machining of dense SiC

Ablation Laser

Avantages

- Adaptée aux matériaux difficilement faisable
- Usinage sans contact
- $\varnothing$ spot laser jusqu'à 20 μm

Limitations

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

2 approches :

Fraisage CAD/CAM

Avantages

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

Limitations

Ablation Laser

Avantages

- Adaptée aux matériaux difficilement faisable
- Usinage sans contact
- Ø spot laser jusqu'à 20 µm

Limitations

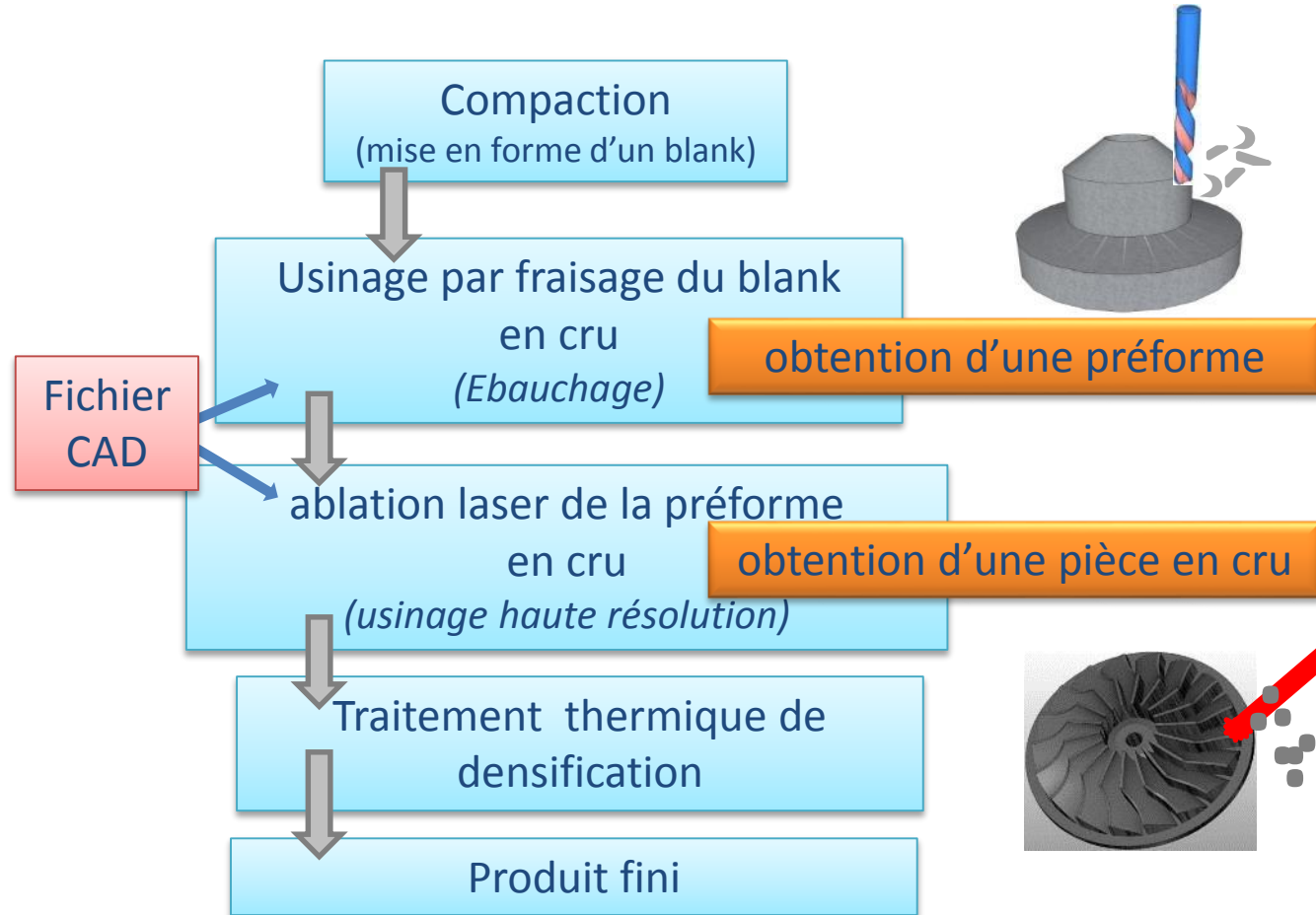
Fabrication hybride soustractive (Fraisage CAD/CAM + Ablation laser)

- Combinaison des avantages des deux techniques
- Développement de blanks

2X Soustractif

1. Fraisage CAD/CAM
2. Ablation laser

Hybridation



Compaction
(mise en forme d'un blank)

↓
**Usinage par fraisage du blank
en cru
(Ebauchage)**

↓
ablation laser de la préforme
en cru
(usinage haute résolution)

↓
Traitement thermique de
densification

↓
Produit fini



Principales caractéristiques

- Puissance 2200 W/ jusqu'à 20 000 tr/min
- Couple à 18 000 tr/min = 1,26 Nm
- Chargeur de 4 outils

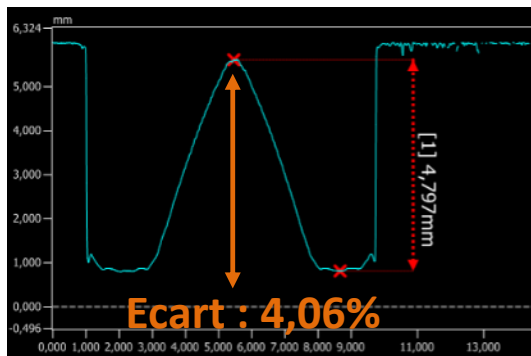
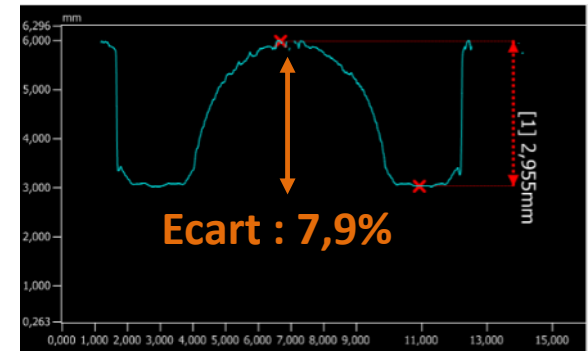
Compaction
(mise en forme d'un blank)

**Usinage par fraisage du blank
en cru
(Ebauchage)**

ablation laser de la préforme
en cru
(usinage haute résolution)

Traitement thermique de
densification

Produit fini



Endommagements

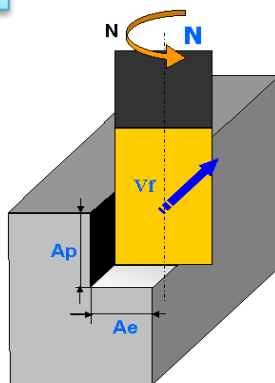
Compaction
(mise en forme d'un blank)

**Usinage par fraisage du blank
en cru
(Ebauchage)**

ablation laser de la préforme
en cru
(usinage haute résolution)

Traitement thermique de
densification

Produit fini



- Adaptation du type d'outil
- Optimisation des paramètres de coupes
- Optimisation de la profondeur de pénétration
- Optimisation des stratégies d'usinage

Avance par dent

$$fz = \frac{V_f}{z \times N} \text{ [mm]}$$

Nombre de tours

$$N = \frac{V_c \times 1000}{\pi \times \phi} \text{ [tr/min]}$$

Vitesse de coupe

$$V_c = \frac{\pi \times \phi \times N}{1000} \text{ [m/min]}$$

Avance

$$V_f = fz \times z \times N \text{ [mm/min]}$$

Compaction

(mise en forme d'un blank)

**Usinage par fraisage du blank
en cru
(Ebauchage)**

ablation laser de la préforme
en cru
(usinage haute résolution)

Traitement thermique de
densification

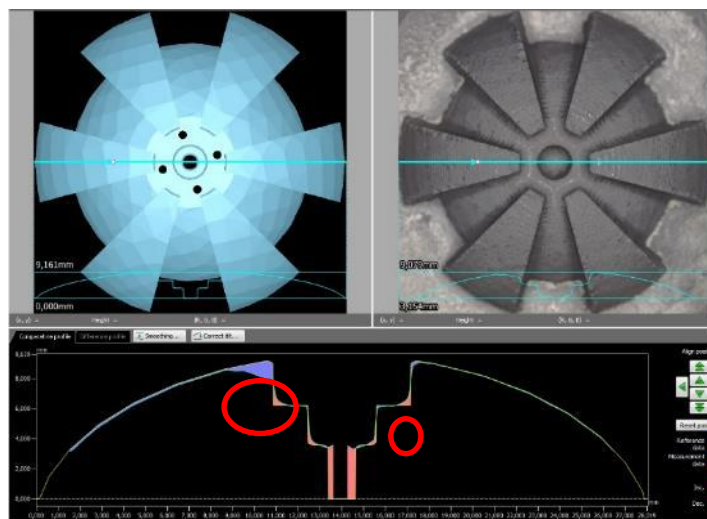
Produit fini

obtention de pièces usinées en cru



Ø = 27 mm

Endommagement des angles
et des détails les plus fins



Compaction
(mise en forme d'un blank)

usinage par fraisage du blank
en cru
(Ebauchage)

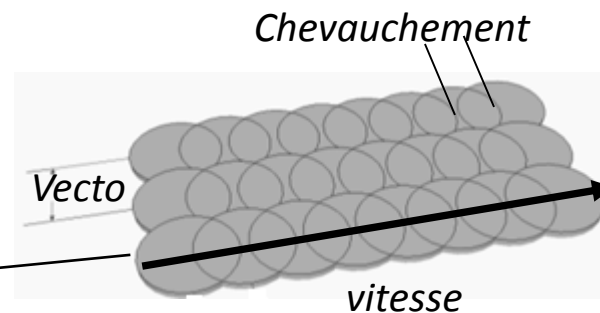
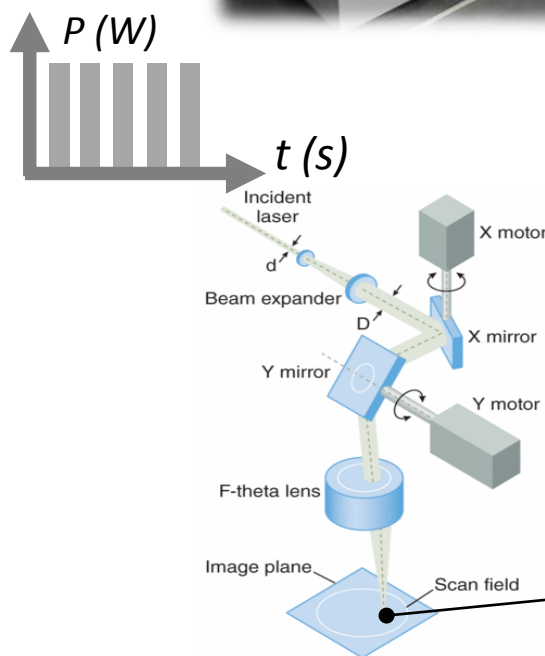
**Ablation laser de la préforme
en cru**
(usinage haute résolution)

Traitement thermique de
densification

Produit fini



- $P_{max} \sim 100 \text{ W (cw)}$
- $\lambda \sim 1 \mu\text{m}$
- $\Phi \text{ spot min} \sim 80 \mu\text{m}$
- $1 \text{ mm/s} < v < 2000 \text{ mm/s}$
- 3 axes cartésien + 2 axes de rotation



Compaction
(mise en forme d'un blank)

Usinage par fraisage du blank
en cru
(Ebauchage)

**Ablation laser de la préforme
en cru**
(usinage haute résolution)

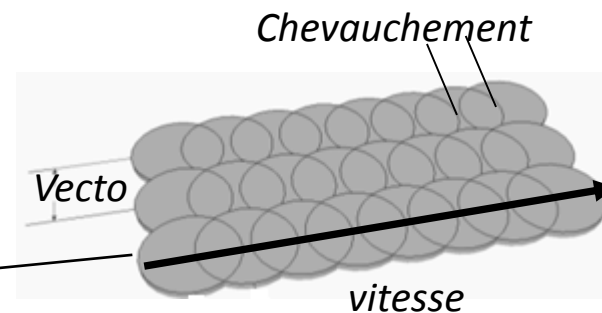
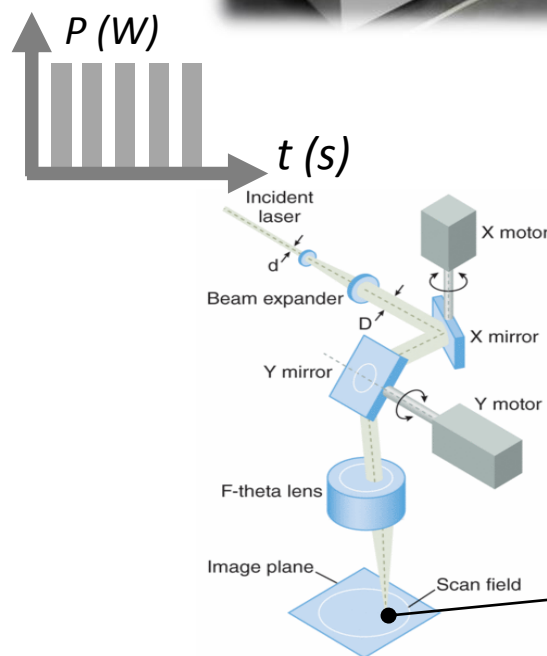
Traitement thermique de
densification

Produit fini

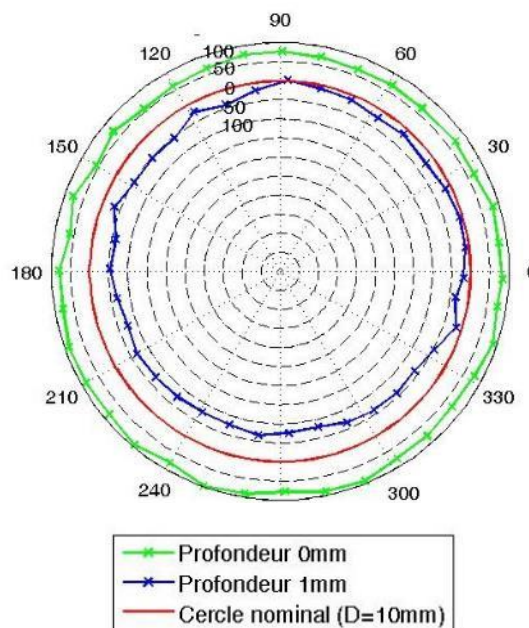


Paramètres laser influents

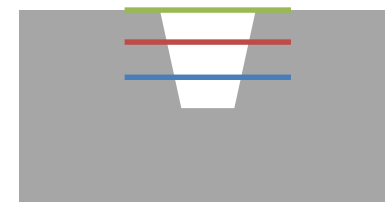
- P_{laser}
- Vitesse de balayage
- Fréquence de répétition
- Stratégie d'ablation laser
- Taux de compaction de la poudre
- Nature et quantité des additifs



Usinage de cavités cylindriques



Forme souhaitée



Forme obtenue

→ Cavité conique

Compaction
(mise en forme d'un blank)

Usinage par fraisage du blank
en cru
(Ebauchage)

**Ablation laser de la préforme
en cru**
(usinage haute résolution)

Traitement thermique de
densification

Produit fini

Capabilité à usiner des parois verticales

Ablation laser = Faible

Fraisage = Elevée

Compaction
(mise en forme d'un blank)

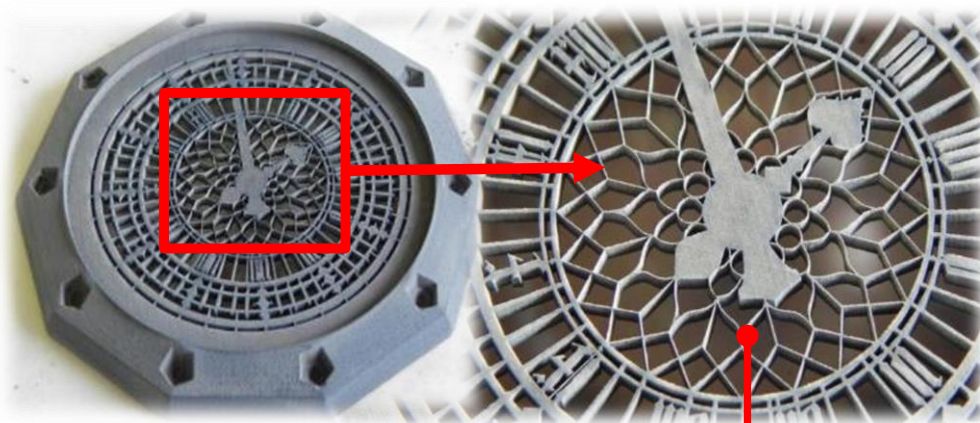
usinage par fraisage du blank
en cru
(Ebauchage)

**Ablation laser de la préforme
en cru**
(usinage haute résolution)

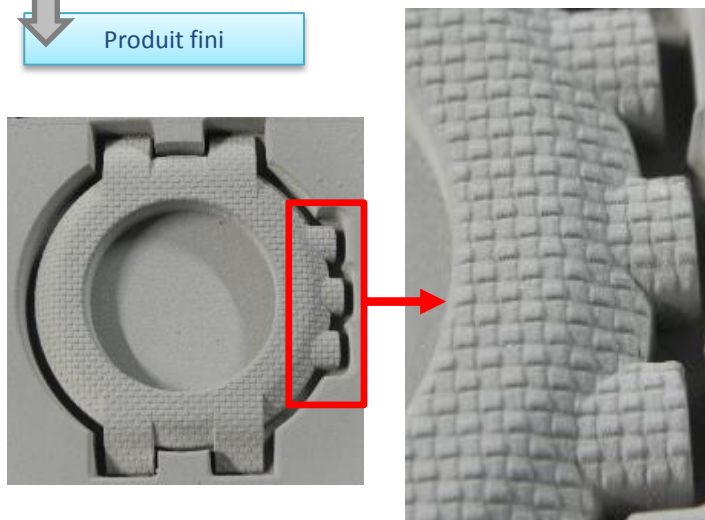
Traitement thermique de
densification

Produit fini

obtention d'une pièce en cru



Épaisseur de paroi ~ 120µm
Hauteur paroi ~ 2mm

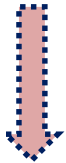


Fabrication hybride soustractive

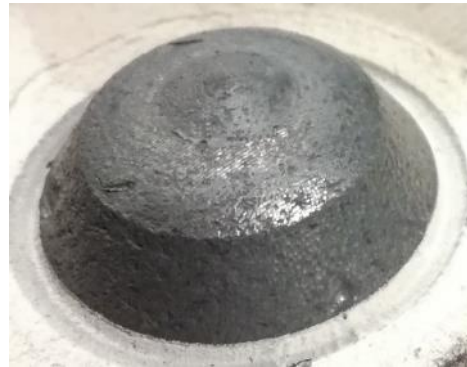


2X Soustractif

1. Fraisage CAD/CAM
2. Ablation laser



Hybridation



1. Fraisage CAD/CAM



2. Ablation laser

Procédé séquentiel aujourd'hui à l'étape pré-industrielle

Lab machine designed by BCRC & built by OPTEC (Belgium)

Mechanics

- 5 mechanical axis for part positioning and machining
- 3 optical axis (xy and fast z focusing)

Optics

- High res. numerical camera

Milling tools

- 1 ns laser source (IPG 100 W average)
- 1 fs laser source (Amplitude systems 10 W average)
- 1 milling tool (400 W, 30 000 rpm)

Scanner for 3D reconstruction

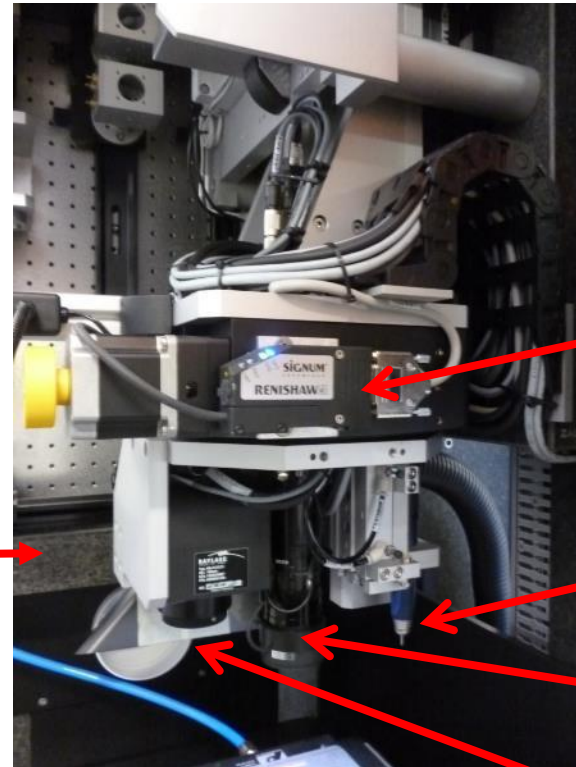
- 1 integrated line-laser scanner (micro-epsilon)



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

Tools area

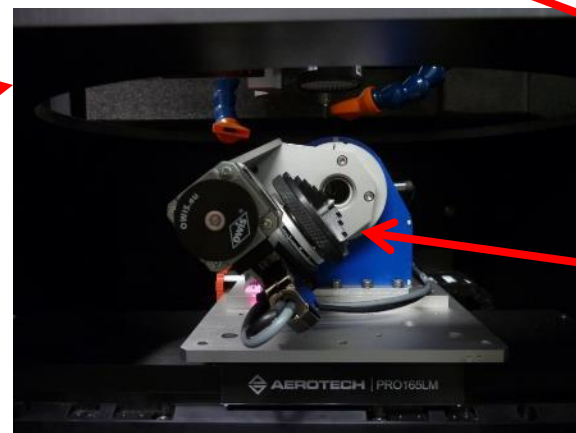
Machining area



Laser scanner

Milling tool

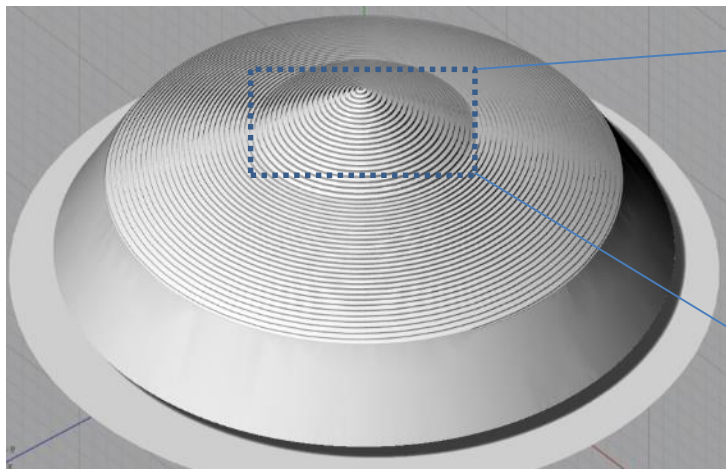
Microscope



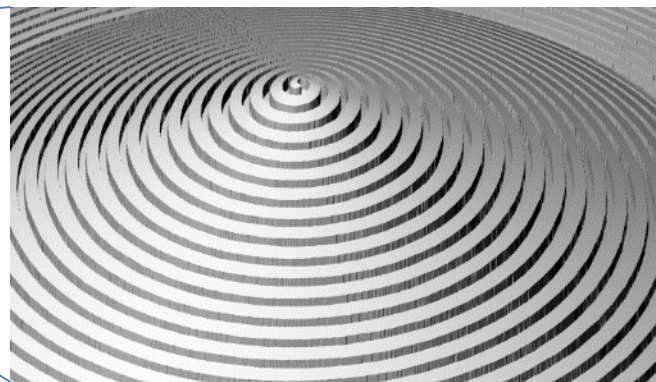
Galvo head (ns & fs lasers)

2 rotary axis + xyz cartesian axis

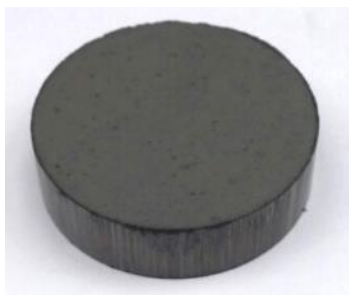
Pourquoi l'usinage hybride : un exemple de pièce à réaliser



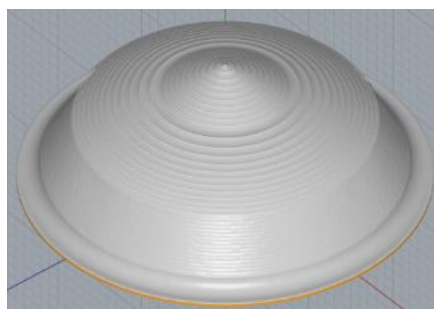
Modèle 3D d'une pièce de forage avec une texture hélicoïdale ($\varnothing \sim 30$ mm)



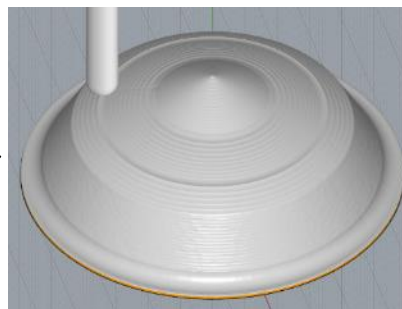
Zoom sur la partie à réaliser par micro-usinage. Les rainures ont une profondeur et une largeur de $100\mu\text{m}$.



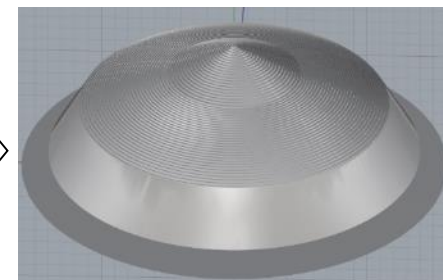
Compact (WC-Co 12%)



*après ébauchage
(fraise 2,7mm, 5min)*



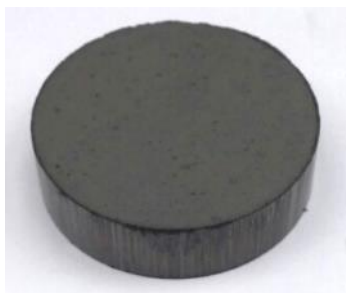
*Pré-finition en cours
(fraise de 2,7mm, 3min)*



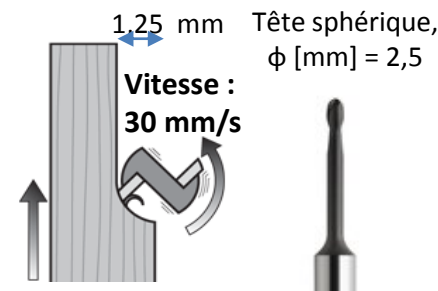
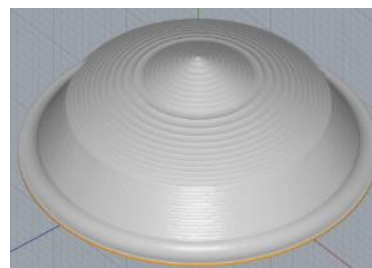
*finition à la fraise de 0,08mm
(temps d'usinage > 48h !!!)*

Pourquoi l'usinage hybride: taux d'enlèvement de matière en fonction de l'outil

Compact (WC-Co 12%)

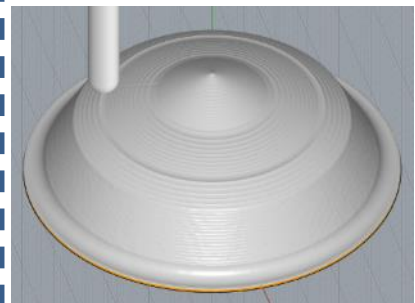


Phase d'ébauchage



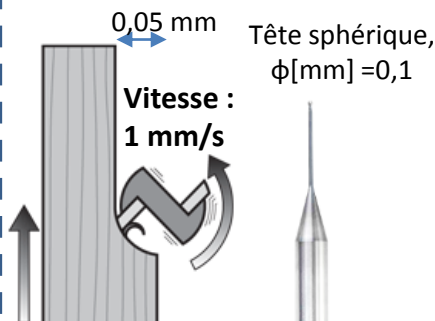
Taux d'ablation : $2,5 \times 0,625 \times 30 = 46 \text{ mm}^3/\text{s}$

Phase de pré-finition

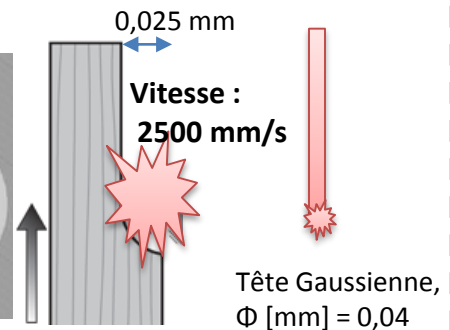


Taux d'ablation :
 $1,0 \times 0,25 \times 10 = 2,5 \text{ mm}^3/\text{s}$

Phase de finition (micro-usinage)

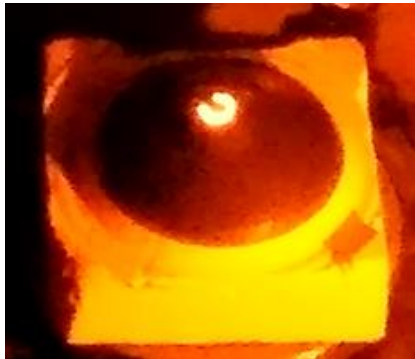


Taux d'ablation : $0,1 \times 0,025 \times 1 = 0,0025 \text{ mm}^3/\text{s}$

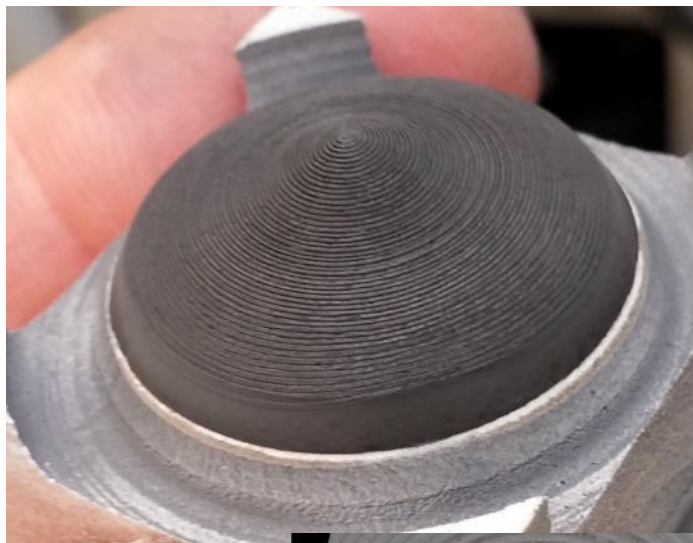


Taux d'ablation : $0,040 \times 0,025 \times 2500 = 2,5 \text{ mm}^3/\text{s}$
Taux d'ablation : $0,040 \times 0,025 \times 1000 = 1 \text{ mm}^3/\text{s}$

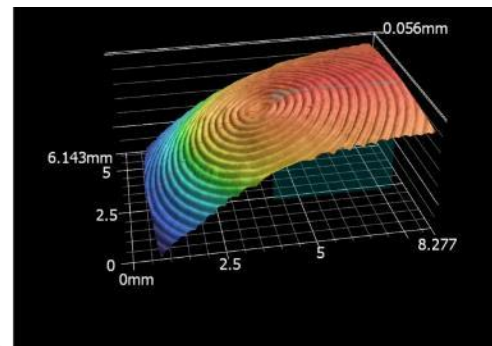
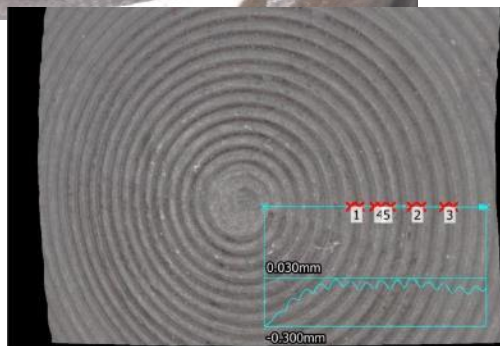
Pourquoi l'usinage hybride: phase de finition effectuée par un laser



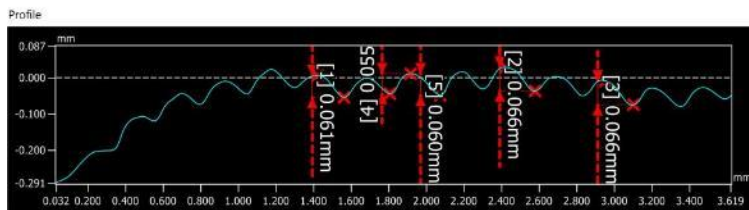
Usinage laser en cours
après la phase de
finition mécanique.



Pièce finie avant frittage. La phase de
finition laser a duré **12 minutes**.



Après frittage
Pièce dense à 99%
détails de ~60μm
Absence de déformations



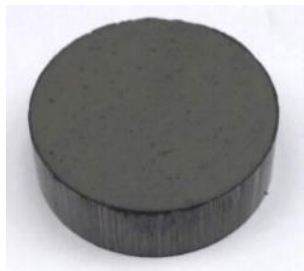
Measurement result

No.	Measurement name	Measured value	Unit
1	Point - Point (Vert)1	0.061	mm
2	Point - Point (Vert)2	0.066	mm
3	Point - Point (Vert)3	0.066	mm
4	Point - Point (Vert)4	0.055	mm
5	Point - Point (Vert)5	0.060	mm

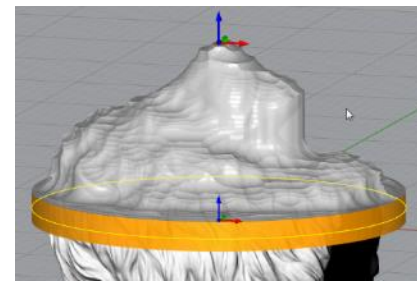
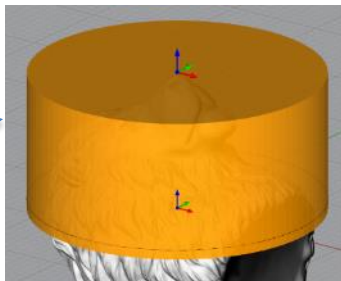
Exemple d'usinage hybride: une tête de lion (détails < 80 microns)



Compact (WC-Co 12%)



Phase d'ébauchage



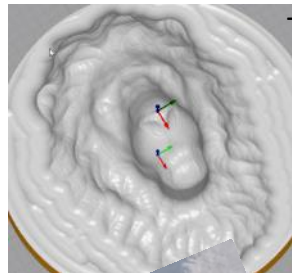
Tête sphérique,
 ϕ [mm] = 2,5



Vitesse :
30 mm/s

Temps d'usinage: ~12 minutes

Phase de pré-finition



Tête sphérique,
 ϕ [mm] = 2,5



Vitesse :
30 mm/s



Phase de finition (micro-usinage laser)



Vitesse :
1500 mm/s



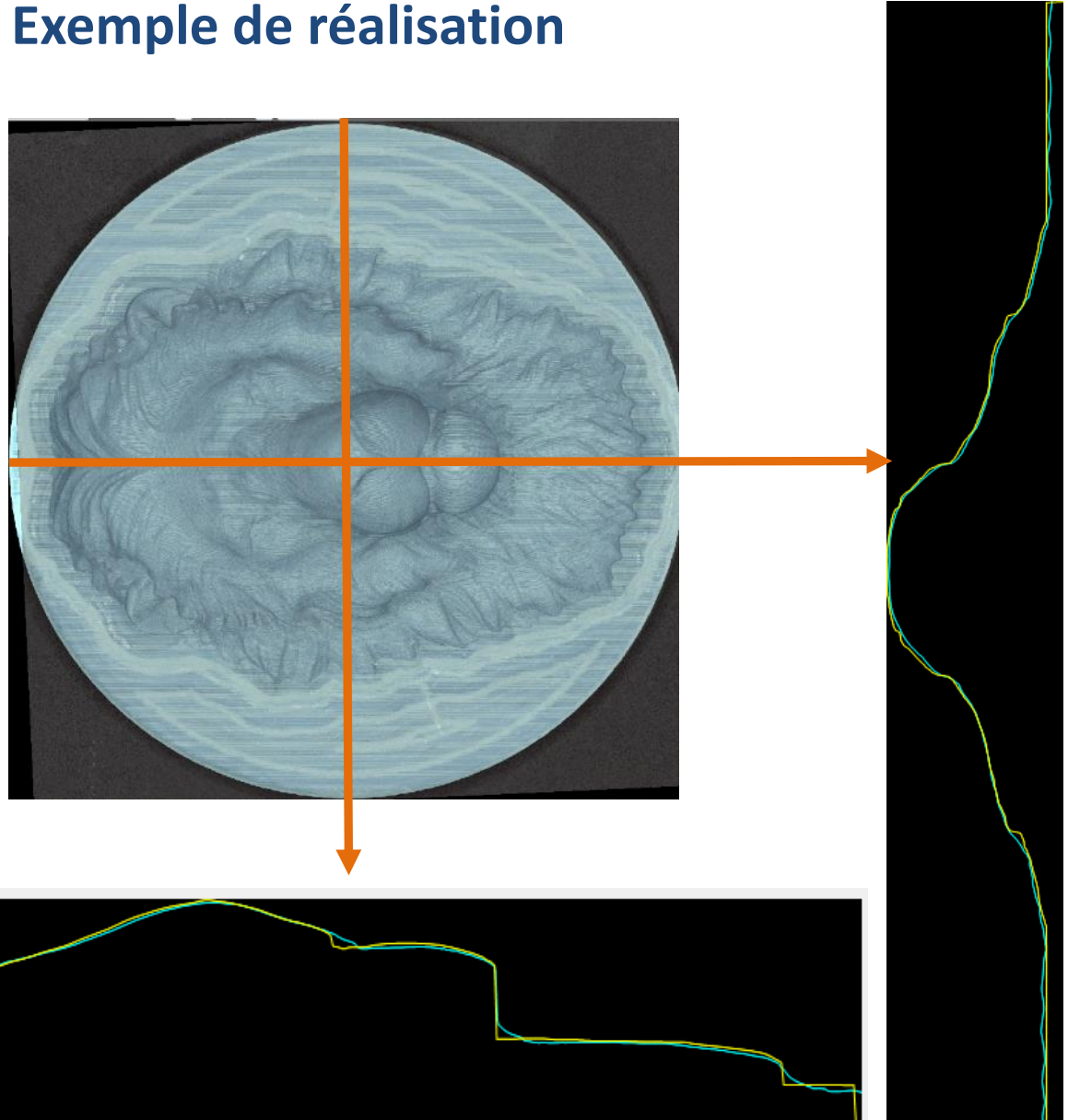
Tête Gaussienne,
 Φ [mm] = 0,07

Temps d'usinage:
~4 minutes

Temps d'usinage: ~4 minutes

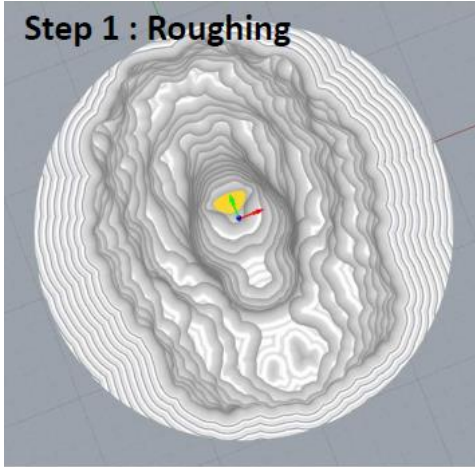
Exemple de réalisation

- Détails < 80 microns
- Modèle 3D = scan pièce réelle

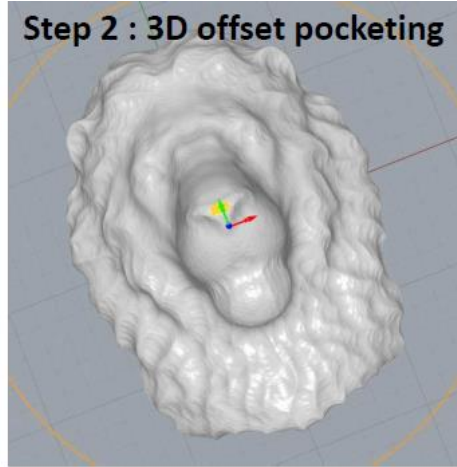


Autre matériau : ZrO_2

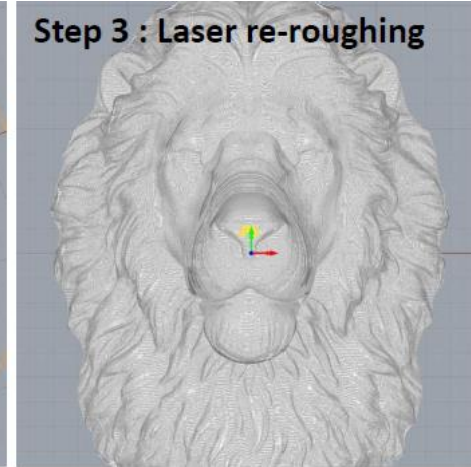
Step 1 : Roughing



Step 2 : 3D offset pocketing



Step 3 : Laser re-roughing



Temps ~10 min



Temps ~1 min

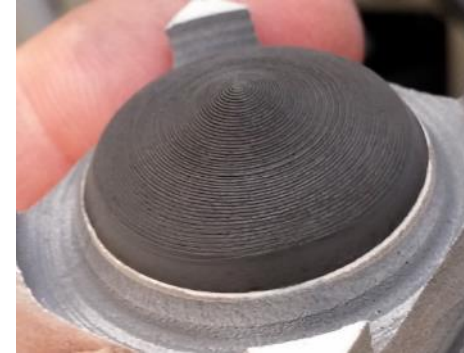


Temps ~4 min

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

Les valeurs ajoutées:

- Temps d'usinage très fortement réduits,
- Pas d'usure d'outil,
- Diminution des coûts unitaires,
- Possibilité de réaliser des pièces très complexes en matériaux durs.



Les coûts de ces valeurs ajoutées:

- Maîtriser l'interaction laser/matière,
- Machines plus complexes,
- Travail de préparation plus complexe et plus long.



Remerciements

- Collègues : Fabrice Petit, Nicolas Preux, Grégory Martic, Dominique Hautcoeur, Cédric Ott
- Partenaires projets : Anthonin Demarbaix (UMons),
Aude Simar, Geoffrey Roy, Valentin Marchal- Marchant (UCL)

Merci pour votre attention

Questions?



CRIBC (chef de file)

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



Materia Nova

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



UVHC-LMCPA

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



CRITT-MDTS

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



Matikem

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



POM Oost-Vlaanderen

Gent
+32 (0) 9 267 86 33



Wallonie



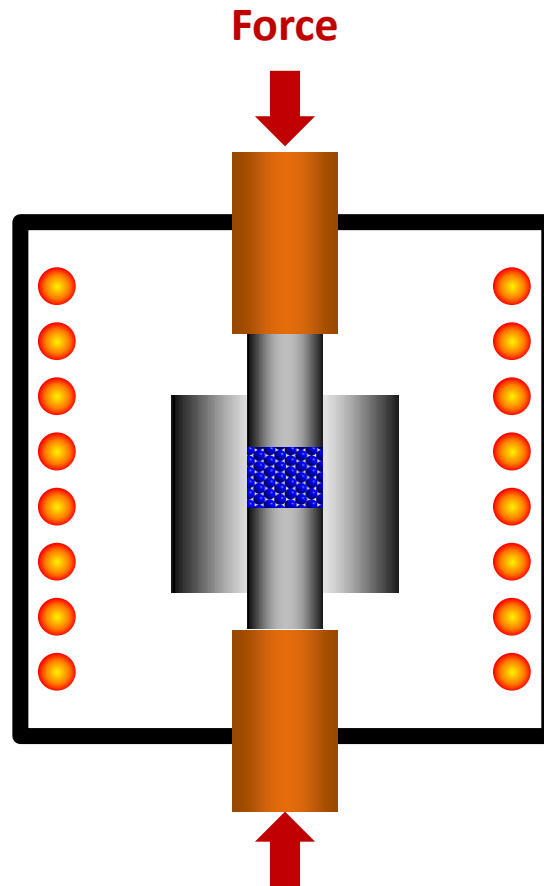
Field assisted sintering techniques SPS and Flash Sintering

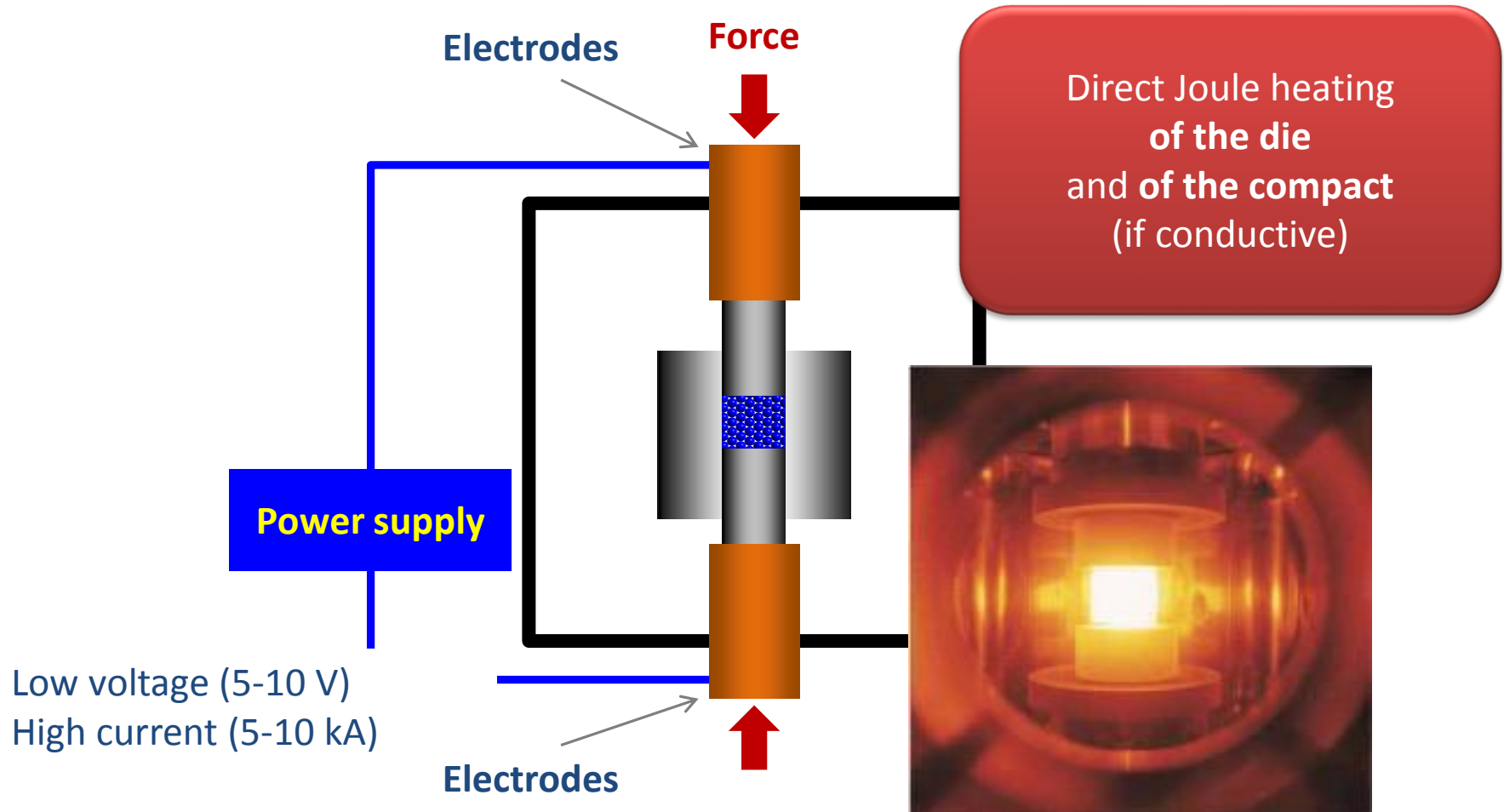
Jean-Pierre Erauw

Belgian Ceramic Research Centre



SPARK PLASMA SINTERING - SPS





Source FCT Systeme

Advantages of the technique

- Applicable to a **large range of materials**, conductive as non-conductive
- Applicable to materials difficult to sinter
- Very **short thermal cycles**
- **Lower sintering temperatures**
 - leads to reduction of power consumption
 - phases **integrity can be maintained**
 - offers potential **microstructural control** (nanomaterials ...)

These merits stem from

Thermal effects

- very high heating rates → surface diffusion mechanisms inhibited
- Important local temperature gradients → thermal diffusion (Ludwig-Soret effect)
- Macroscopic thermal gradients → thermomechanical stresses amplifying the creep mechanisms
- Heterogeneous local distributions of temperature → local melting phenomena at contact points

Athermal effects

- electromigration / enhancement of diffusion in ionic conductors
- electroplasticity phenomena
- dielectric breakdown of oxide layer at the surface of the grains and enhanced formation of defects at GB
- ...

These merits stem from

Thermal effects

- very high heating rates → surface diffusion mechanisms inhibited
- Important local temperature gradients → thermal diffusion (Ludwig-Soret effect)
- Macroscopic thermal gradients → thermomechanical stresses amplifying the creep mechanisms
- Heterogeneous local distributions of temperature → local melting phenomena at contact points

Athermal effects

=

Field effect

Field Assisted Sintering technology (FAST)

Advantages of the technique

- Applicable to a large range of materials, conductive as non-conductive
- Applicable to materials difficult to sinter
- Very short thermal cycles
- Lower sintering temperatures
 - leads to reduction of power consumption
 - phases integrity can be maintained
 - offers potential microstructural control (nanomaterials ...)

Limitations of the technique

- Limited geometrical complexity of the parts
- Batch process – further improvement of the productivity is needed
- Homogeneity often remains an issue (especially for large parts)

Nevertheless SPS attracts a large interest

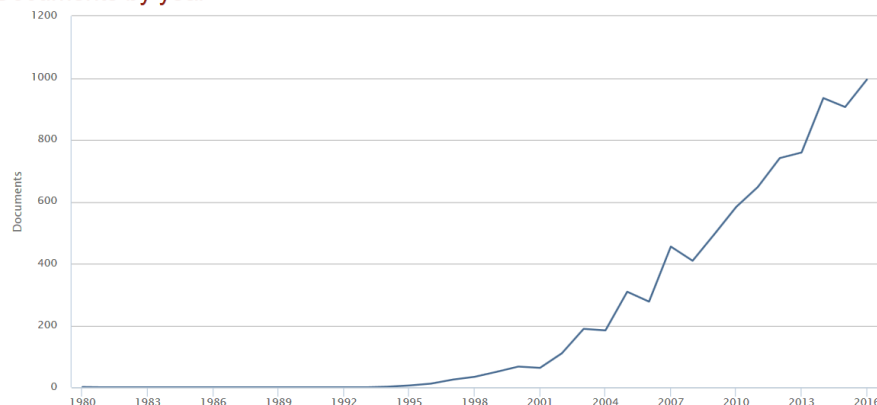
from the academic world

as well as from industry

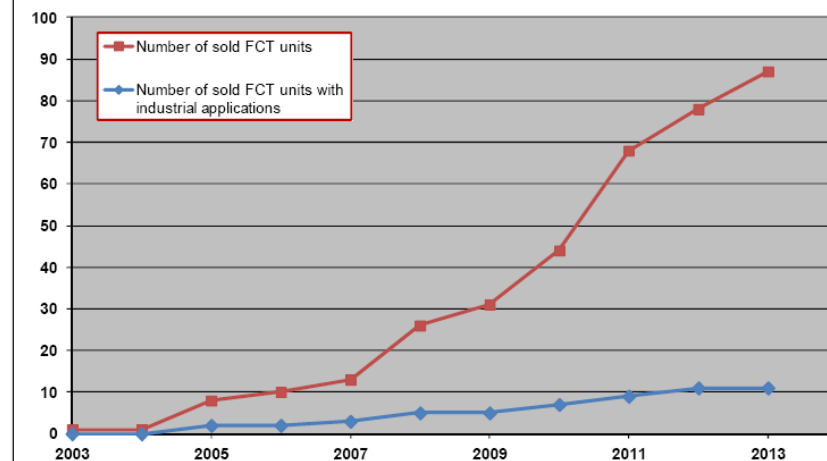
Source : Scopus

Keyword(s) : Spark Plasma Sintering

Documents by year



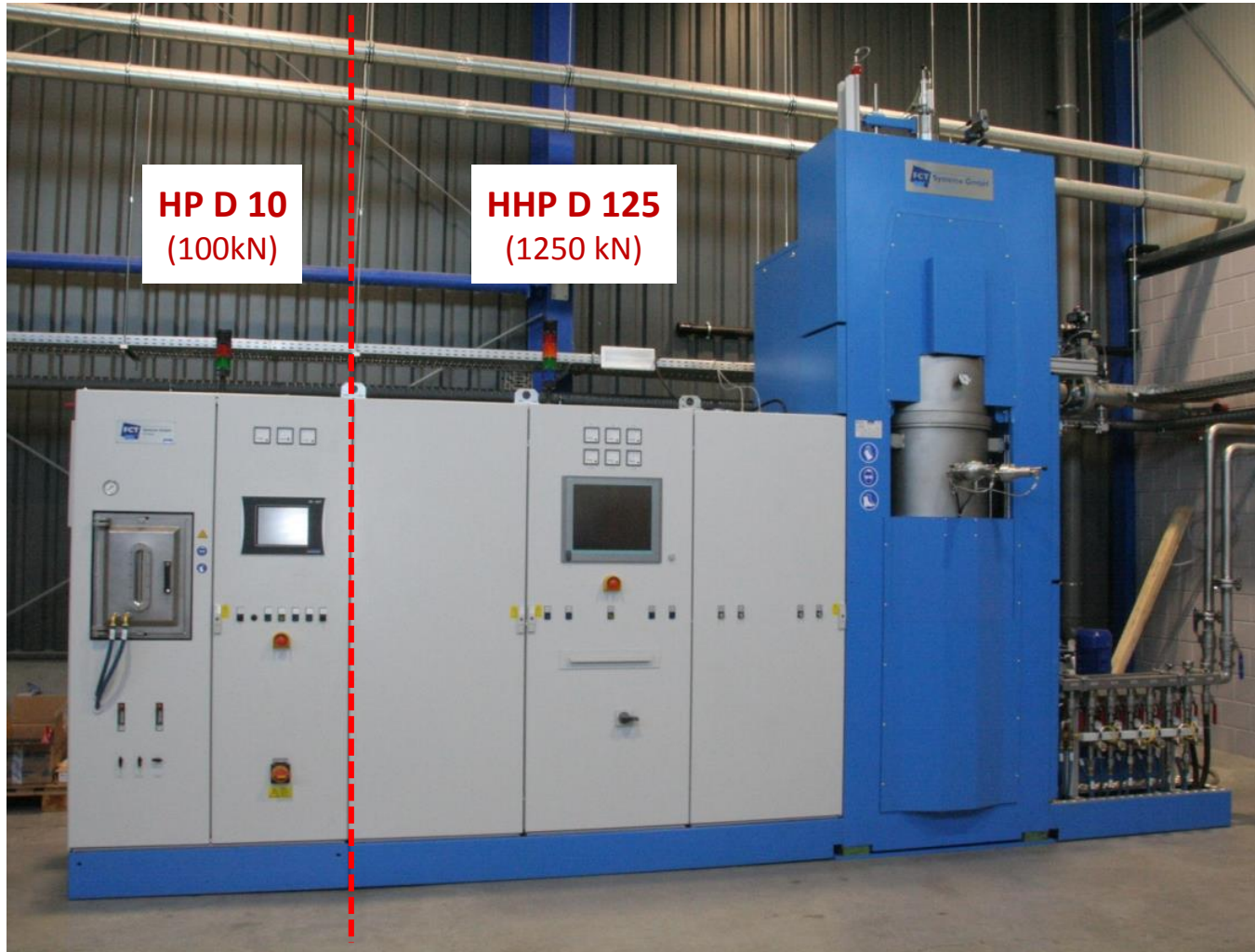
Distribution of FCT FAST/SPS facilities worldwide



SPARK PLASMA SINTERING @ BCRC

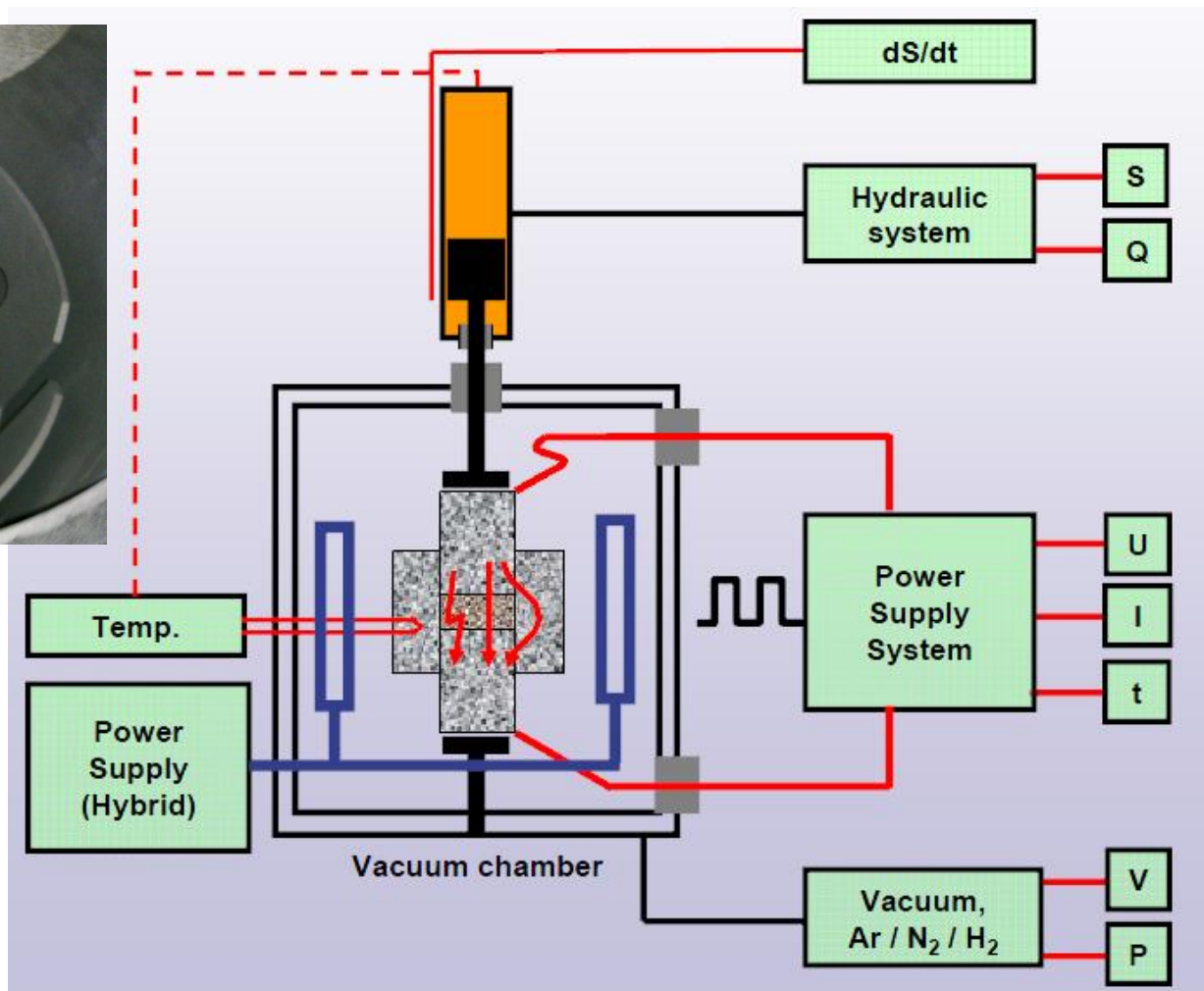
Spark Plasma Sintering at BCRC

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



Spark Plasma Sintering at BCRC

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



Basic research

- Insight in the fundamental mechanisms
- Process modelling

Innovative Materials

- Wear resistant
 - (Electro) optics
 - Thermoelectrics
 - « Polyvalent »
- Cermets and composites
YAG, Ba(Sr)TiO₃
(Semi) Heussler compounds
MAX phases

Technical Improvements

- Upscaling
- Shape complexity

Basic research

- Insight in the fundamental mechanisms
- Process modelling

Innovative Materials

- Wear resistant
 - (Electro) optics
 - Thermoelectrics
 - « Polyvalent »
- Cermets and composites
YAG, Ba(Sr)TiO₃
(Semi) Heussler compounds
MAX phases

Technical Improvements

- Upscaling
- Shape complexity

Project(s)	PhD thesis (First DOCA DGO6), Cerapide (ERDF) Vulcanus traineeship
Contributors	M. Demuynck, V. Dupont, J.P. Erauw, Y. Hasagawa T. Van Herck
Collaboration(s)	KULeuven, UMONS-FPMs

INSIGHT IN THE FUNDAMENTAL MECHANISMS

SPS vs conventional HP
Real advantages and
limitations?

Influence of thermal
and electrical
properties?



Available online at www.sciencedirect.com

SciVerse ScienceDirect

Journal of the European Ceramic Society 32 (2012) 1957–1964

ELSEVIER

www.elsevier.com/locate/jeurceramsoc

Densification of alumina by SPS and HP: A comparative study

Maryse Demuyne^{a,*}, Jean-Pierre Erauw^a, Omer Van der Biest^b, Francis Delannay^c,
Francis Cambier^a

^a Belgian Ceramic Research Centre (EMRA), Avenue Gouverneur Cornez 4, B-7000 Mons, Belgium

^b MTM KULeuven, Kasteelpark Arenberg 44, B-3001 Leuven, Belgium

^c EMPA UCLouvain, Place Sainte Barbe 2, B-1348 Louvain-la-Neuve, Belgium

Received 15 July 2011; received in revised form 13 October 2011; accepted 18 October 2011

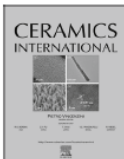
Available online 22 November 2011



Contents lists available at ScienceDirect

Ceramics International

journal homepage: www.elsevier.com/locate/ceramint



Influence of conductive secondary phase on thermal gradients
development during Spark Plasma Sintering (SPS) of ceramic
composites



Maryse Demuyne^{a,*}, Jean-Pierre Erauw^a, Omer Van Der Biest^b, Francis Delannay^c,
Francis Cambier^a

^a Belgian Ceramic Research Centre (Member of EMRA), Avenue Gouverneur Cornez 4, Mons, B-7000 Belgium

^b MTM KULeuven, Kasteelpark Arenberg 44, Leuven, B-3001 Belgium

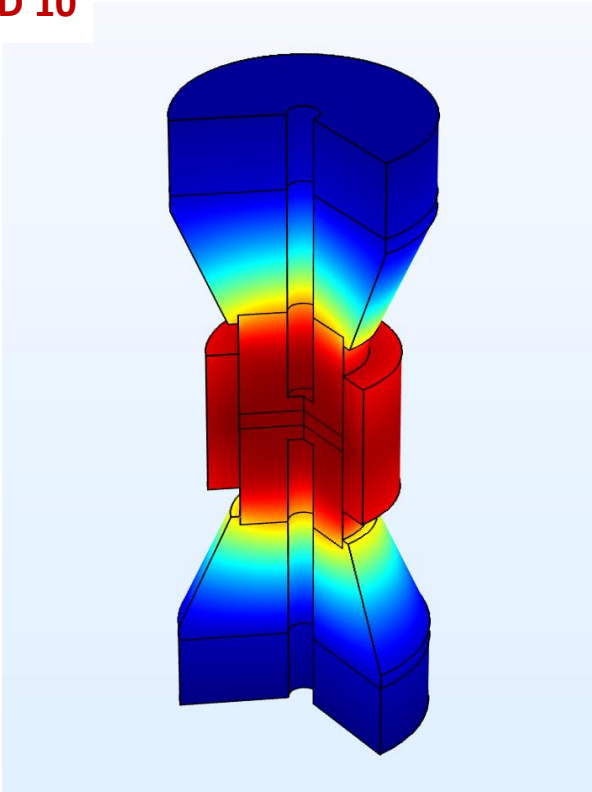
^c EMPA UCLouvain, Place Sainte Barbe 2, Louvain-la-Neuve, B-1348 Belgium

Project(s) Cerapide (ERDF)
Contributors M. Cambier, V. Dupont, J.P. Erauw, T. Van Herck
Collaboration(s) UMONS-FPMs

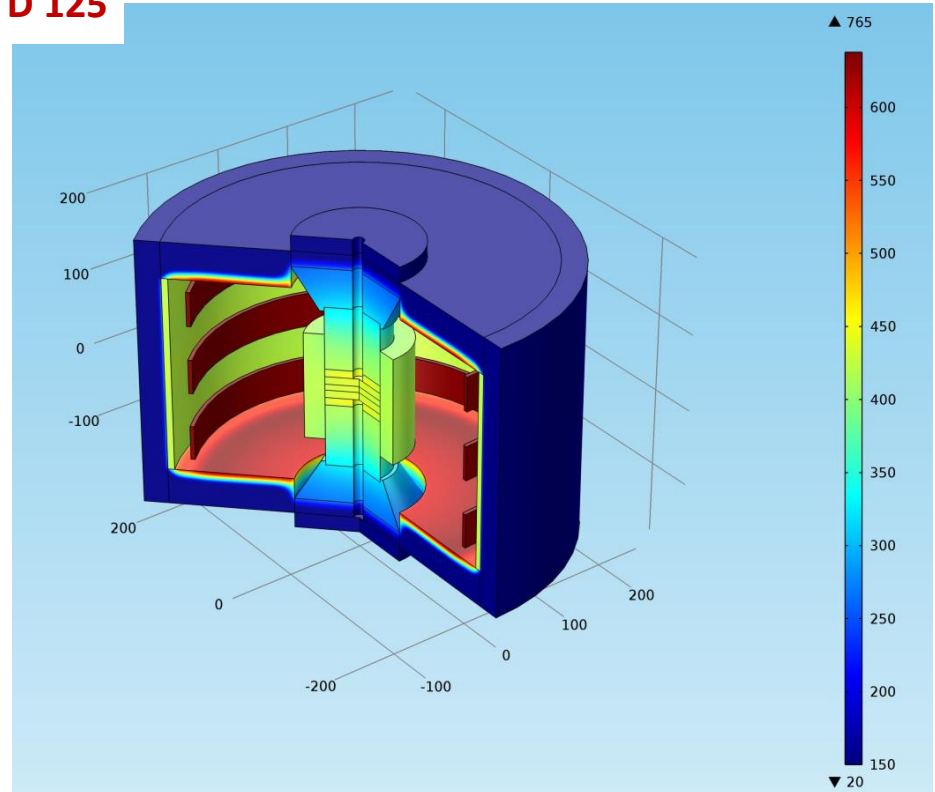
MODELLING THE PROCESS

- helps clarifying the experimental observation
- supports the **optimization of the tools** (dies, plunger...)
- Supports the **optimization of the sintering cycle** (e.g. in hybrid mode)

HP D 10



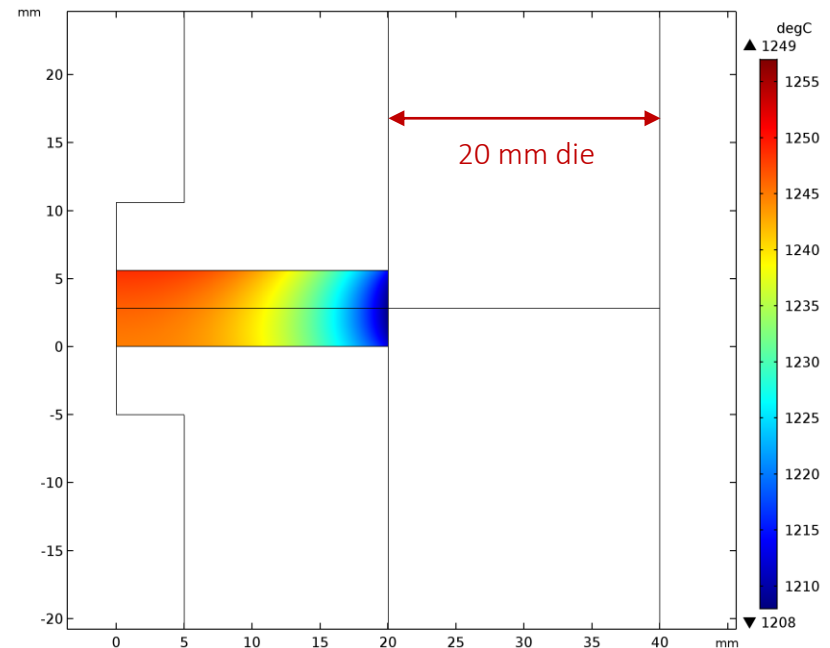
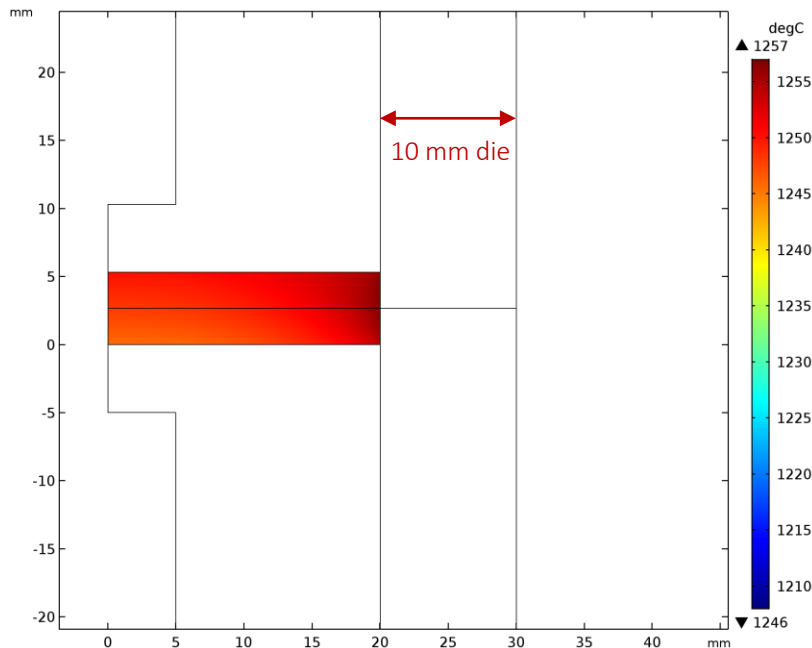
HHP D 125



Zirconia – Ø 40mm – Temperature distribution after 5' @1250°C

$T_{\min} : 1246 \text{ }^{\circ}\text{C}$ $T_{\text{mean}} : 1251 \text{ }^{\circ}\text{C}$
 $T_{\max} : 1257 \text{ }^{\circ}\text{C}$ $DT_{\max} : 11 \text{ }^{\circ}\text{C}$

$T_{\min} : 1208 \text{ }^{\circ}\text{C}$ $T_{\text{mean}} : 1231 \text{ }^{\circ}\text{C}$
 $T_{\max} : 1249 \text{ }^{\circ}\text{C}$ $DT_{\max} : 41 \text{ }^{\circ}\text{C}$



Basic research

- Insight in the fundamental mechanisms
- Process modelling

Innovative Materials

- Wear resistant
 - (Electro) optics
 - Thermoelectrics
 - « Polyvalent »
- Cermets and composites
YAG, Ba(Sr)TiO₃
(Semi) Heussler compounds
MAX phases

Technical Improvements

- Upscaling
- Shape complexity

Project(s) STEELFSW & FSW-PME (DGO6), contractual projects
Contributors L. Boilet, M. Demuynck, V. Dupont, J.P. Erauw
Collaboration(s) Belgian Welding Institute, CEWAC

WEAR RESISTANT MATERIALS

WC-Co-cBN composites

- Addition of cobalt to WC → increases sinterability and fracture toughness
→ decreases hardness and wear resistance
- cBN is the second hardest material after diamond
- Addition of cBN to cemented carbides → increases hardness
→ decreases sinterability
- Thereupon, the phase transformation of cBN to its hexagonal phase limits the sintering temperature .

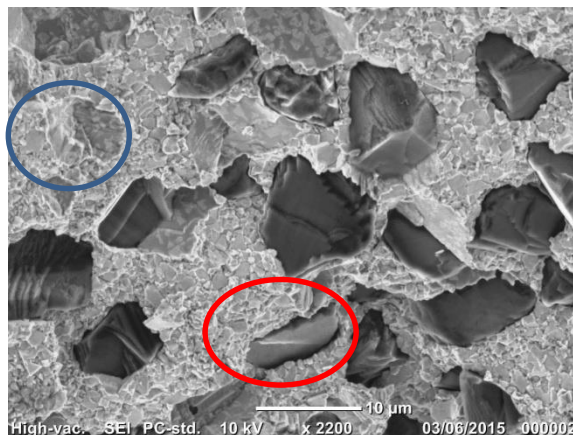
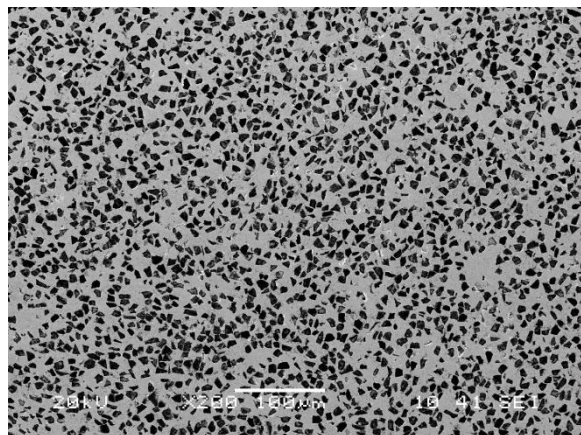
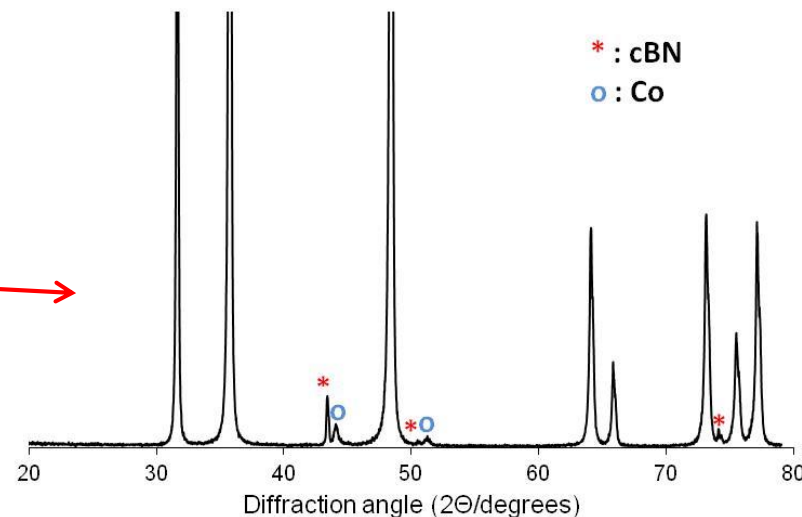
Combination of cBN addition and SPS technique
(with lower sintering temperature)



Materials with
enhanced mechanical properties

Optimization of the density by adjusting sintering parameters (T, P, dwell time)

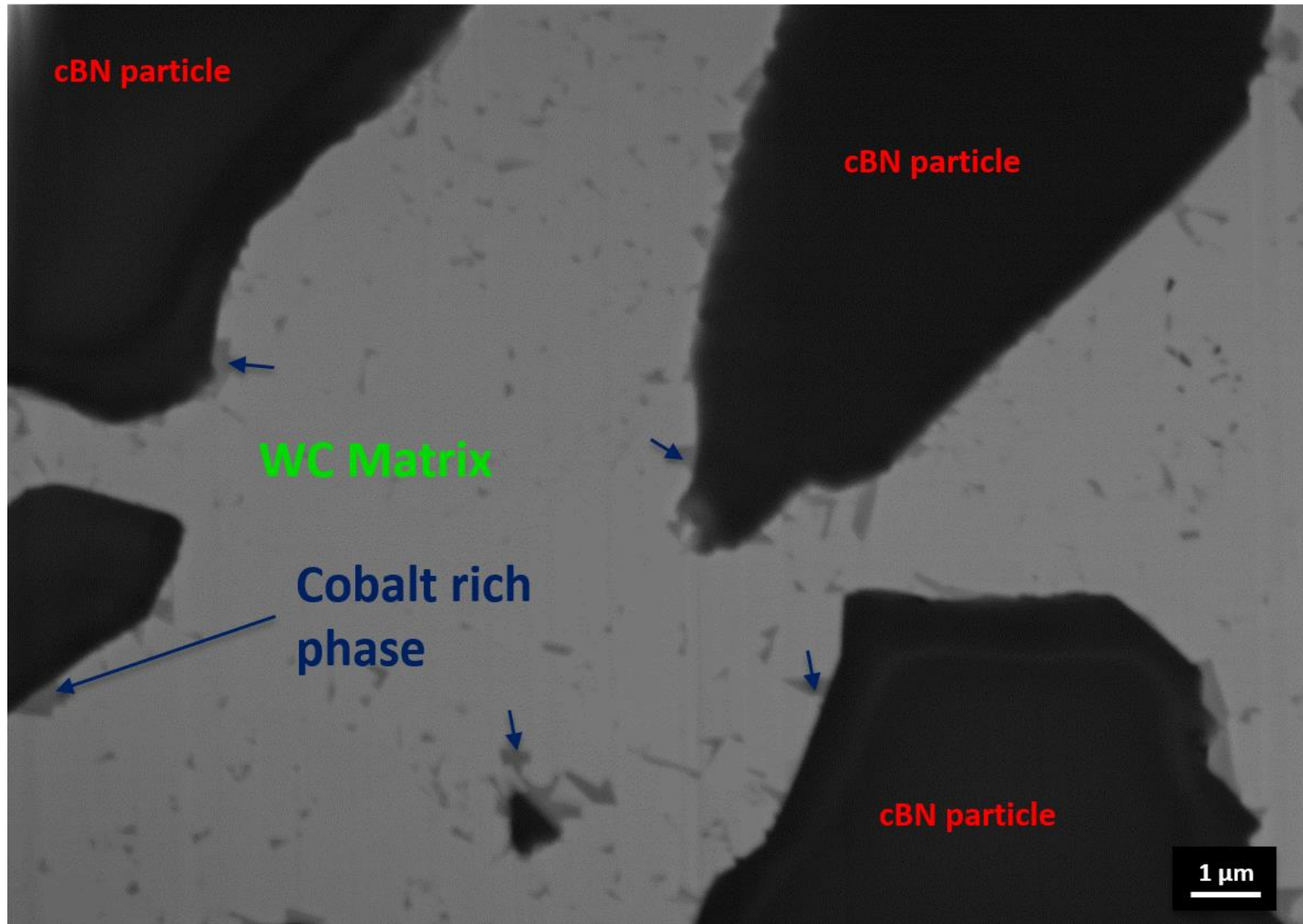
	Temperature (°C)	Dwell time (min)	Pressure (MPa)	Relative density (%)
WC 6 - 0	1200	10	60	99,4
WC 6 - 15	1200	15	60	99,4
WC 6 - 25	1220	15	60	99,7
WC 6 - 35	1220	15	70	99,3
WC 12 - 0	1150	15	60	100
WC 12 - 15	1160	15	60	99,9
WC 12 - 25	1160	15	60	100
WC 12 - 35	1160	15	70	99,9



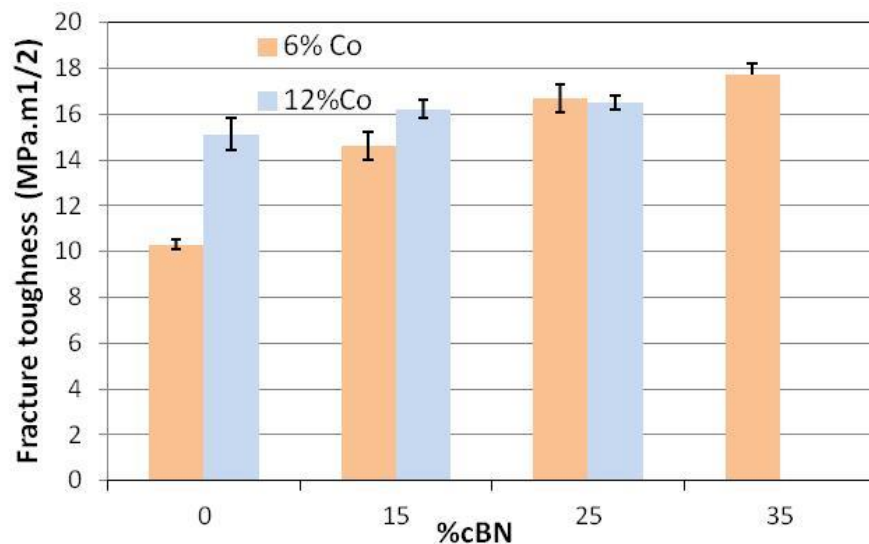
WC 12 - 35

- higher sinterability with 12% Co (densities $\cong$ 100%)
- hBN phase not detected
- homogeneous distribution of cBN in the WC-Co matrix
- Mix of intergranular and transgranular fractures

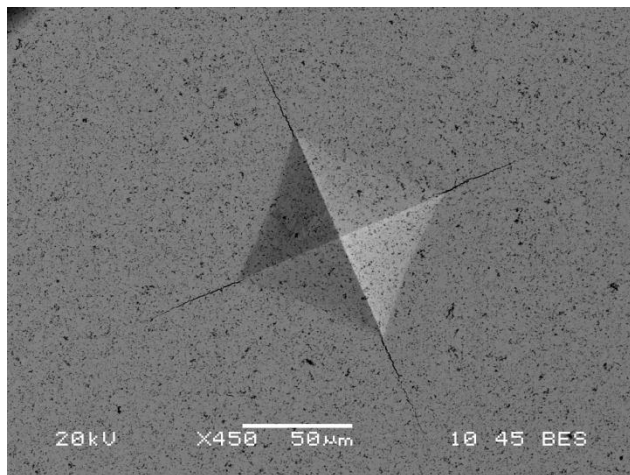
WC-Co-cBN composites



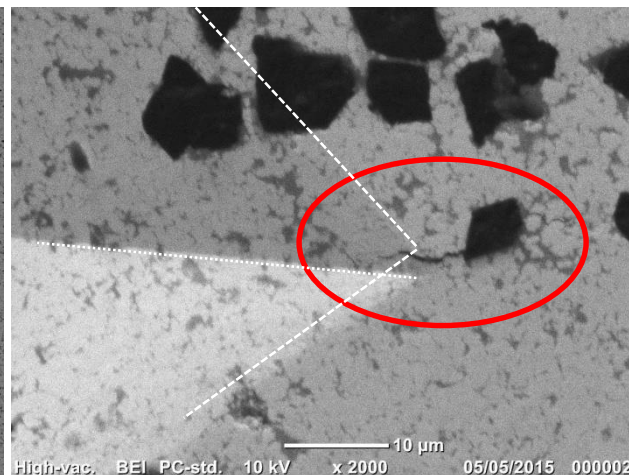
Mechanical properties



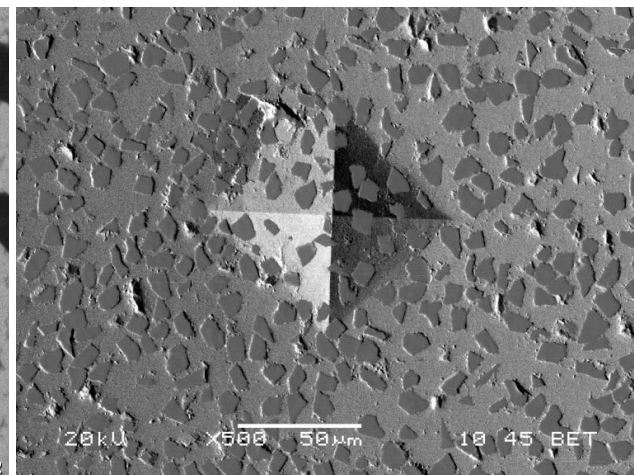
Increase of indentation fracture toughness due to crack deflection and/or arrest by cBN particles



WC 6-0

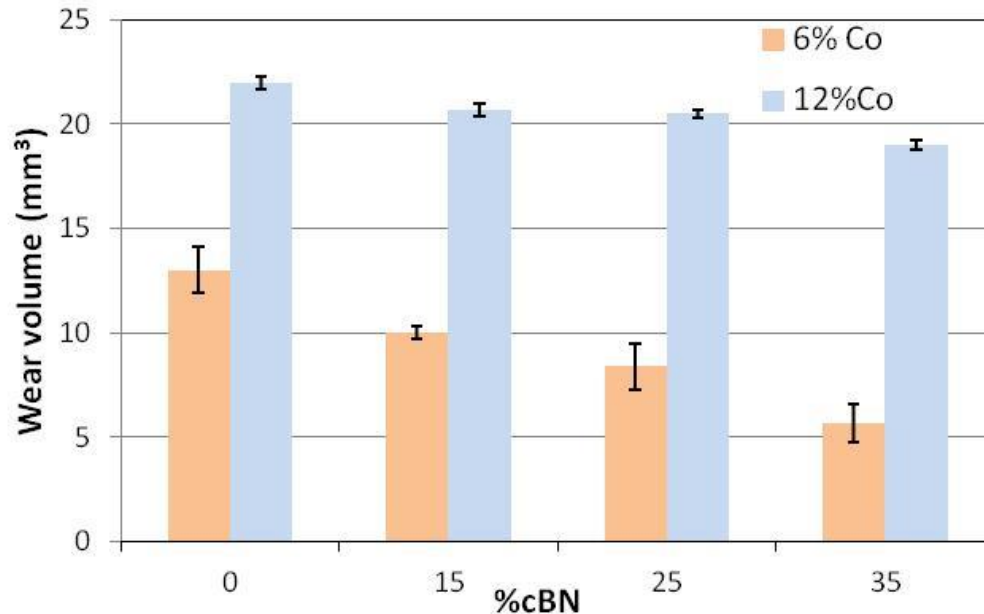
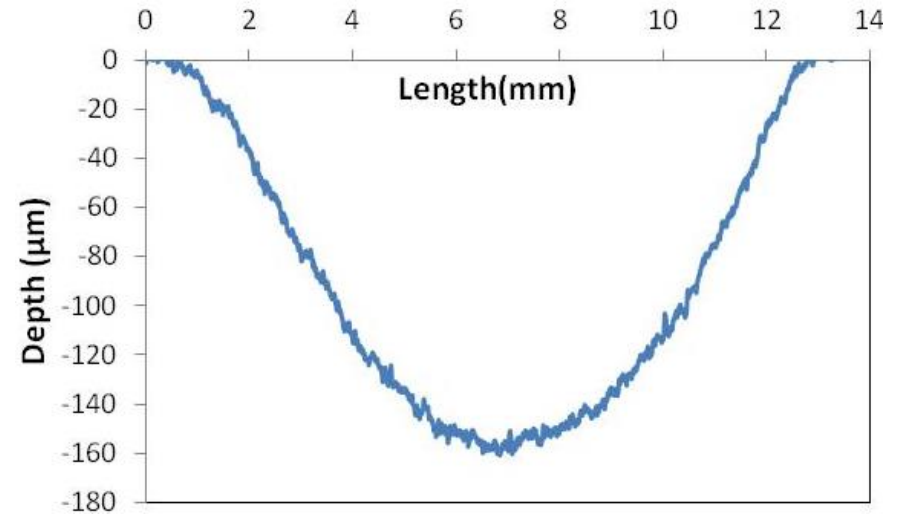
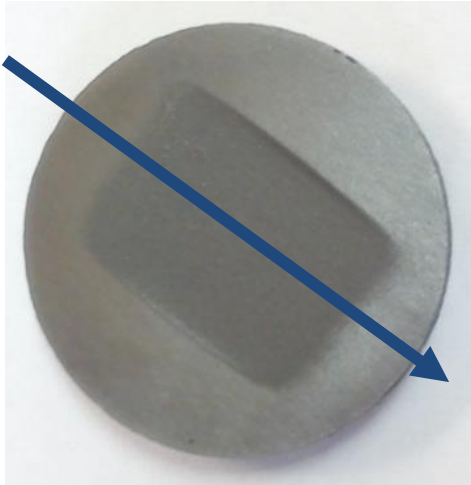


WC 12-15



WC 12-35

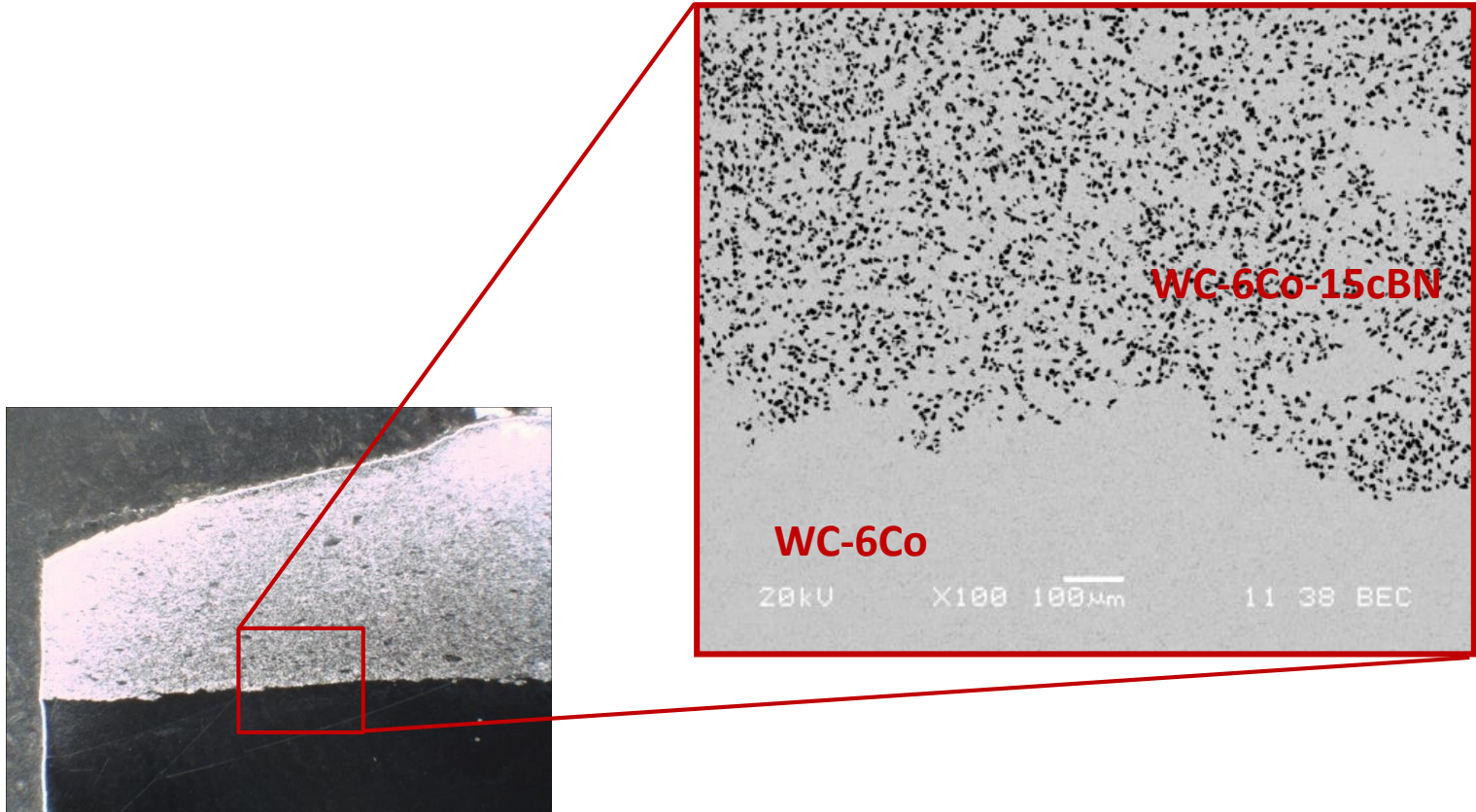
Wear tests results



- ↓ Co volume → ↓ wear
- ↑ cBN volume → ↓ wear

WC-Co-cBN based FGM material

Development of a graded composition has been demonstrated



Project(s) PhD thesis (First-DOCA DGO6)
Contributors R. Moronta Perez, P. Aubry, L. Boilet
Collaboration(s) University of Namur, Politecnico di Torino

(ELECTRO)OPTICS

- Achieve high transparency on both YAG and $\text{Ba}(\text{Sr})\text{TiO}_3$
- Achieve tunable optical properties in the specific case of $\text{Ba}(\text{Sr})\text{TiO}_3$
- Identify SPS sintering conditions leading to full density while keeping the grain size small
- Identify, where needed, optimum pre-treatment of the raw materials and/or post-treatment of the compacts enabling an improvement of the optical/electrical performances

Commercial YAG powder

Temperature influence

50MPa
 100°C/min 1050°C
 10 °C/min 1450 or 1500°C
 15min

1450°C
 $\rho \sim 100\%$

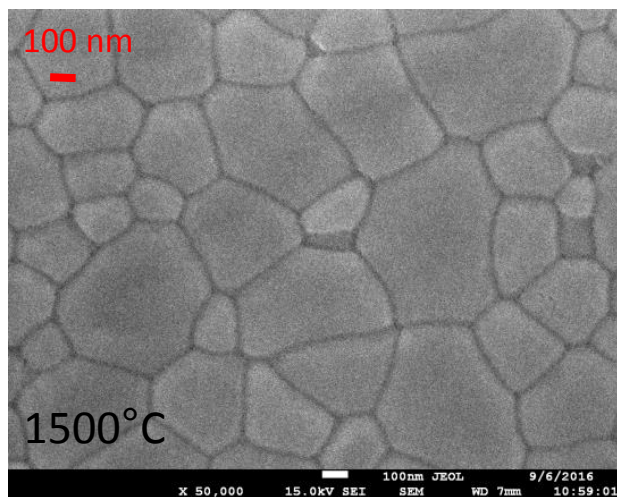


1500°C
 $\rho \sim 100\%$

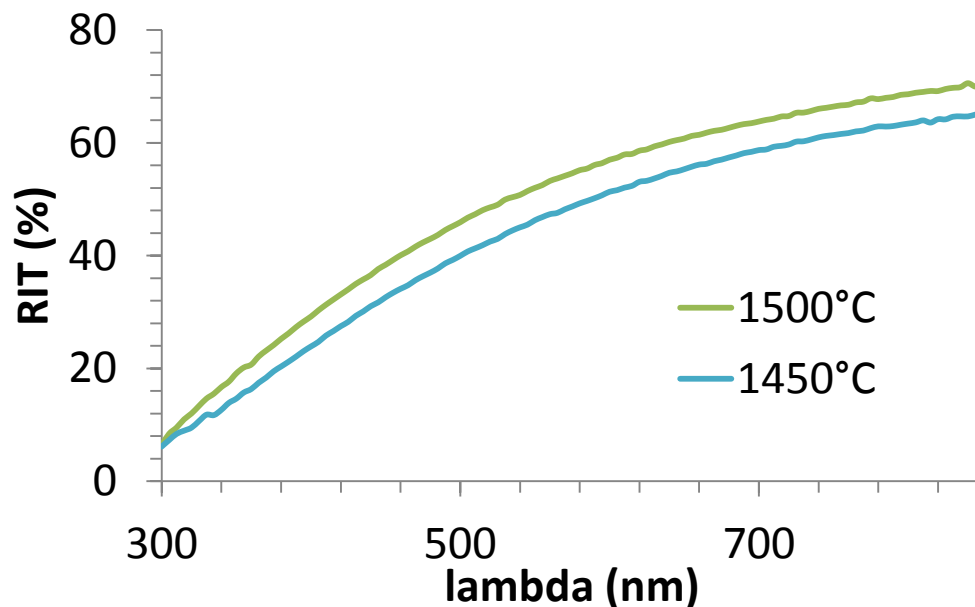


DRX- pure YAG

Slight coloration



$d = (200-800\text{nm})$
 No porosity



Commercial YAG powder

Post treatment

Cycle:

5°C/min

Dwell at T_{max} 12 h

Colouration ↓

As produced



1100°C-12h

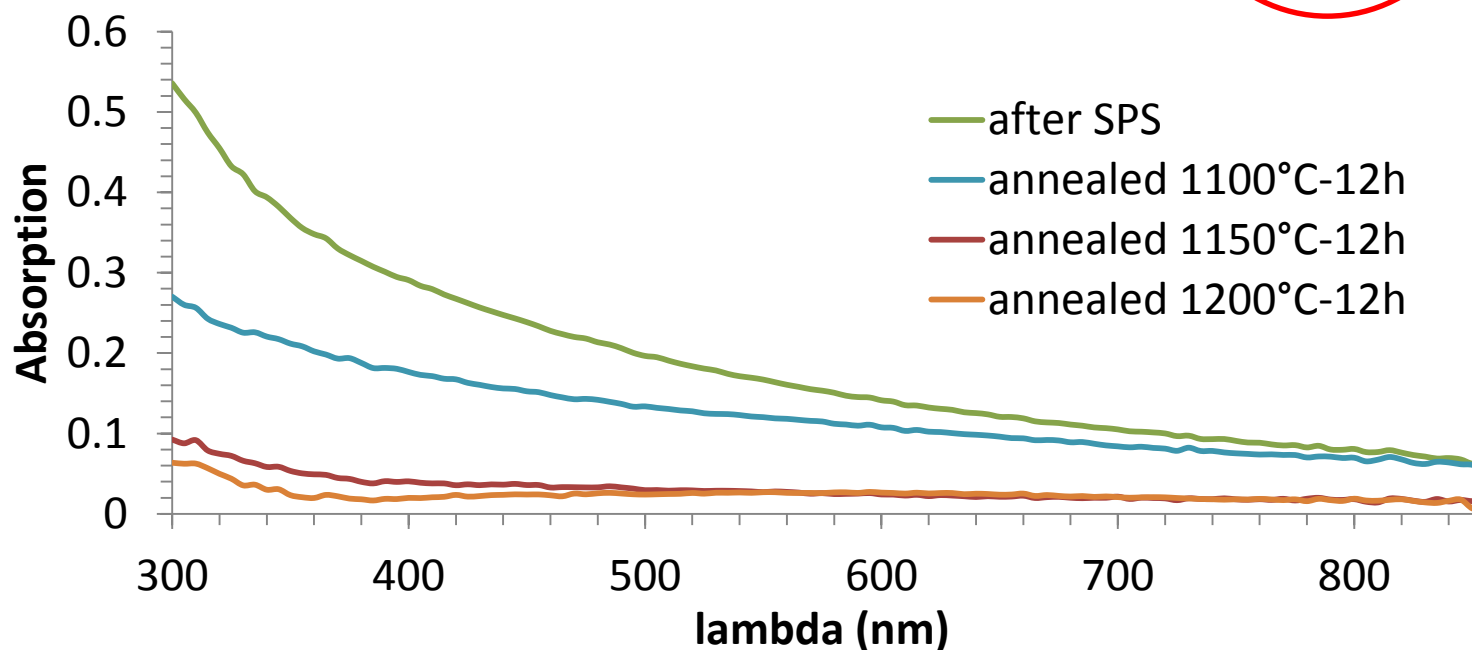
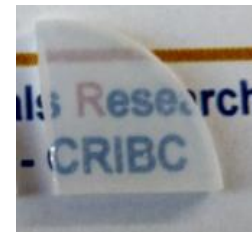


After annealing

1150°C-12h



1200°C-12h



Best results

TFT: 75%

RIT: 66%

Commercial BaTiO₃ powder

Optimization by dispersion

Dispersion and drying conditions

Isopropanol +Turbula BM 24h

Drying: rotavapor

After SPS

Better homogeneity

Grain size < 1μm

➡ Less agglomerates lead to a more homogenous compaction
and exaggerated grain growth removal

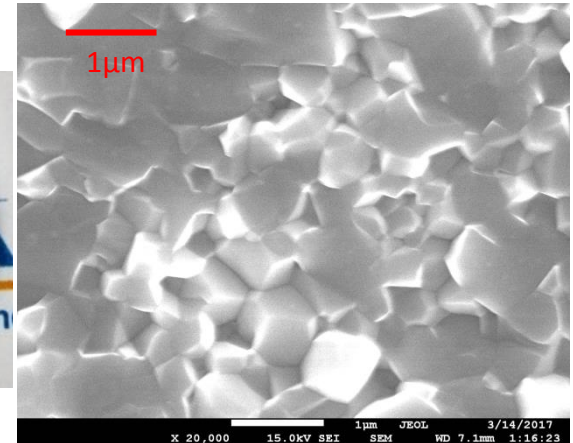
Air annealing

Different annealing conditions tested (700-950°C for 1-12h)

Chosen conditions: 800°C 6h

➡ Darkening decreases → Translucent
Grain size constant

1050°C
99.9%



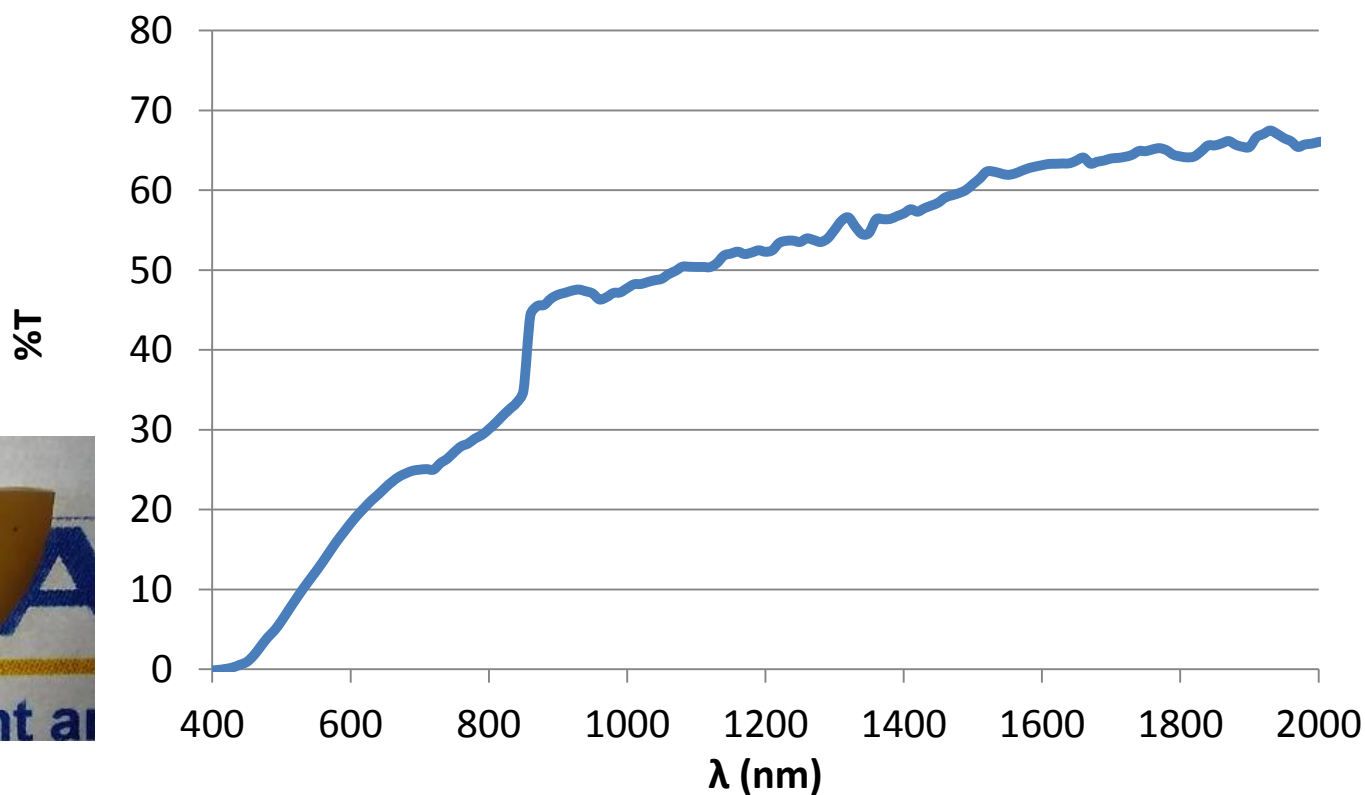
t = 1mm

Optical transmission

After annealing

Slight transmission in the VIS (17% TFT at 600nm)

Good transmission in the IR



Project(s) LoCoTED (ERDF), master and PhD thesis UCLouvain
Contributors P. Aubry, V. Dupont, J.P. Erauw, C. Ott, D.H. Makuanga,
F. Timmermans, C. van der Rest
Collaboration(s) UCLouvain, Ulg, CRM group

THERMOELECTRICS

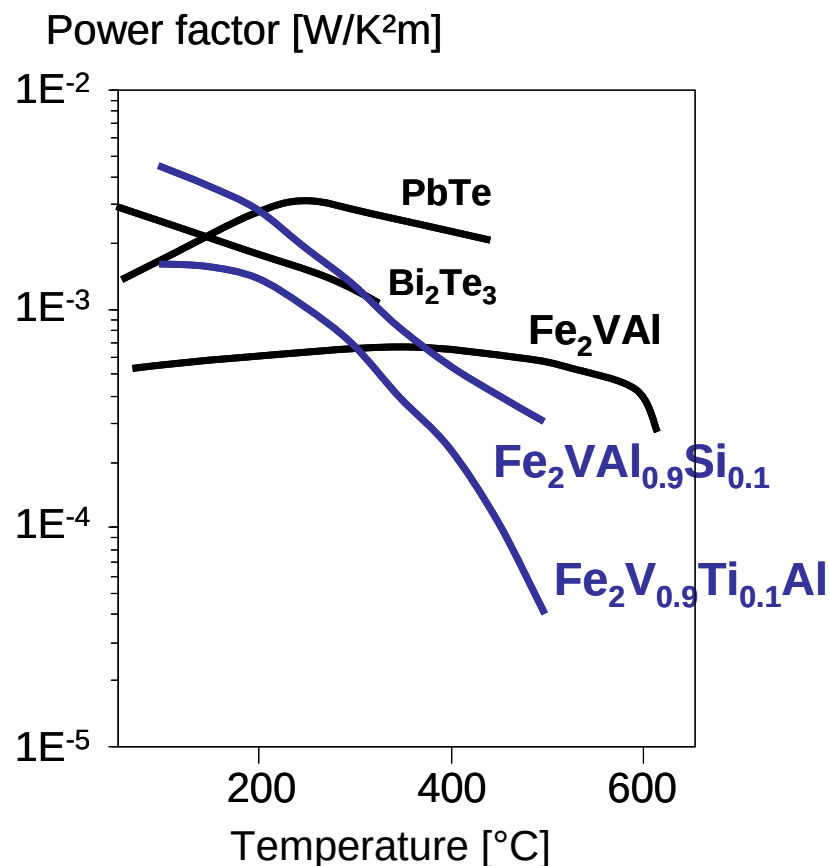
Fe₂VAI - an attractive TE material

The Fe₂VAI compounds are thermoelectric materials that meet most requirements for industrial applications

The constitutive elements are abundant, cheap and non-toxic

The power factor ($PF = \alpha^2 \sigma$) is similar to that of Bi₂Te₃ below 250°C

The Seebeck coefficient can be modulated by doping



Based on Y. Nishino published data

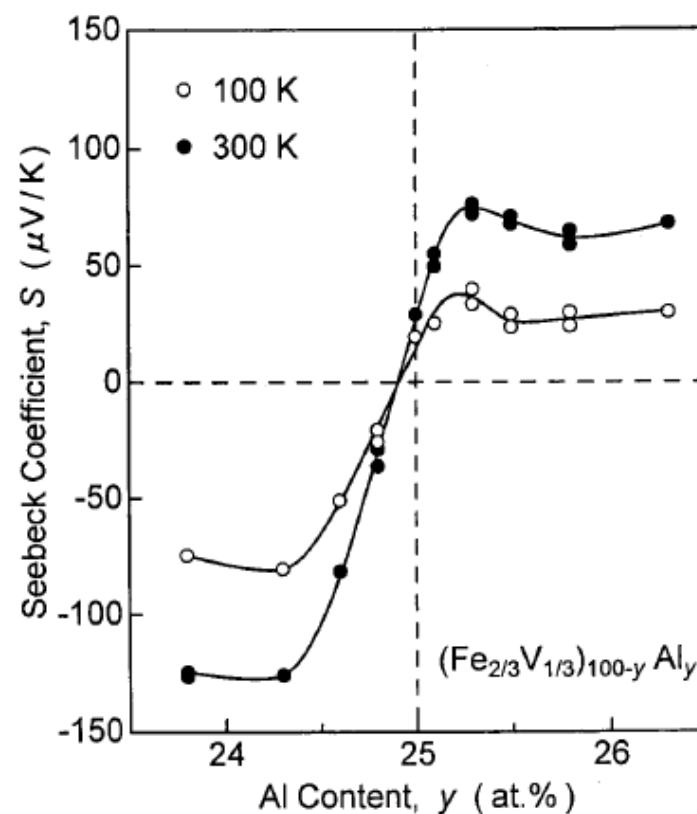
Fe₂VAl - an attractive TE material

The Fe₂VAl compounds are thermoelectric materials that meet most requirements for industrial applications

The constitutive elements are abundant, cheap and non-toxic

The power factor ($PF = \alpha^2 \sigma$) is similar to that of Bi₂Te₃ below 250°C

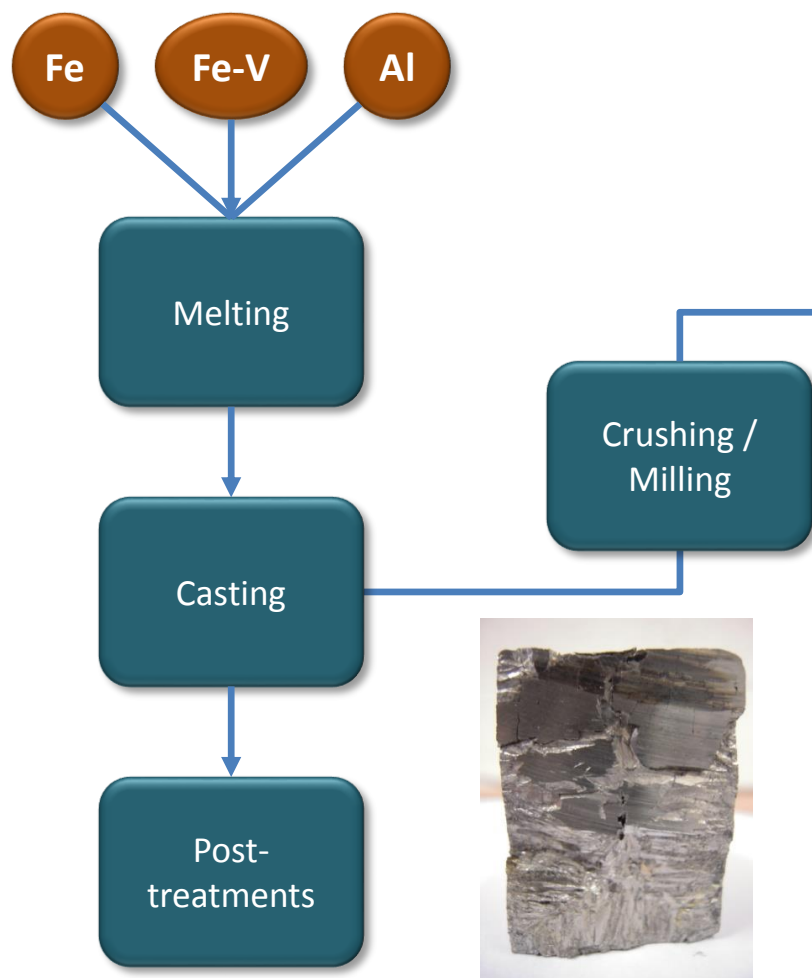
The Seebeck coefficient can be modulated by doping and/or off-stoichiometry



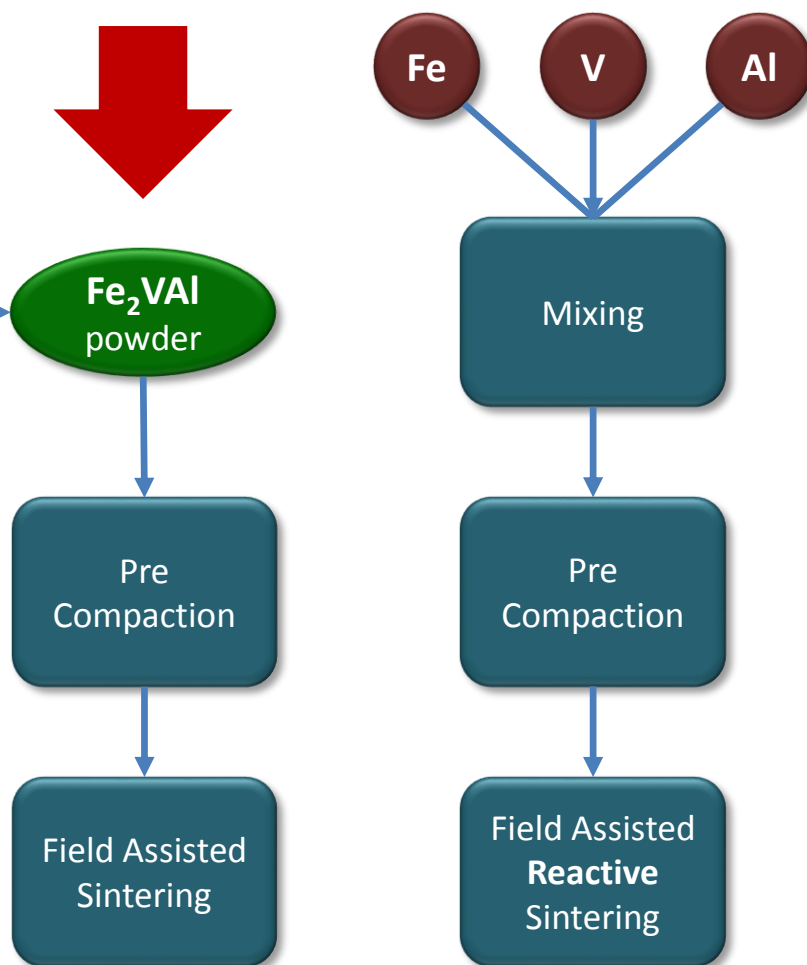
Y. Nishino *et al.*, Physical Review B, [63] 233303

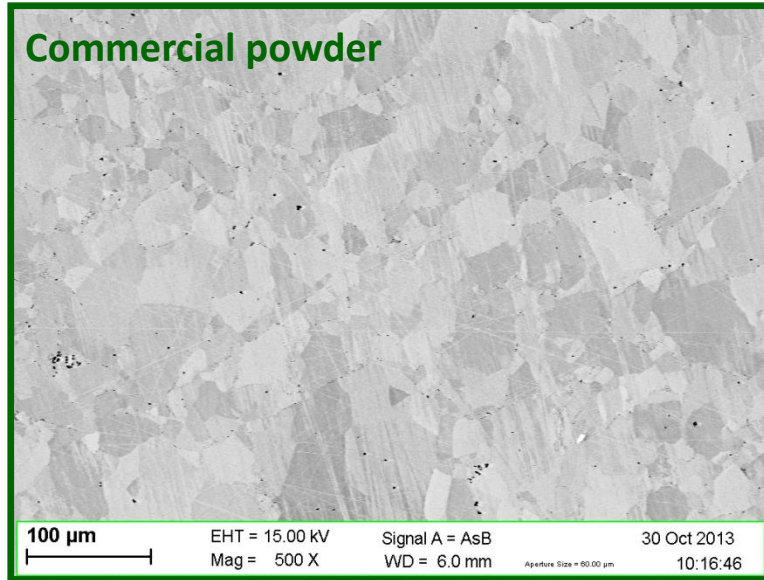
Fe₂VAI - Elaboration strategies

Classical Metallurgy Route

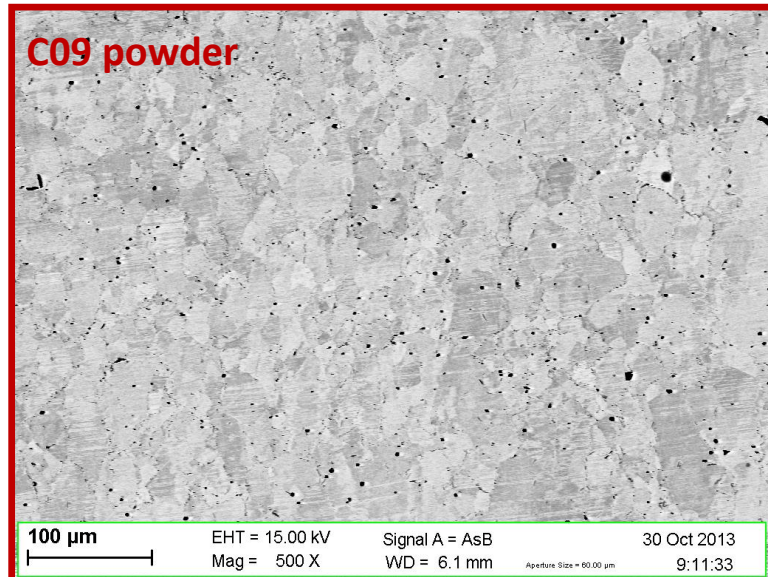
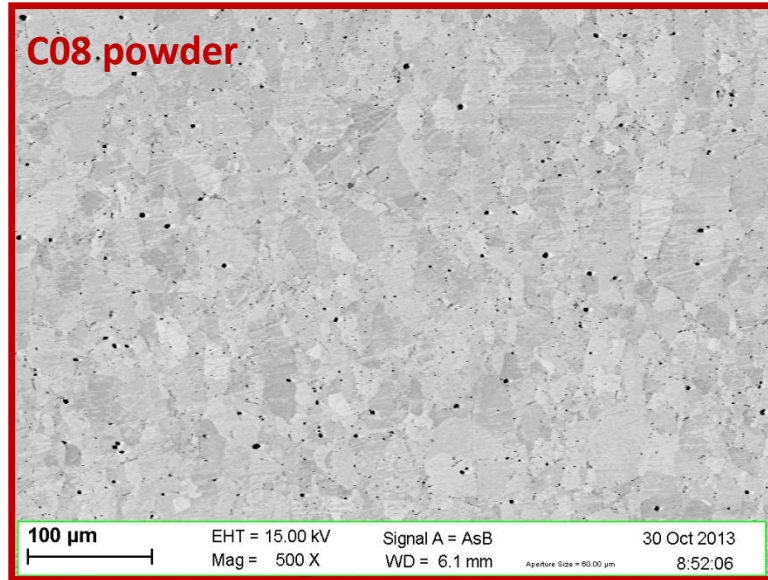


Powder Metallurgy Route

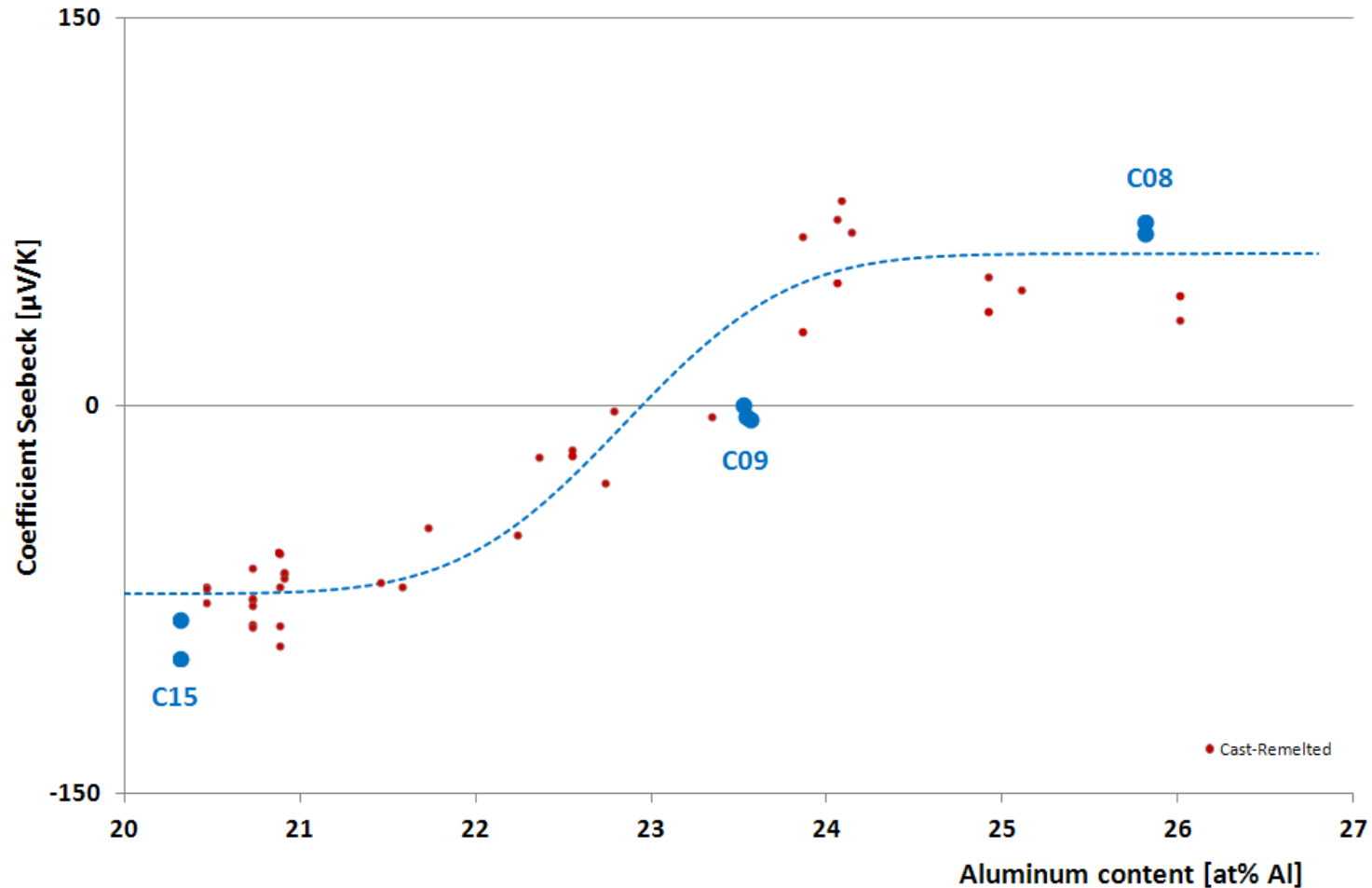




Homogeneous dense
microstructure with a few isolated
pores and fine globular
precipitates along grain
boundaries and in isolated clusters

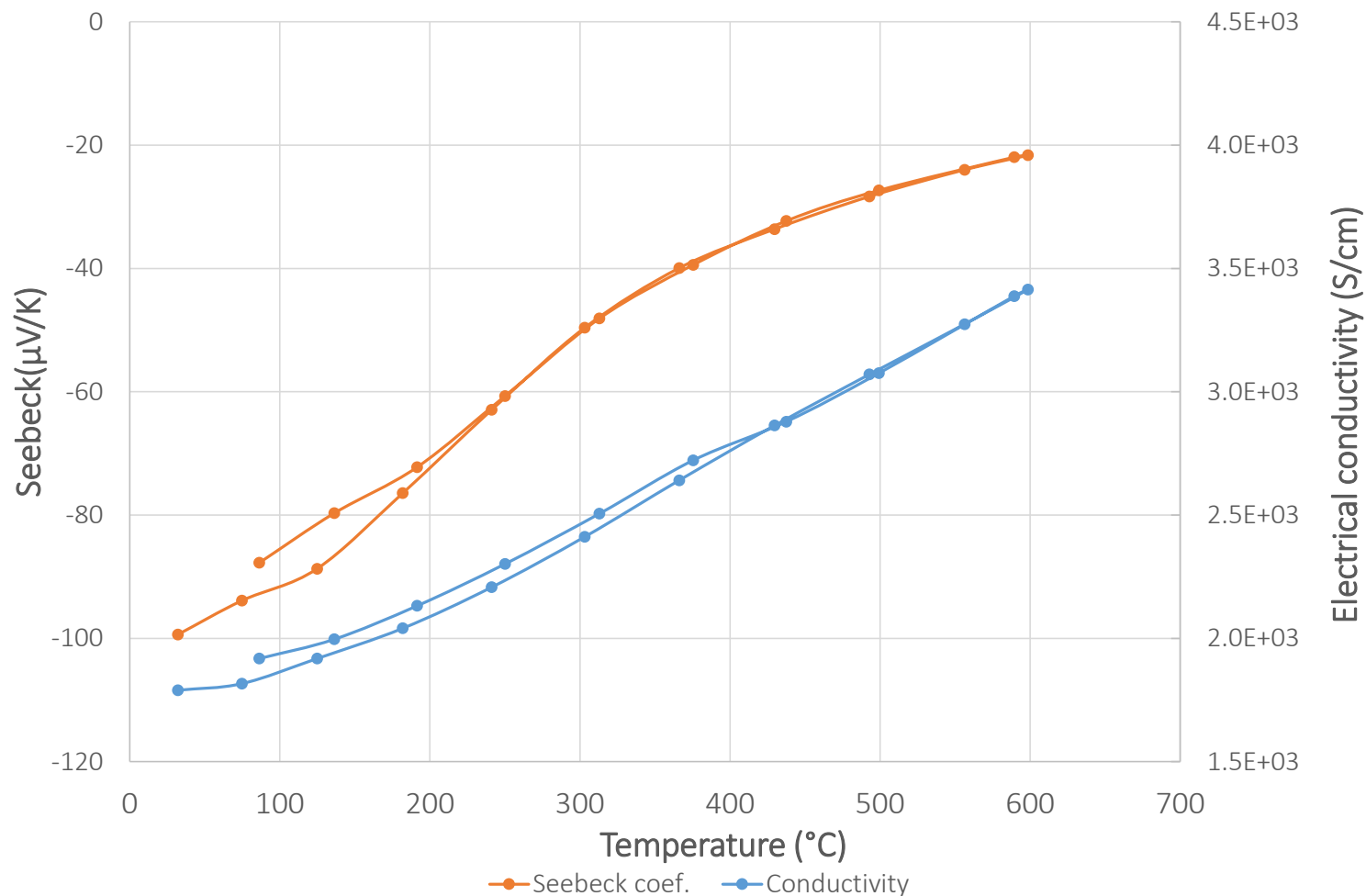


Seebeck coefficient as expected



Further development led to highest Seebeck coefficient for Fe₂VAI

C19 - best n



On-going work – Sputtering targets



Near full density, homogeneous 80 mm diameter sputtering targets have been prepared under hybrid sintering mode on the HHP D125 unit.

They are currently under investigation for the deposition of thin thermoelectric films.

ID	Diamètre mm	ρ_{app} g/cm ³	Open poro %	$\rho_{squel.}$ g/cm ³
Batch H289	80	6.54 6.56*	0.3 0.2*	6.56 6.57*
Batch H290	80	6.54	0.1	6.55
* after grinding				

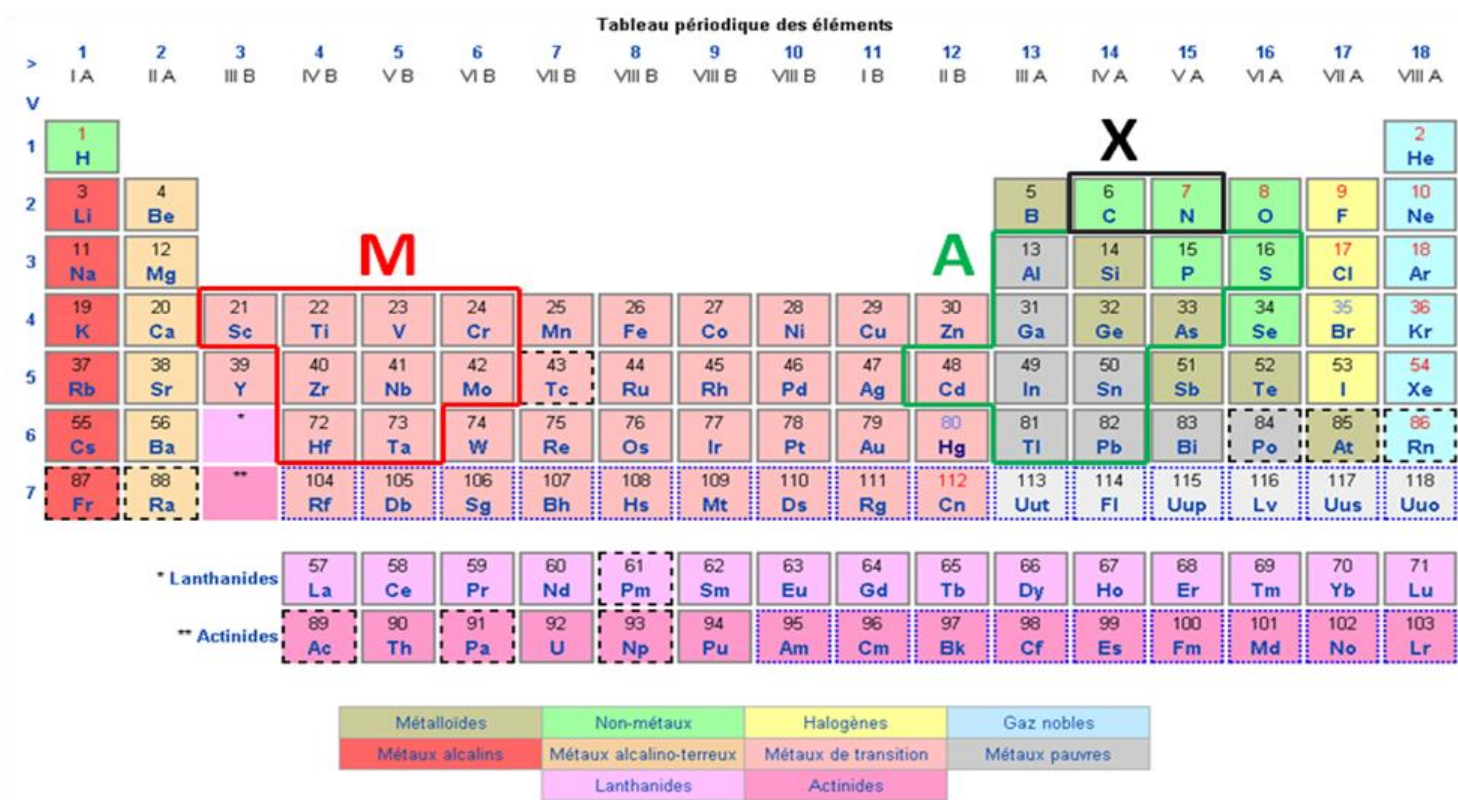
Project(s) CeraMAX (ERDF), PhD thesis University of Blida
Contributors P. Aubry, M. Demuynck, V. Dupont, J.P. Erauw, Y. Hadji
Collaboration(s) UCLouvain, UMONS-FPMs, University of Blida

MAX PHASES

Class of « new » compounds in which :

- M is a transition metal (Sc, Ti, V, Cr, Zr, Nb, Mo, Hf ou Ta)
- A is an element of group A (Al, Si, P, S, Ga, Ge, As, Cd, In, Sn, Ti, Pb)
- X is either carbon or nitrogen.

Tableau périodique des éléments



	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
	I A	II A	III B	IV B	V B	VI B	VII B	VIII B	VIII B	VIII B	I B	II B	III A	IV A	V A	VI A	VII A	VIII A
1	1 H																	2 He
2	3 Li	4 Be											5 B	6 C	7 N	8 O	9 F	10 Ne
3	11 Na	12 Mg											13 Al	14 Si	15 P	16 S	17 Cl	18 Ar
4	19 K	20 Ca	21 Sc	22 Ti	23 V	24 Cr	25 Mn	26 Fe	27 Co	28 Ni	29 Cu	30 Zn	31 Ga	32 Ge	33 As	34 Se	35 Br	36 Kr
5	37 Rb	38 Sr	39 Y	40 Zr	41 Nb	42 Mo	43 Tc	44 Ru	45 Rh	46 Pd	47 Ag	48 Cd	49 In	50 Sn	51 Sb	52 Te	53 I	54 Xe
6	55 Cs	56 Ba		72 Hf	73 Ta	74 W	75 Re	76 Os	77 Ir	78 Pt	79 Au	80 Hg	81 Tl	82 Pb	83 Bi	84 Po	85 At	86 Rn
7	87 Fr	88 Ra		104 Rf	105 Db	106 Sg	107 Bh	108 Hs	109 Mt	110 Ds	111 Rg	112 Cn	113 Uut	114 Fl	115 Uup	116 Lv	117 Uus	118 Uuo
	* Lanthanides		57 La	58 Ce	59 Pr	60 Nd	61 Pm	62 Sm	63 Eu	64 Gd	65 Tb	66 Dy	67 Ho	68 Er	69 Tm	70 Yb	71 Lu	
	** Actinides		89 Ac	90 Th	91 Pa	92 U	93 Np	94 Pu	95 Am	96 Cm	97 Bk	98 Cf	99 Es	100 Fm	101 Md	102 No	103 Lr	

Métalloïdes	Non-métaux	Halogènes	Gaz nobles
Métaux alcalins	Métaux alcalino-terreux	Métaux de transition	Métaux pauvres
	Lanthanides	Actinides	

Class of « new » compounds in which :

- **M** is a transition metal (Sc, Ti, V, Cr, Zr, Nb, Mo, Hf ou Ta)
- **A** is an element of group A (Al, Si, P, S, Ga, Ge, As, Cd, In, Sn, Ti, Pb)
- **X** is either carbon or nitrogen.

Tableau périodique des éléments

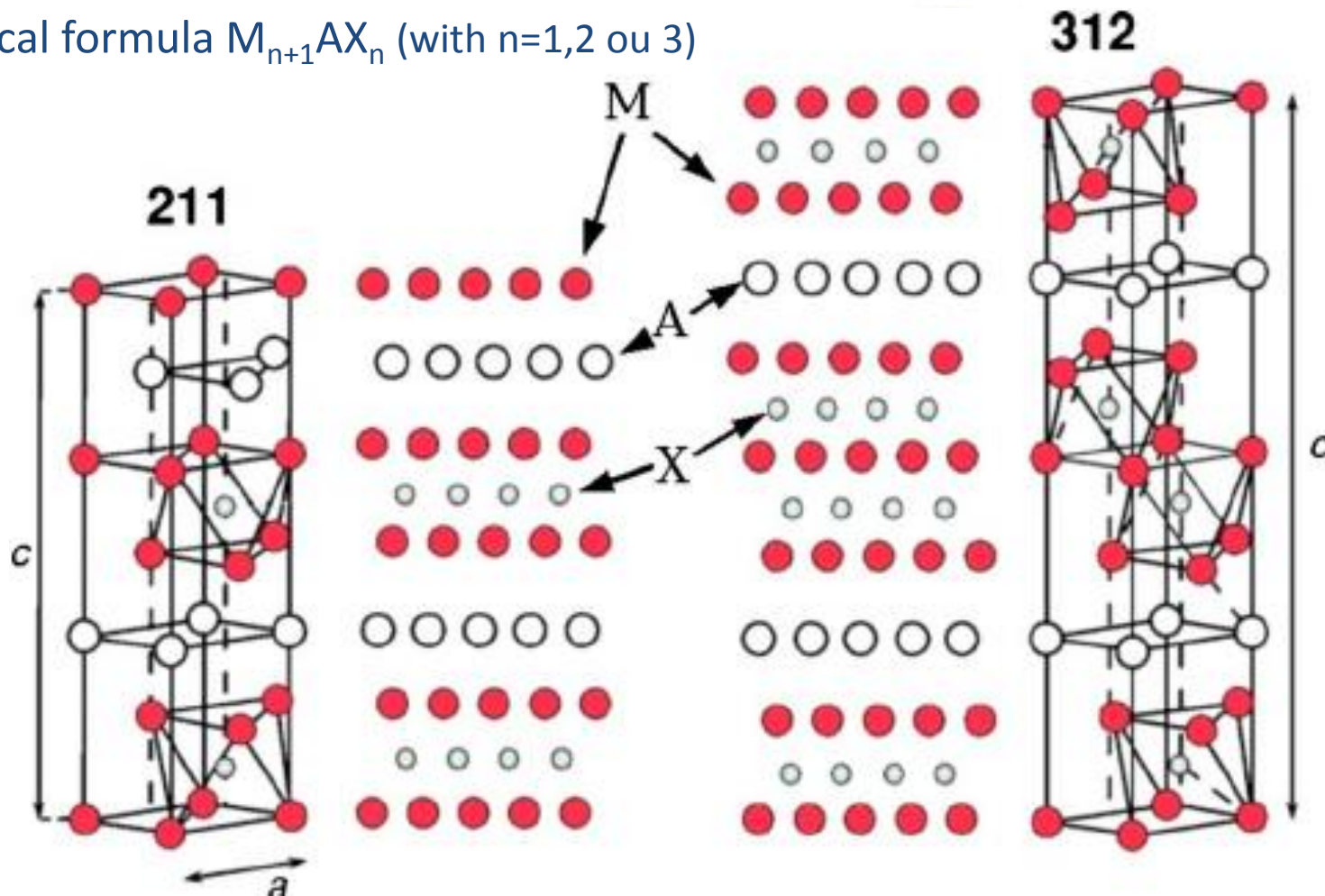
MAX Phases = ternary carbides or nitrides

Chemical formula $M_{n+1}AX_n$ (with $n=1,2$ ou 3)

Metallides	Non-métaux	Halogenes	Gaz nobles
Métaux alcalins	Métaux alcalino-terreux	Métaux de transition	Métaux pauvres
	Lanthanides	Actinides	

Layers of $M_{n+1}X_n$ carbide/nitride intercalated
with monolayers of element A

Chemical formula $M_{n+1}AX_n$ (with $n=1,2$ ou 3)



M.W.Barsoum, American Scientist 89, 34 (2001)

Layers of $M_{n+1}X_n$ carbide/nitride intercalated
with monolayers of element A

Chemical formula $M_{n+1}AX_n$ (with $n=1,2$ ou 3)

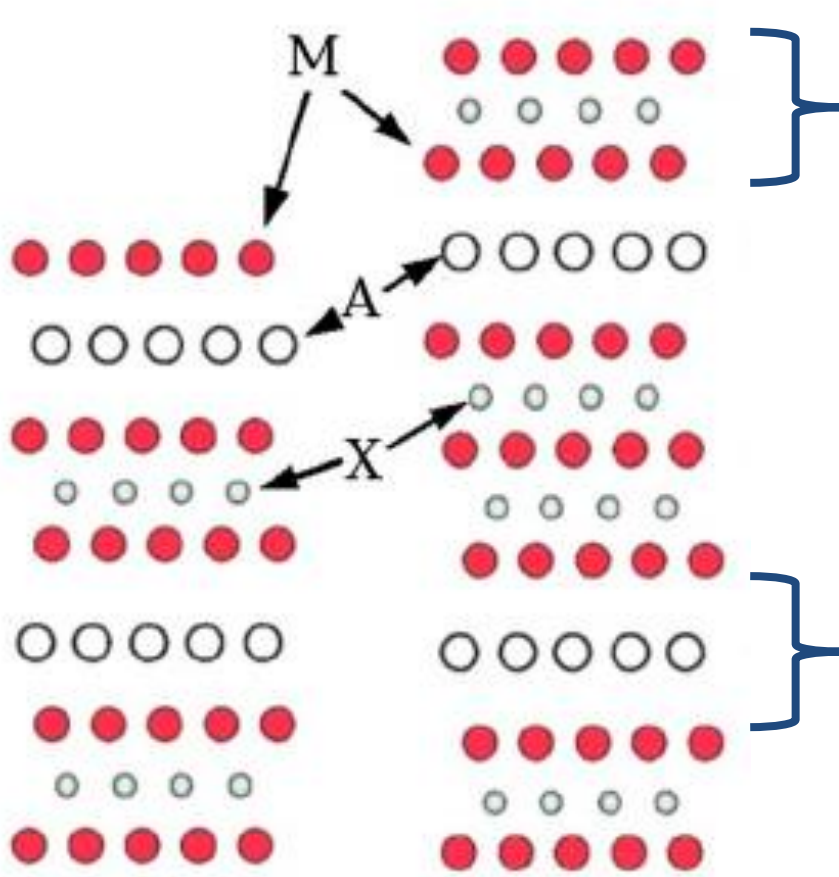
312

MAX Phases are characterized by their
(nano)lamellar structure



*M. Naguib et al., Advanced
Materials 23, 37 (2011)*

M.W.Barsoum, American Scientist 89, 34 (2001)



Excellent thermal, chemical, electrical ... properties

Nano lamellar structure

Specific deformation mechanisms

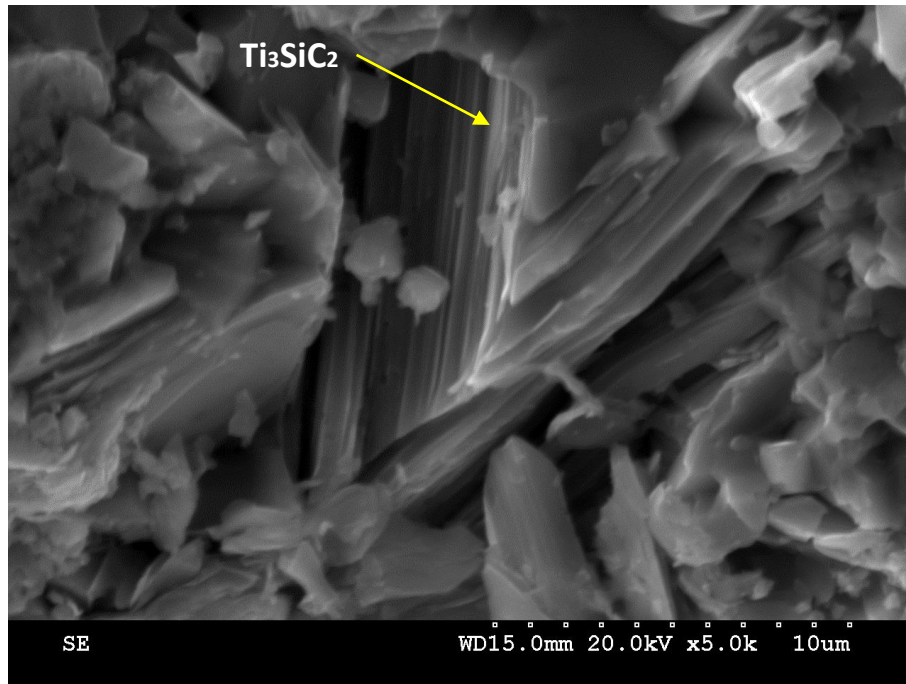


MAX Phases

Properties bridging the gap
between metals and ceramics



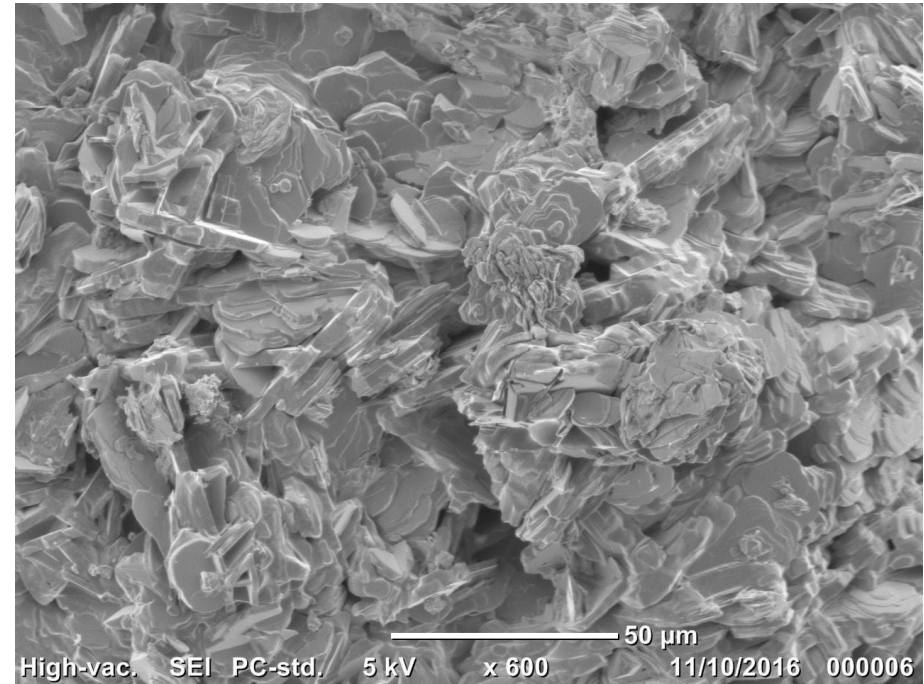
Bulk sample reactively SPS sintered
@ 1500°C



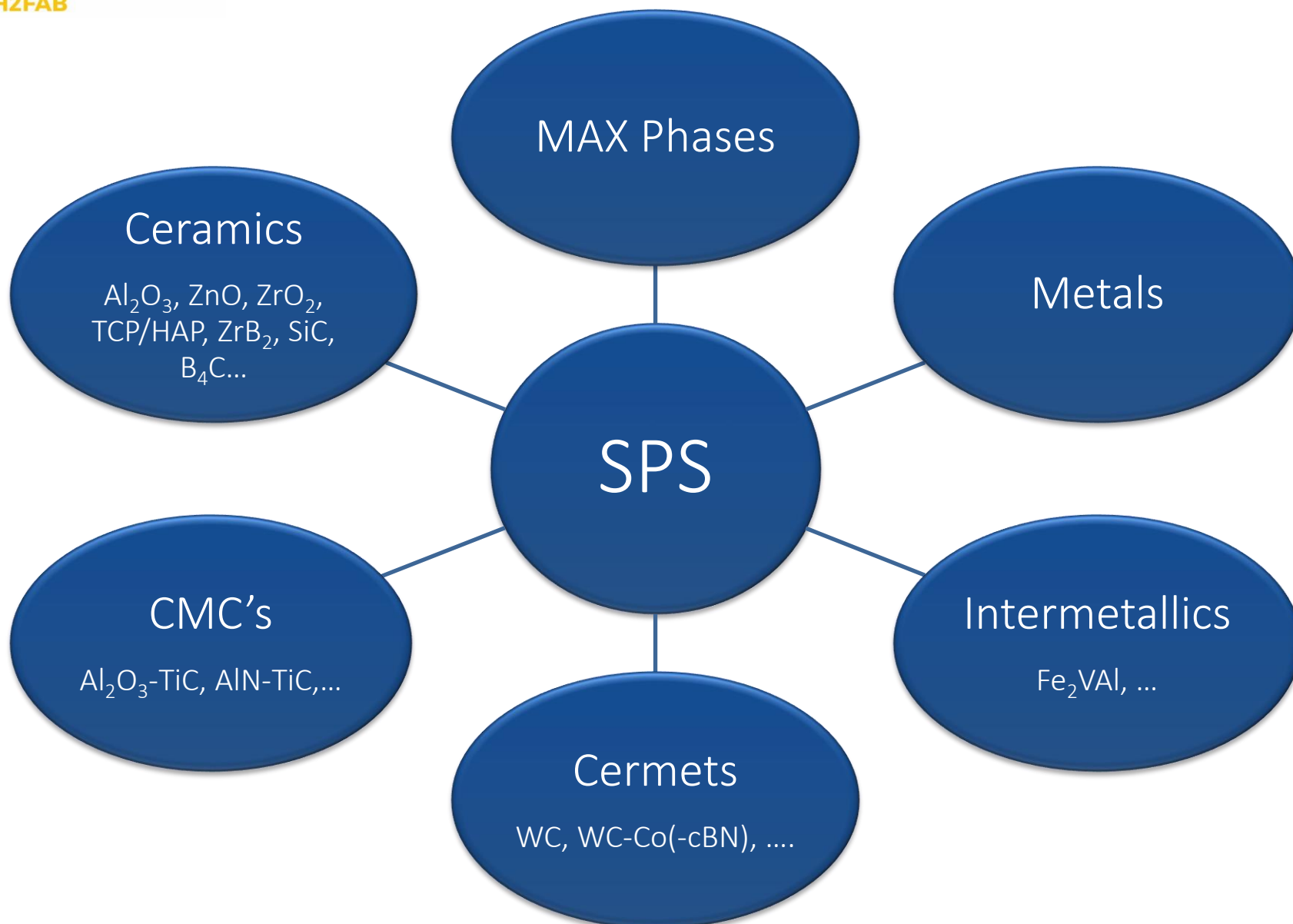
Reference materials



Powder reactive synthesized in SPS
@ 1350°C



Mixture of 211 and 312 phases



Basic research

- Insight in the fundamental mechanisms
- Process modelling

Innovative Materials

- Wear resistant
 - (Electro) optics
 - Thermoelectrics
 - « Polyvalent »
- Cermets and composites
YAG, Ba(Sr)TiO₃
(Semi) Heussler compounds
MAX phases

Technical Improvements

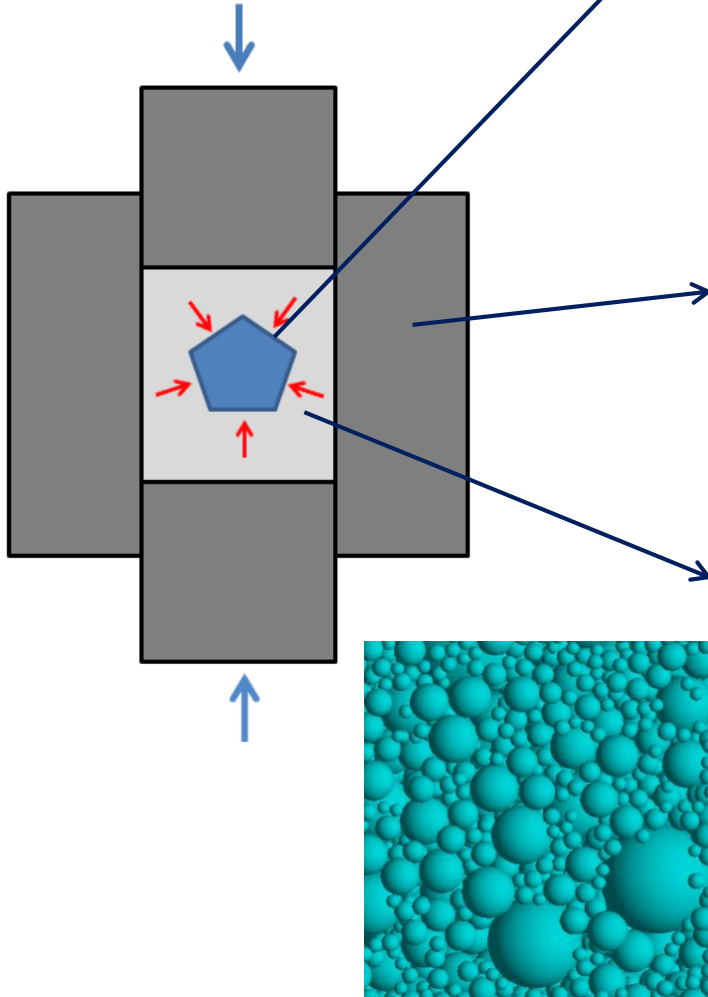
- Upscaling
- Shape complexity

Project(s) SHAPESPS (DGO6)
Contributors M. Demuynck, V. Dupont, S. Hocquet
Collaboration(s) Ulg-GRASP

SHAPE COMPLEXITY

Rationale of the ShapeSPS project

Quasi isostatic SPS



1 - Green part processing

- ❑ Take into account the dimensional variations during sintering
- ❑ Take care of debinding problem: compatible with the powder bed, low volume of gas → debinded?, pre-sintered?

2 - Sintering parameters

- ❑ Reach the wished density
- ❑ Take into account any deformation induced by the pressure

3 - Powder bed properties and numerical modeling

- ❑ Optimal properties of the powder bed
 - Powder flowability
 - Indentation problem
 - Forces dispersion
 - Recycling of the powder bed (i.e. does not sinter)
- ❑ Relative dimensions (part ↔ die)

- Uniaxial and isostatic pressing of powder of WC-12%Co
- Laser machining based on CAD model
- SPS cycle under optimal conditions of load and temperature



H_{tot}_{ini}
= 10,65mm

H_{spike}_{ini}
= 5,90mm

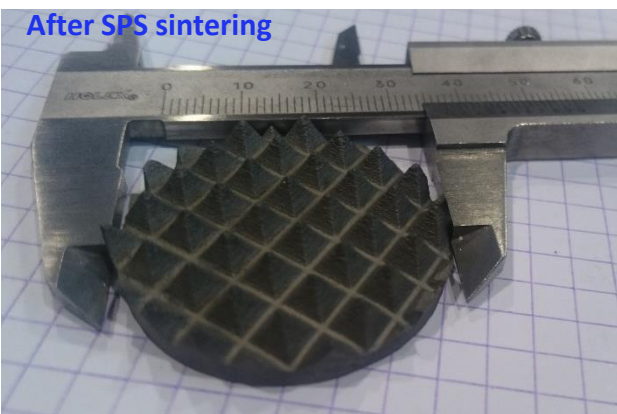
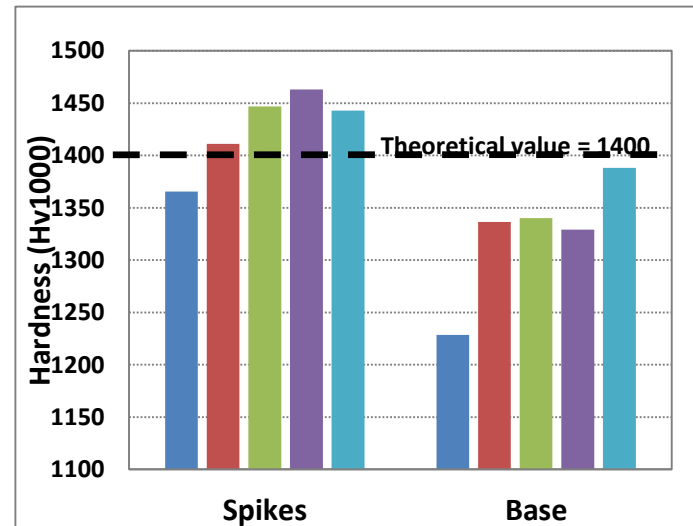
« Boucharde » part – Tool 80mm
1280°C-20min-100kN



Hardness measurement
(HV1000) on base and spikes

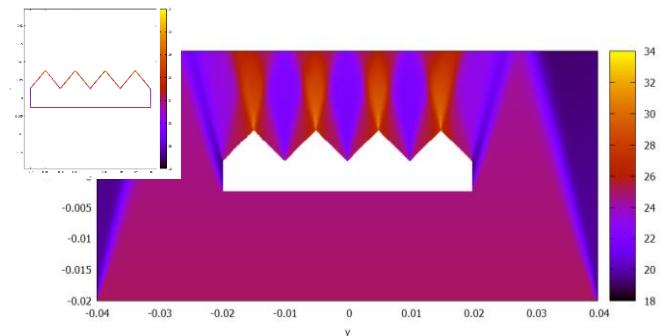
Hardness

- Pure WC ~ 2200
- WC + 6% Co ~ 1550
- WC + 12% Co ~ 1400



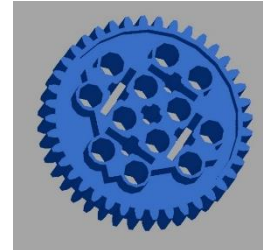
Density after sintering : 13.96 or 97.6%

Reinforcement on spikes,
explained by 2D model
(larger force applied by the
granular media on spikes)



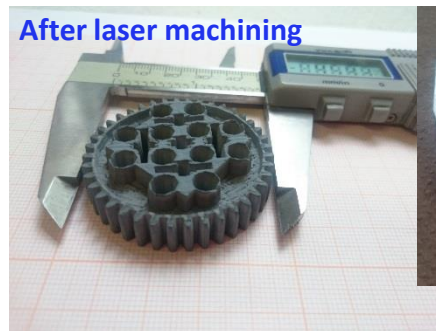
H_{tot}_{fin} = 7.85mm H_{spike}_{fin} = 4.30mm

- Uniaxial and isostatic pressing of alumina powder
- Laser machining based on CAD model
- Debinding (700°C) and pre-sintering at 1100°C/3h
- SPS cycle under optimal conditions of temperature and load



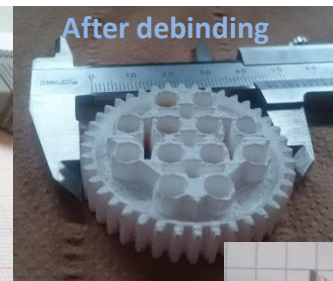
Turbine – Tool 40mm
1600°C-10min-3kN

**Density after sintering: 3.78
(95.0%)**



After laser machining

Gear – Tool 80mm
1500°C-10min-40kN



After debinding

**Density after sintering: 3.82
(96,1%)**

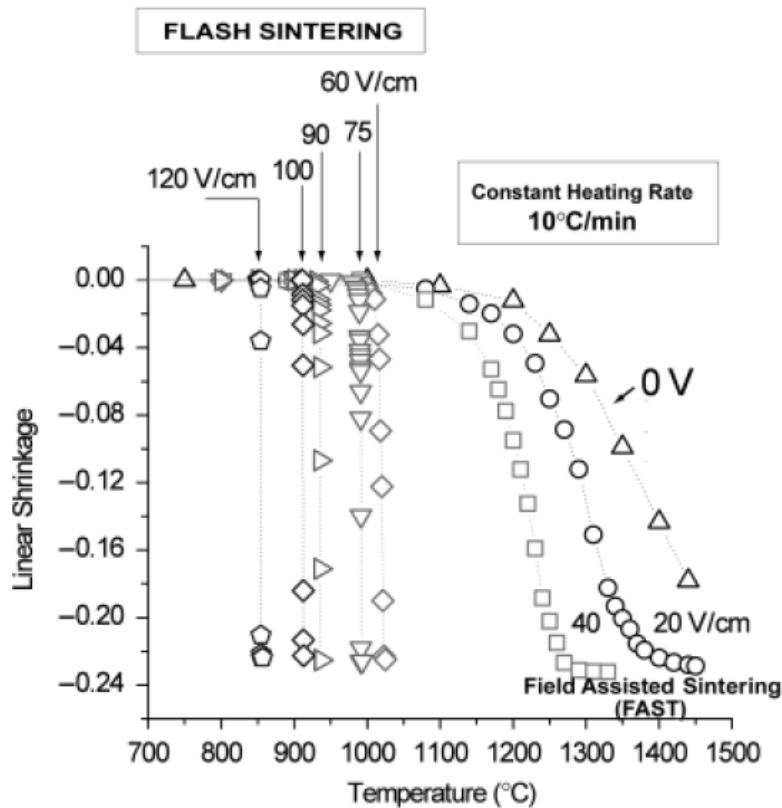
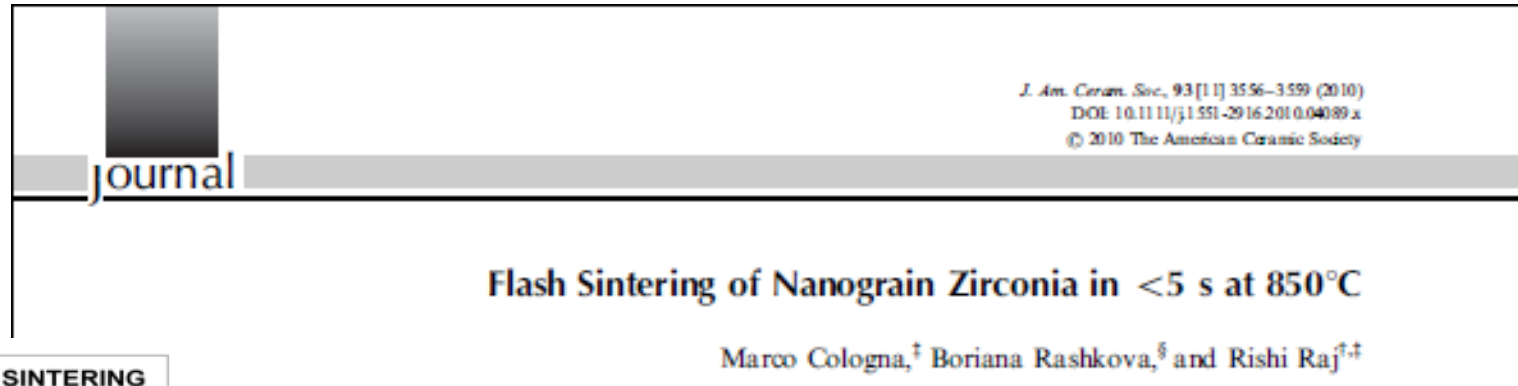
Shrinkage diameter : 2%
Shrinkage height : 26%



After sintering SPS



FLASH SINTERING



- densification quasi-instantanée
- d'un compact porté progressivement en température
- en présence d'un champ électrique dépassant une valeur seuil

In Situ Thermometry Measuring Temperature Flashes Exceeding 1,700°C in 8 mol% Y_2O_3 -Stabilized Zirconia Under Constant-Voltage Heating

Jungdeok Park and I-Wei Chen[†]

Mécanismes invoqués

- Forte augmentation locale de température aux joints de grains (d'autant plus marquée que les cols entre particules sont restreints)
- Nucléation de défauts (paires de Frenkel)
- Interaction avec les charges d'espace

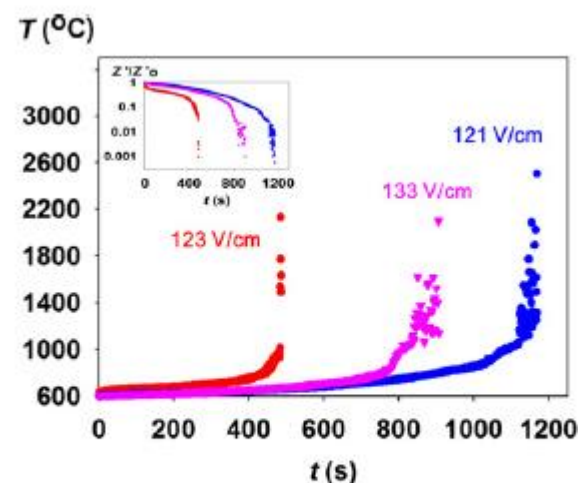
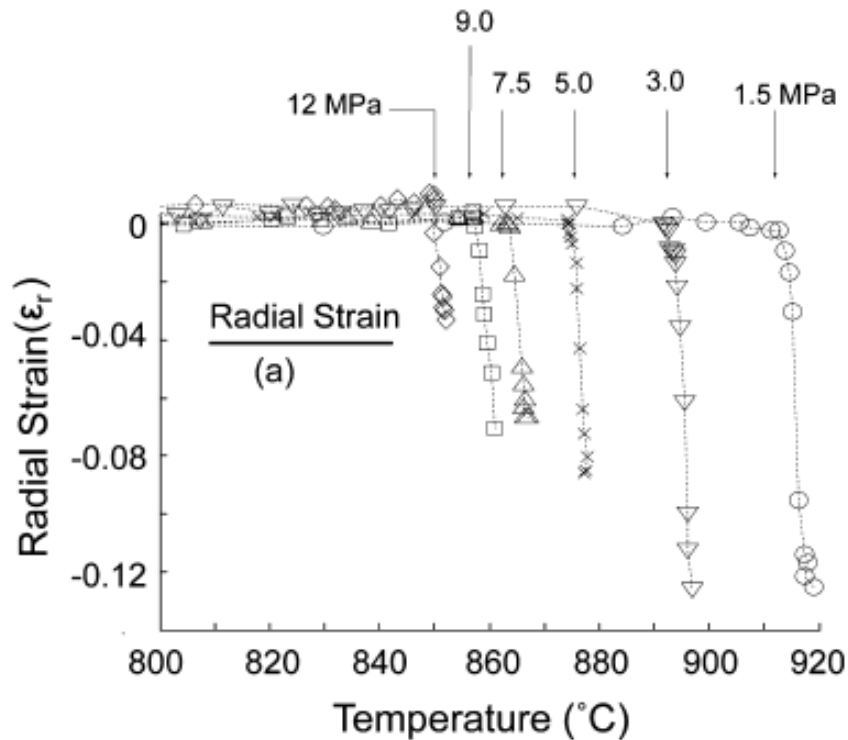


Fig. 6. Temperature of 8YSZ samples (0.6–0.69-mm thick) under constant voltage (8–8.5 V). Inset: decrease in resistance relative to initial value. Furnace heating rate: 10°C/min.

Flash-Sinterforging of Nanograin Zirconia: Field Assisted Sintering and Superplasticity

John S.C. Francis[†] and Rishi Raj

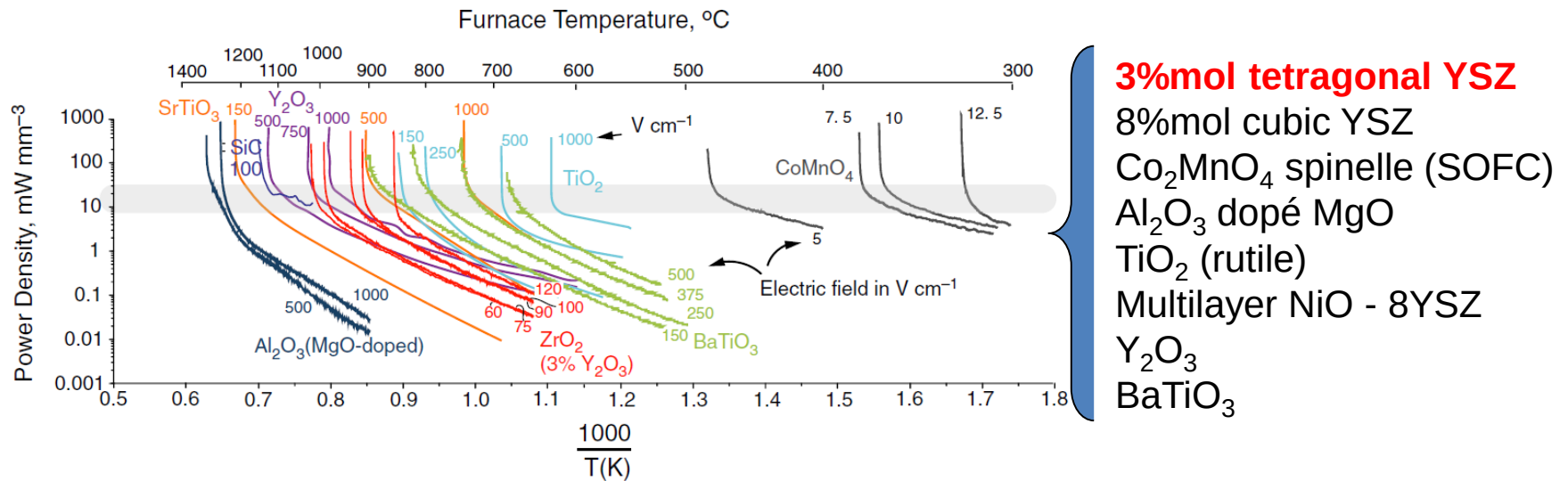
Electric Field = 100 V/cm

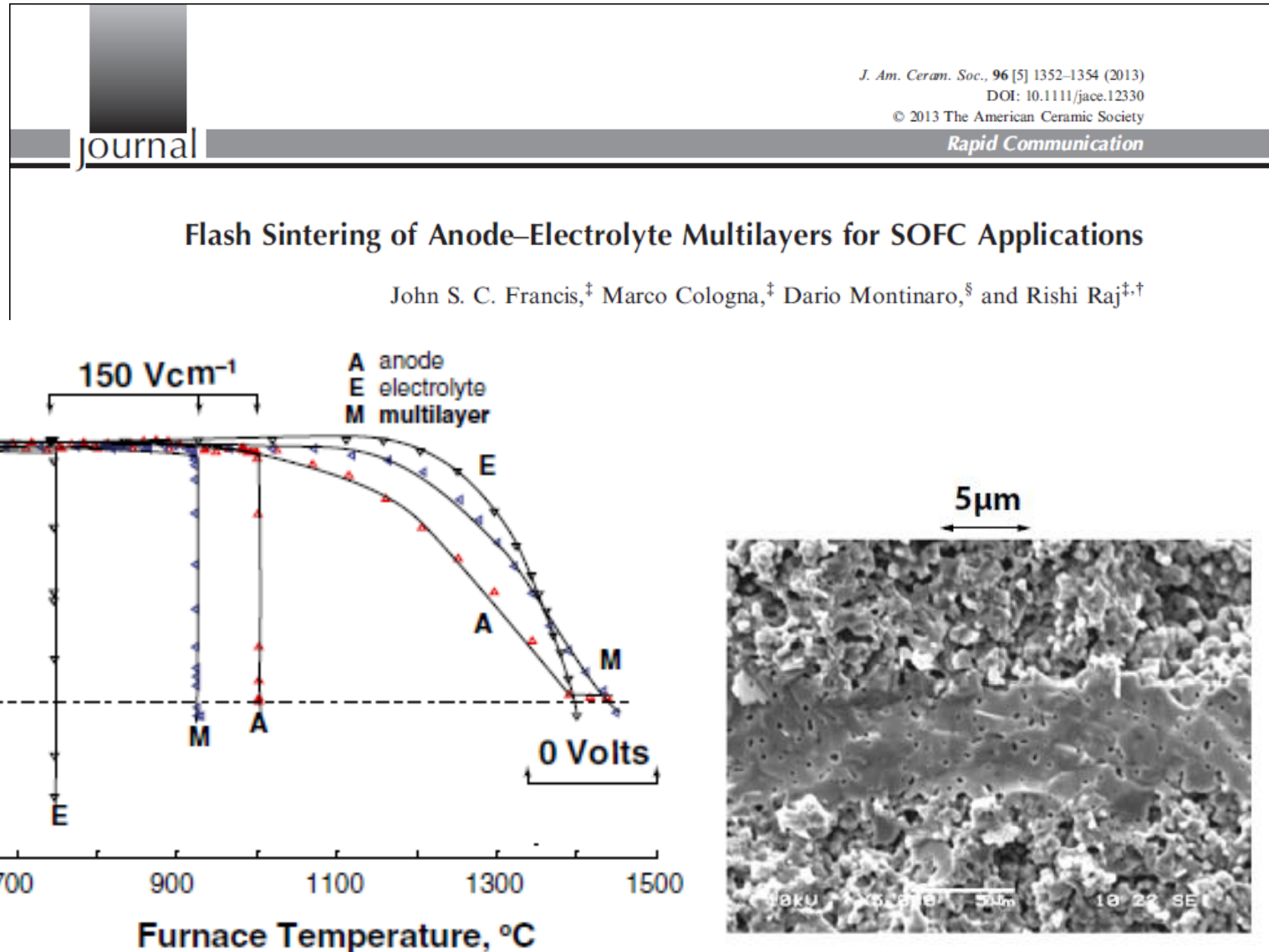


- A champ électrique fixé, on relève une diminution de la température seuil pour des contraintes appliquées croissantes

Applicable à tout matériau ?

- Rapporté essentiellement (mais pas uniquement) pour des oxydes
- Grandes variations de la valeur seuil du champ électrique selon le matériau considéré





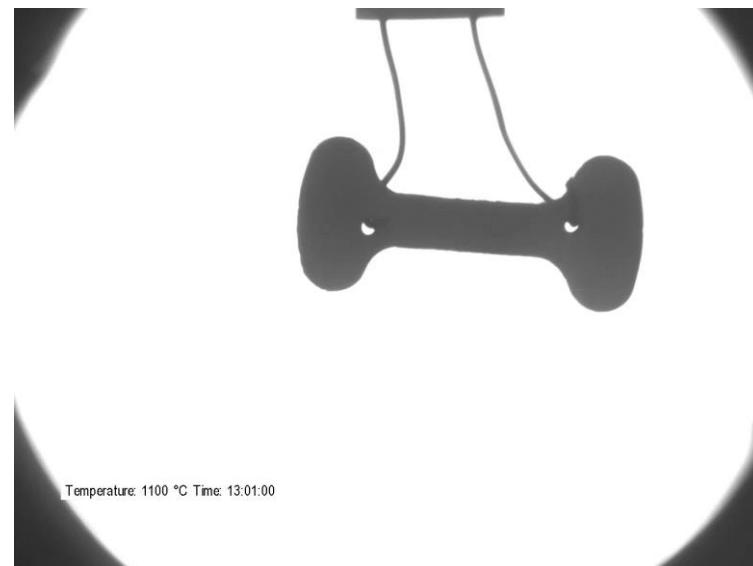
FLASH SINTERING @ BCRC

Project(s) FlashSint (ERDF)
Contributors L. Boilet, M. Demuynck, S. Hocquet
Collaboration(s) Université de Liège (Institut Montefiore)

FRITTAGE FLASH A L'ECHELLE PILOTE

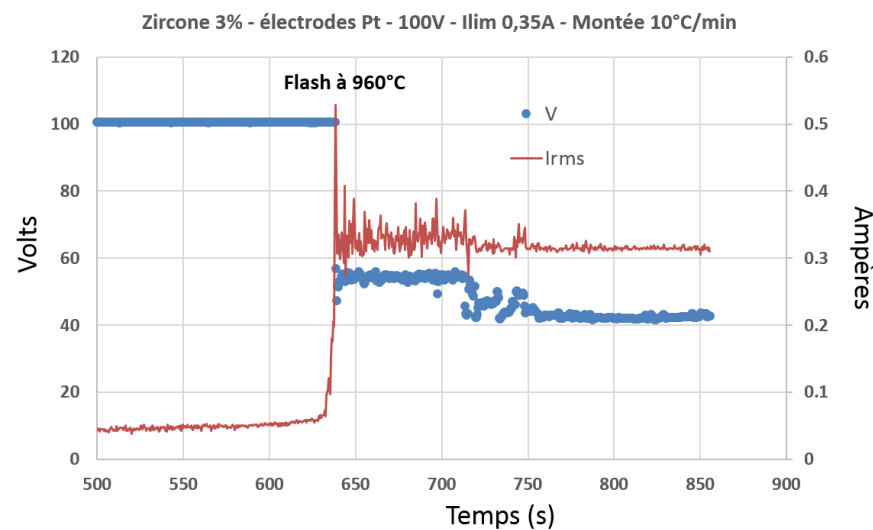
Essais à température constante

Température four (°C)	Tension (V/cm)	I _{max} (A)
950	115	0,35
1000	106	0,35
1050	100	0,35
1100	92	0,35
1150	62	0,35



Essais à vitesse de chauffe/tension constante

Tension (V/cm)	Température four (°C)	I _{max} (A)
100	980	0,35
125	950	0,35
150	840	0,35



Low Energy Firing Project

Lucideon (UK)

Objectif :

commercialisation de la technologie de frittage sous champ électrique (frittage flash) pour la production continue de produits céramiques à basse température (750-900°C)



20-metre kiln (source www.ceram.com)

- ❖ The DGO6 (Wallonia, Belgium) is greatly acknowledged for the financial support of the research projects STEELFSW, FSW-PME, SHAPESPS, First Do.C.A. SPS, First Do.C.A. Ceropt
- ❖ The European Regional Development Fund (ERDF) and Wallonia, are gratefully acknowledged for their financial support to the research projects T-REX-EquiDeR, T-REX-Cerapide, IMAWA-CeraMAX, IMAWA-FlashSint, FMF-LoCoTED in the frame of the “Convergence programme” and “Transition programme”

ACKNOWLEDGMENTS



The European Regional Development Fund and Wallonia invest in your future

My colleagues

Laurent Boilet

Michel Cambier

Maryse Demuynck

Vedi Dupont

Stéphane Hocquet

Rosa Moronta Perez

ACKNOWLEDGMENTS

Merci pour votre attention

Questions?



CRIBC (chef de file)

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



Materia Nova

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



UVHC-LMCPA

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



CRITT-MDTS

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



Matikem

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



POM Oost-Vlaanderen

Gent
+32 (0) 9 267 86 33



Wallonie



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

Jean-Christophe HORNEZ

M. Dehurtevent, L. Robberecht, S. Chamary, H. Curto, 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.

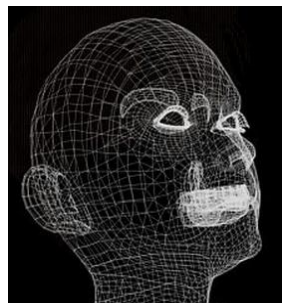


Chuck Hull

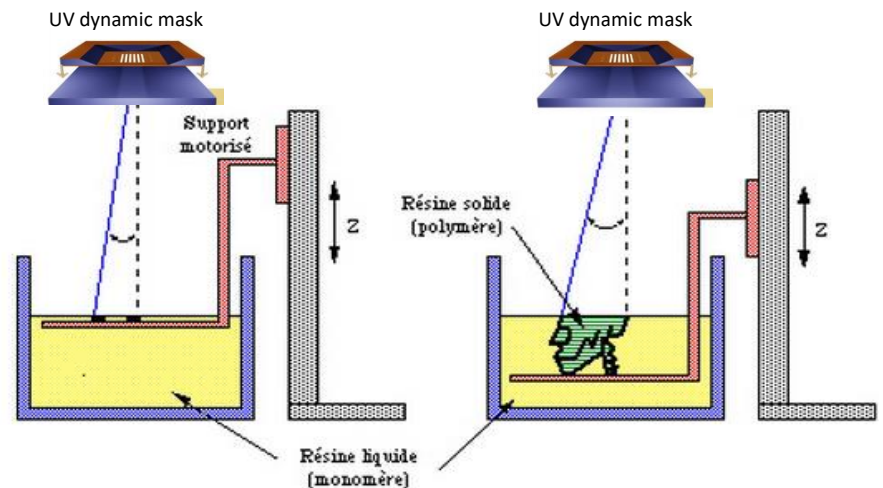
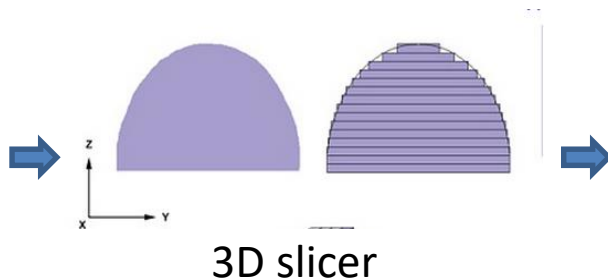
Hull définit la **stéréolithographie** comme une méthode de **création d'objets en 3D par impression successives** de couches minces, en utilisant une matière durcissable au contact de lumière ultraviolette. Un faisceau concentré de lumière ultraviolette est appliqué sur la surface du photopolymère liquide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

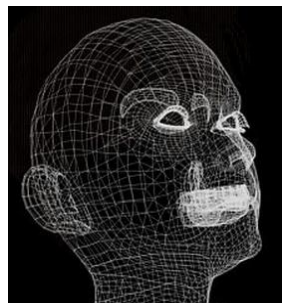


CAO

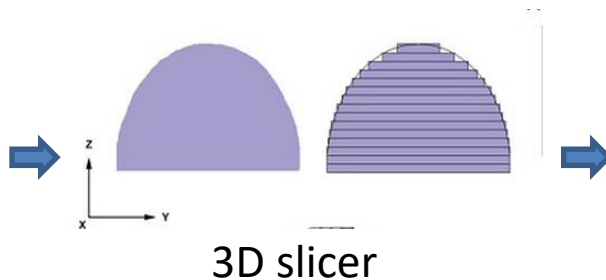


Technique d'impression par SLA

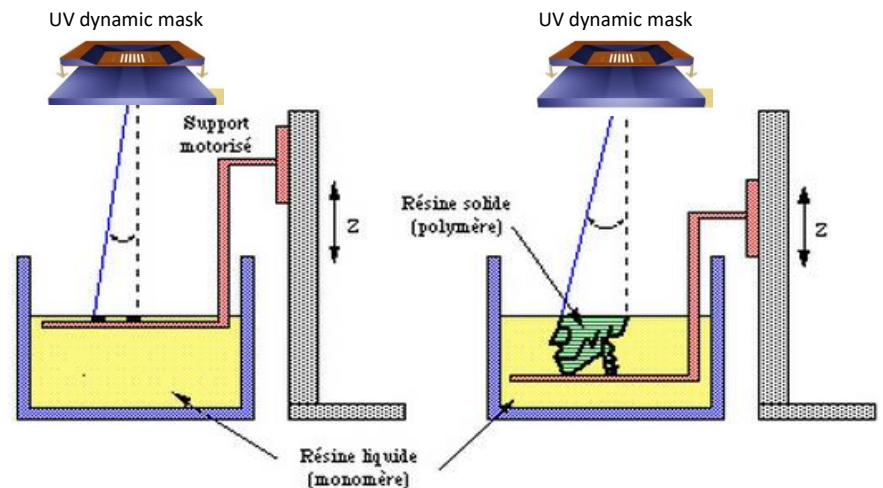
- * La résine utilisée est généralement un mélange de monomères acrylates ou époxy et d'un photoinitiateur. Le rôle du photoinitiateur est, comme son nom l'indique, d'initier la polymérisation du matériau sous l'effet de la lumière.
- * Dans ce procédé, une plateforme mobile est plongée dans une cuve 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.



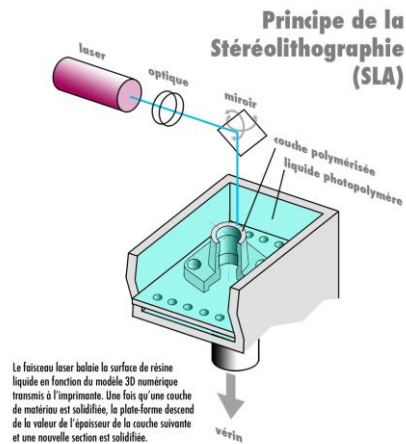
CAO



3D slicer

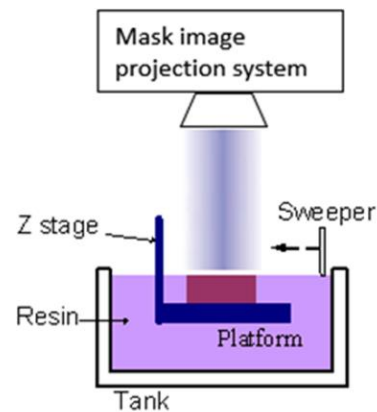
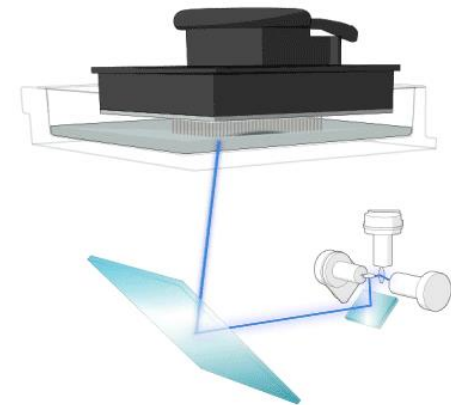


Technique d'impression par SLA

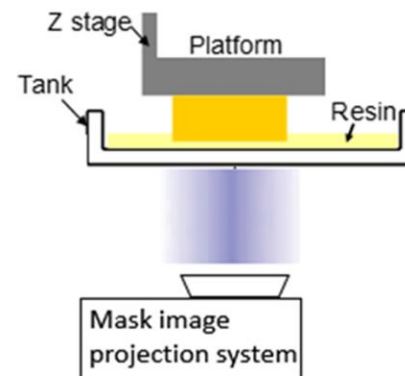


← LASER →

Masque dynamique



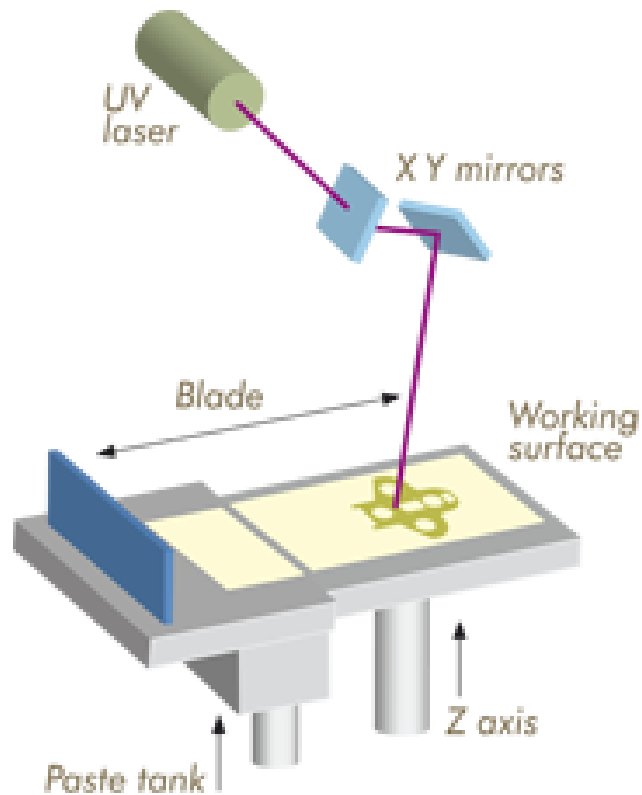
(a)



(b)

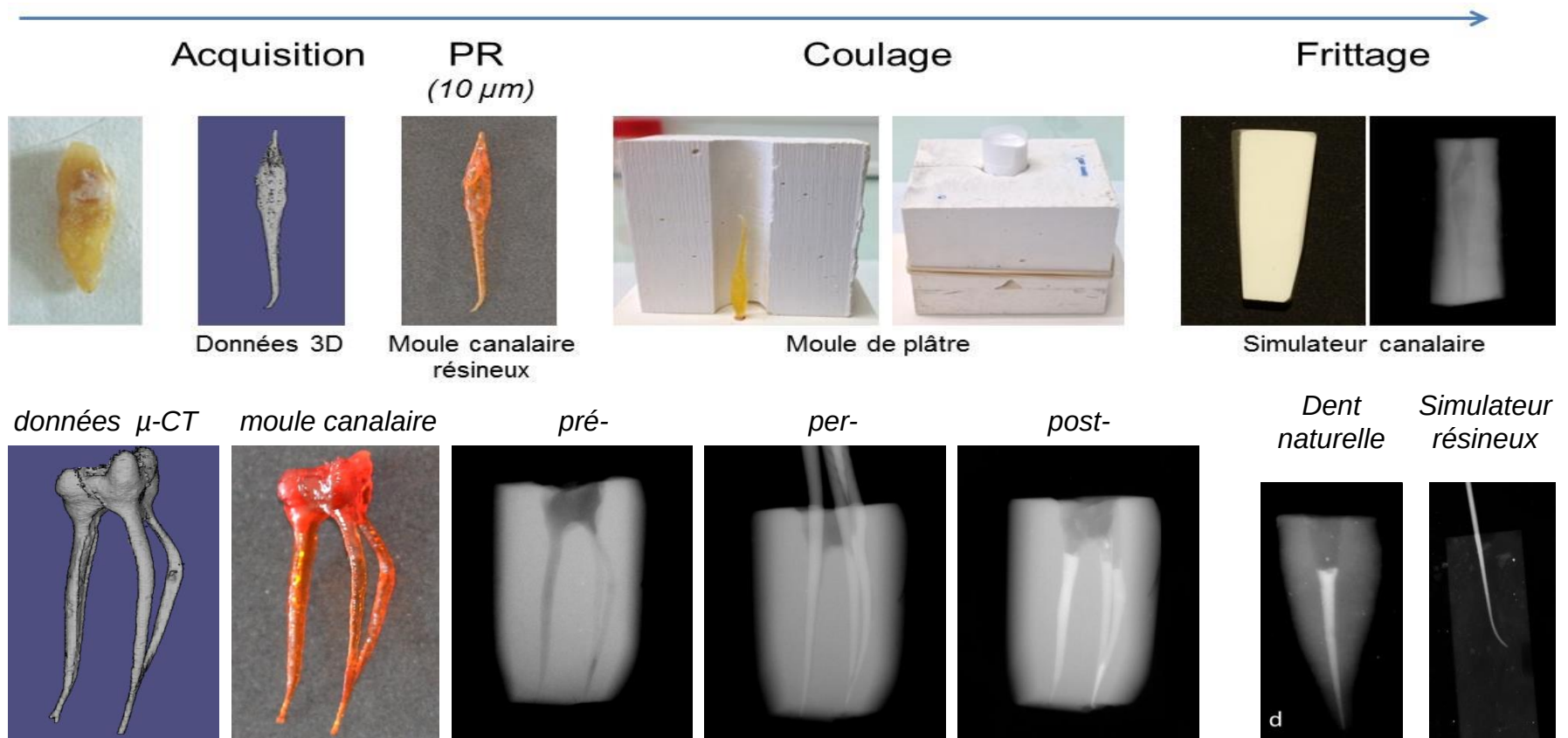
Laboratoire des Matériaux Céramiques et Procédés Associés

Mise en forme de céramique (Ex: 3DCeram)



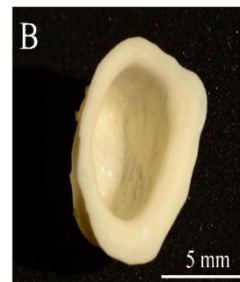
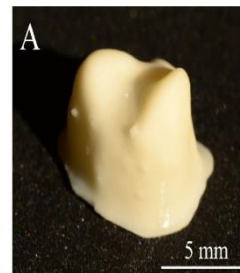
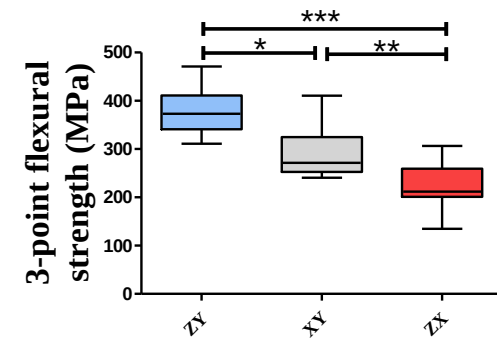
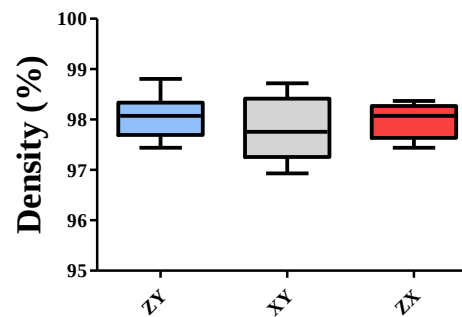
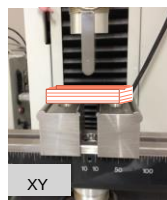
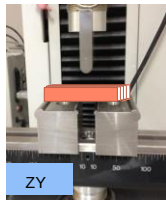
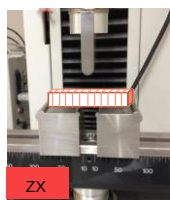
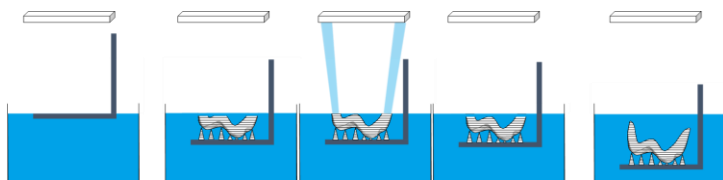
Laboratoire des Matériaux Céramiques et Procédés Associés

Mise en forme de céramique en utilisant un négatif organique



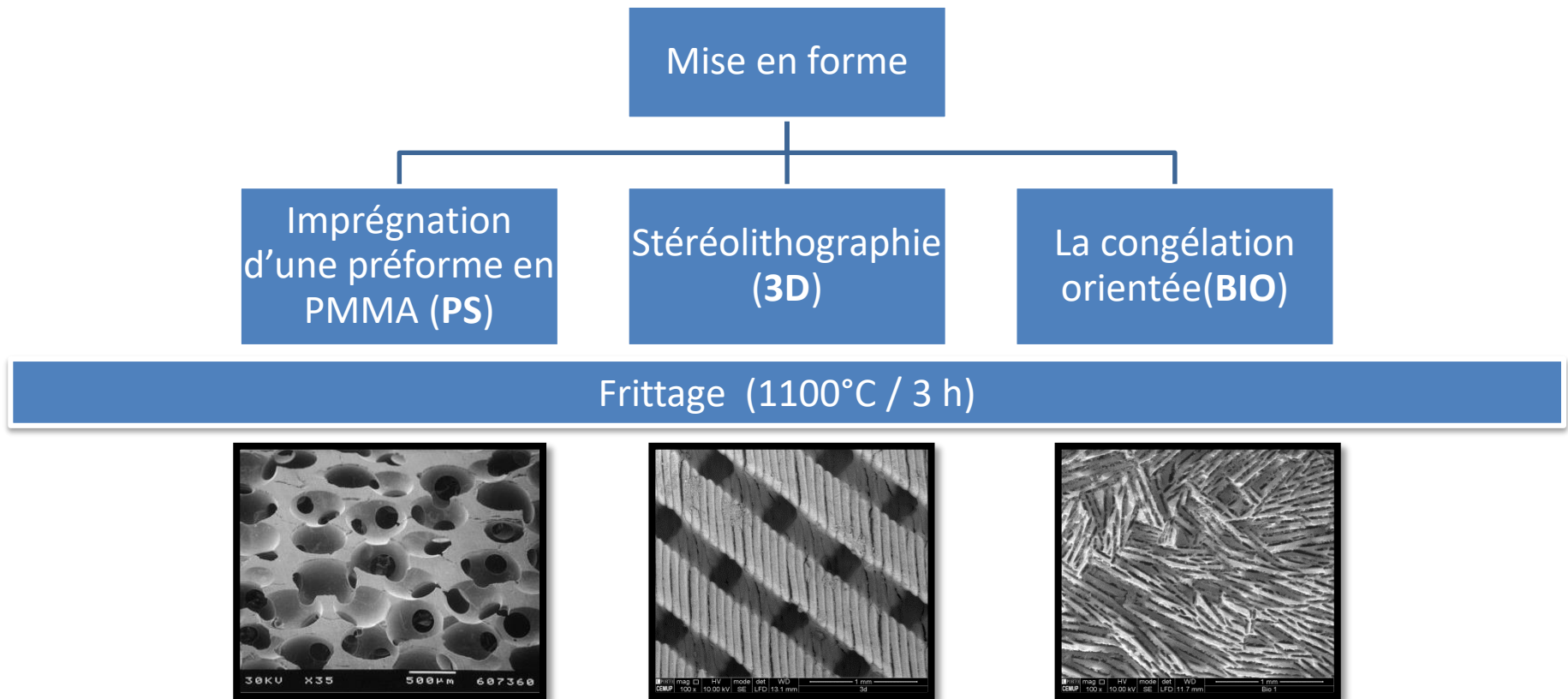
Simulateur reproductible et fidèle à la géométrie initiale
Radio-opacité proche de la dent naturelle

Mise en forme d'alumine (Al_2O_3) par impression 3D



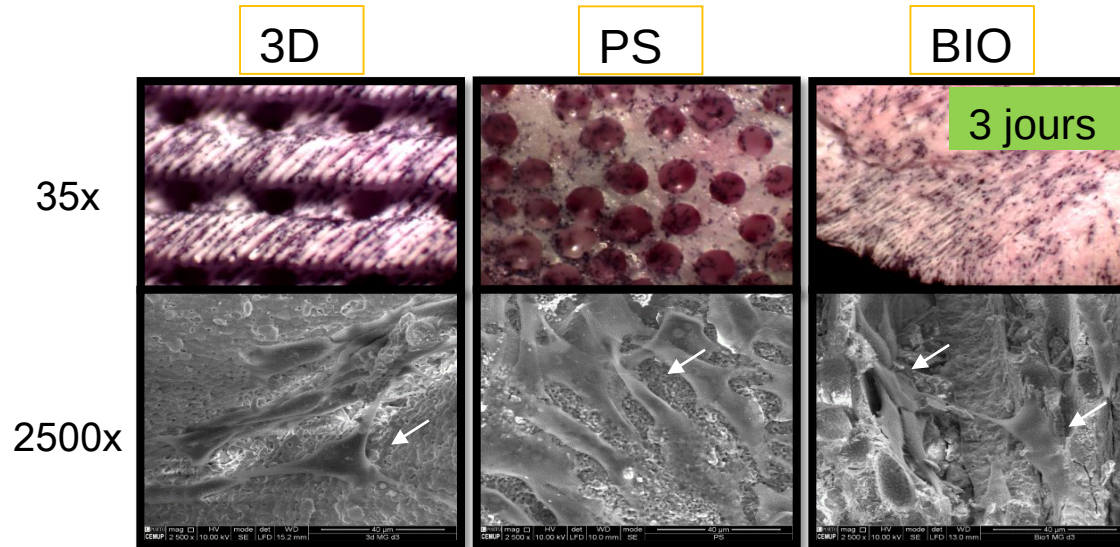
Laboratoire des Matériaux Céramiques et Procédés Associés

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

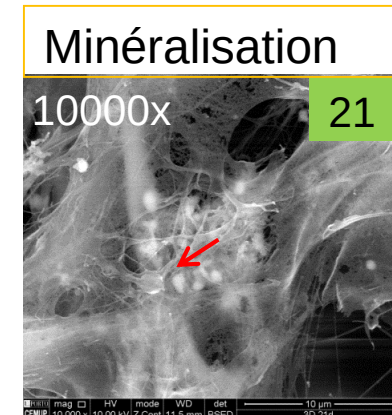
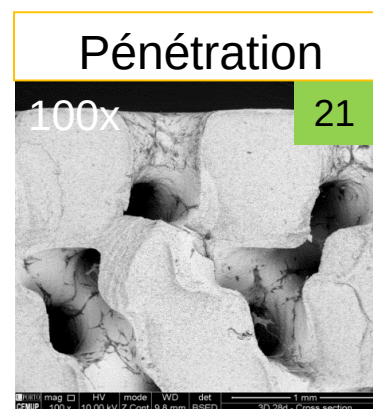
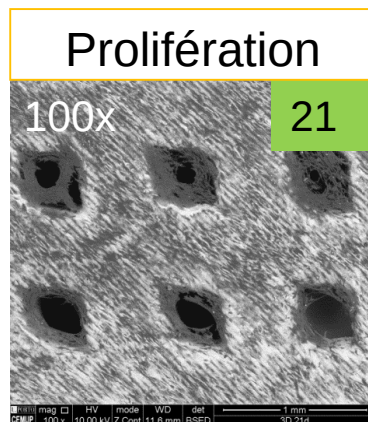


Laboratoire des Matériaux Céramiques et Procédés Associés

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



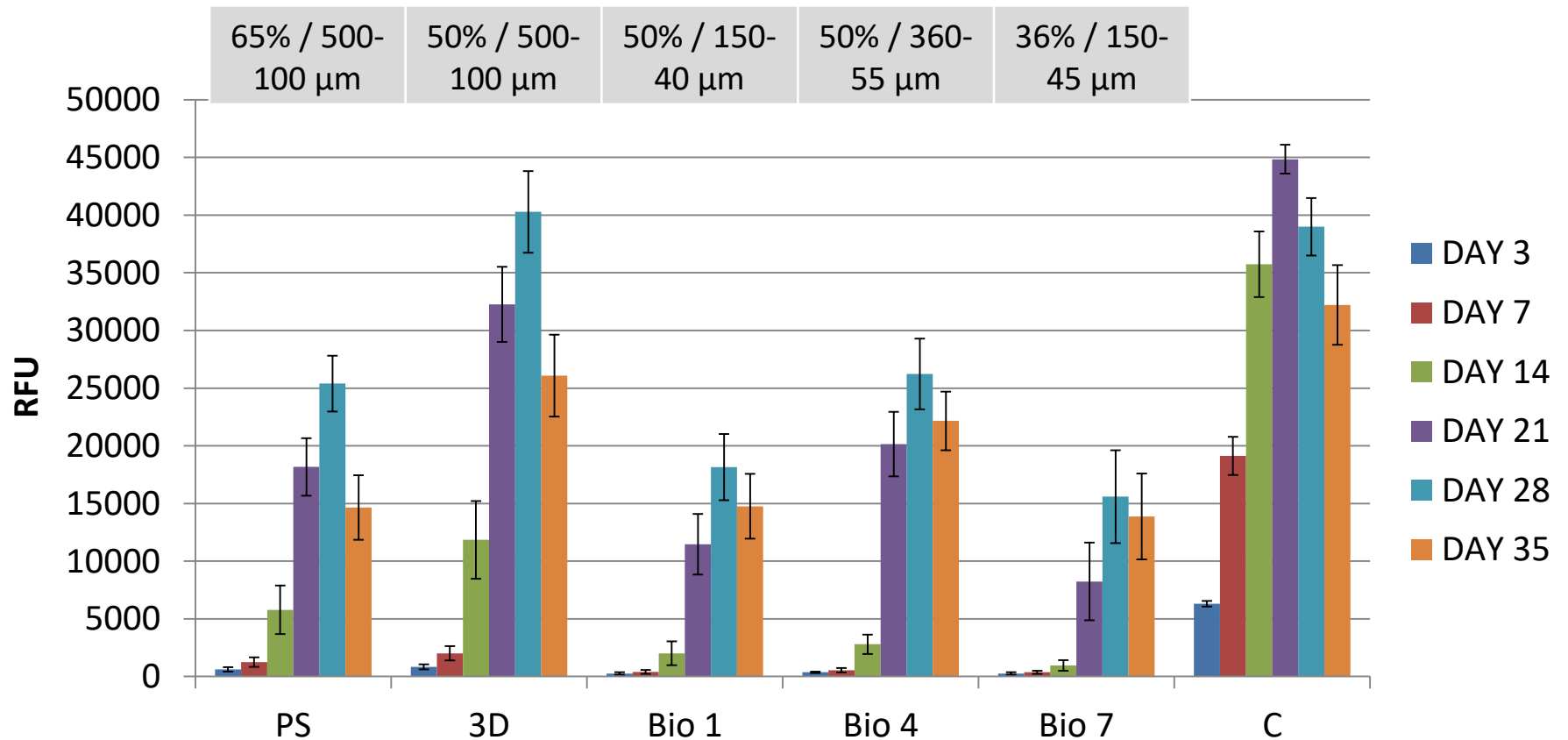
Test préliminaire:
MG63



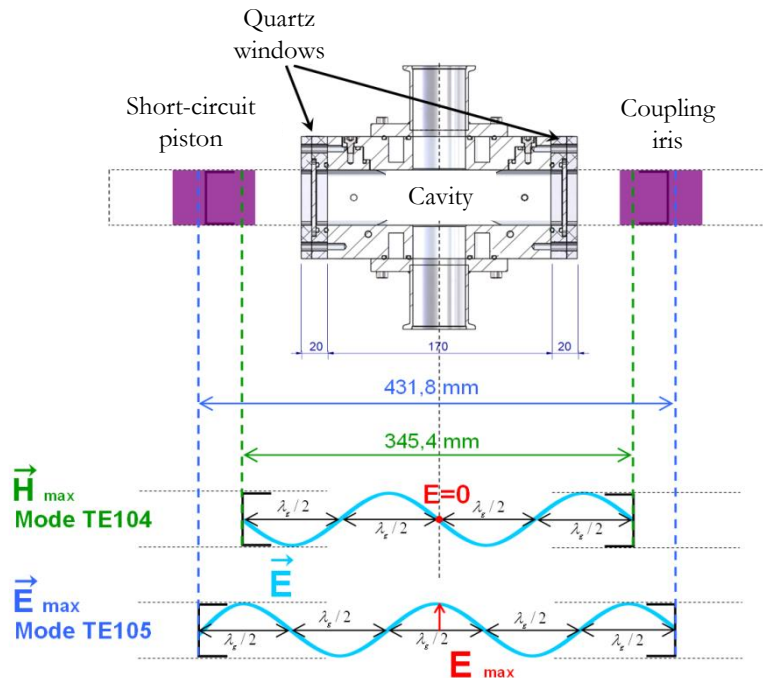


Laboratoire des Matériaux Céramiques et Procédés Associés

Evaluation de la prolifération cellulaire de Cellules souches mésenchymateuses humaines



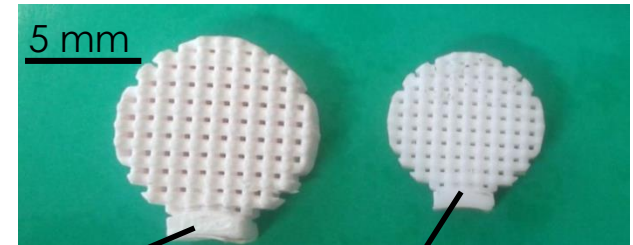
Frittage micro-ondes de céramiques



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



2.45GHz Single mode resonant-cavity



Green body
reached by SLA

μw sintered
piece

- ✓ Densité des parois : 98.2%

Merci pour votre attention

Questions?



CRIBC (chef de file)

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



Materia Nova

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



UVHC-LMCPA

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



CRITT-MDTS

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



Matikem

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 micro-ondes

Anthony Thuault

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

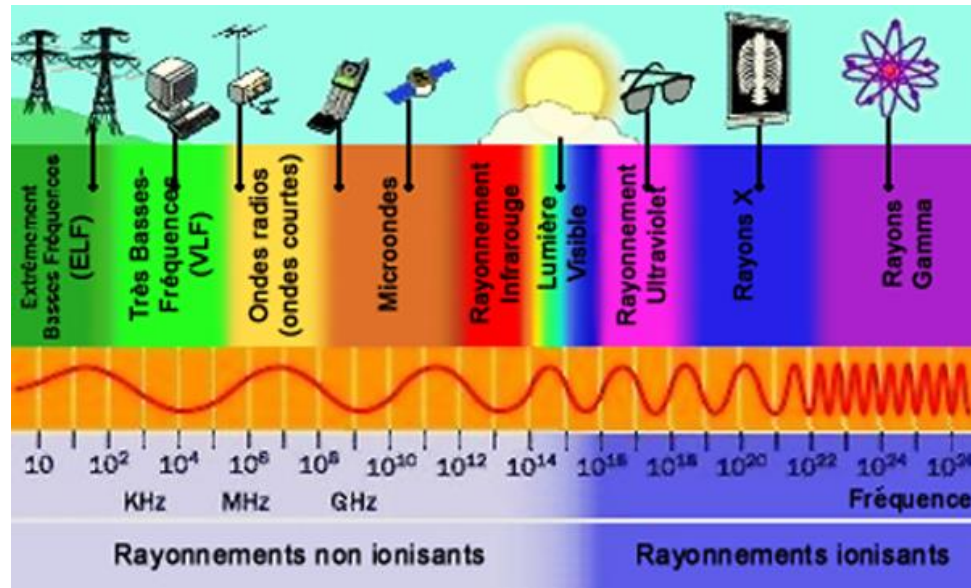


PRINCIPE DU CHAUFFAGE PAR MICRO-ONDES

Principe du chauffage par micro-ondes

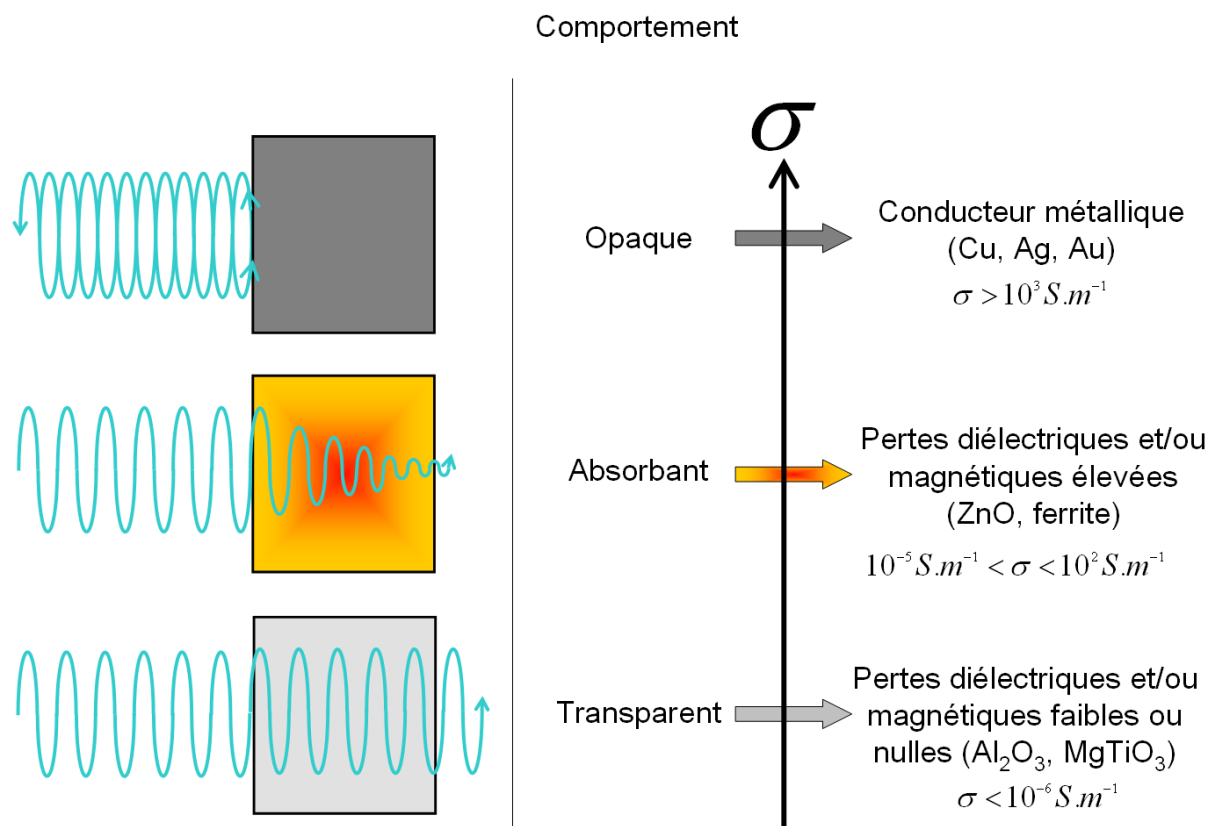
- Le rayonnement micro-ondes
 - Rayonnement électromagnétique caractérisé par une longueur d'onde et une fréquence

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



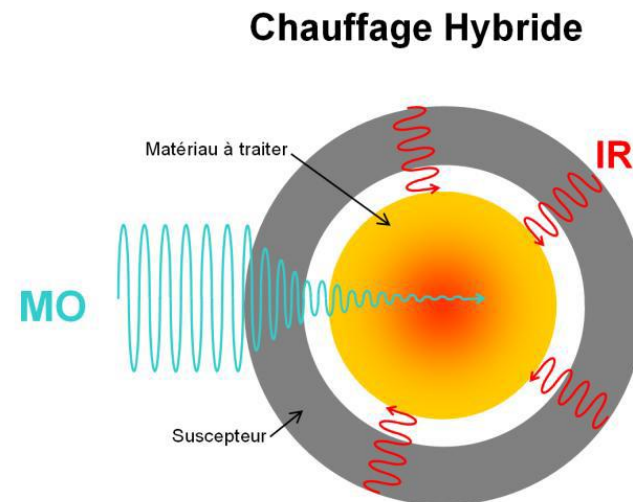
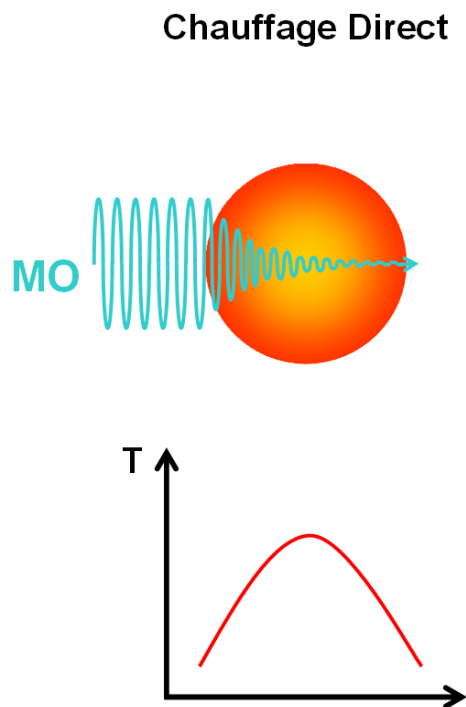
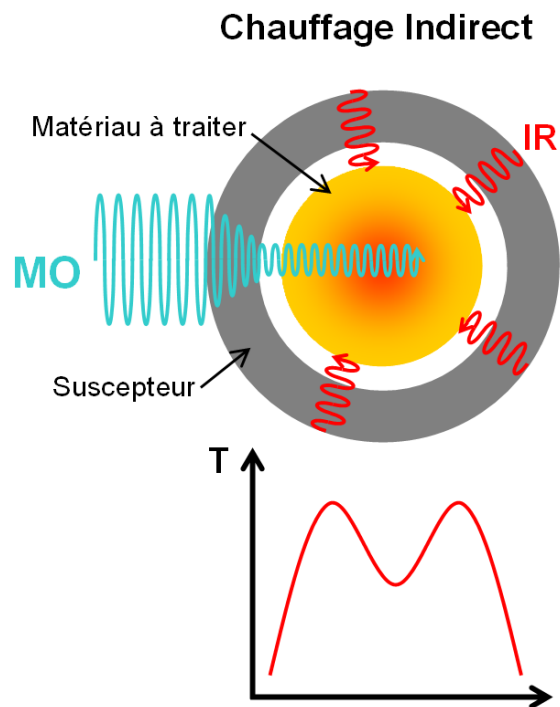
Principe du chauffage par micro-ondes

- Interaction micro-ondes / matière



Principe du chauffage par micro-ondes

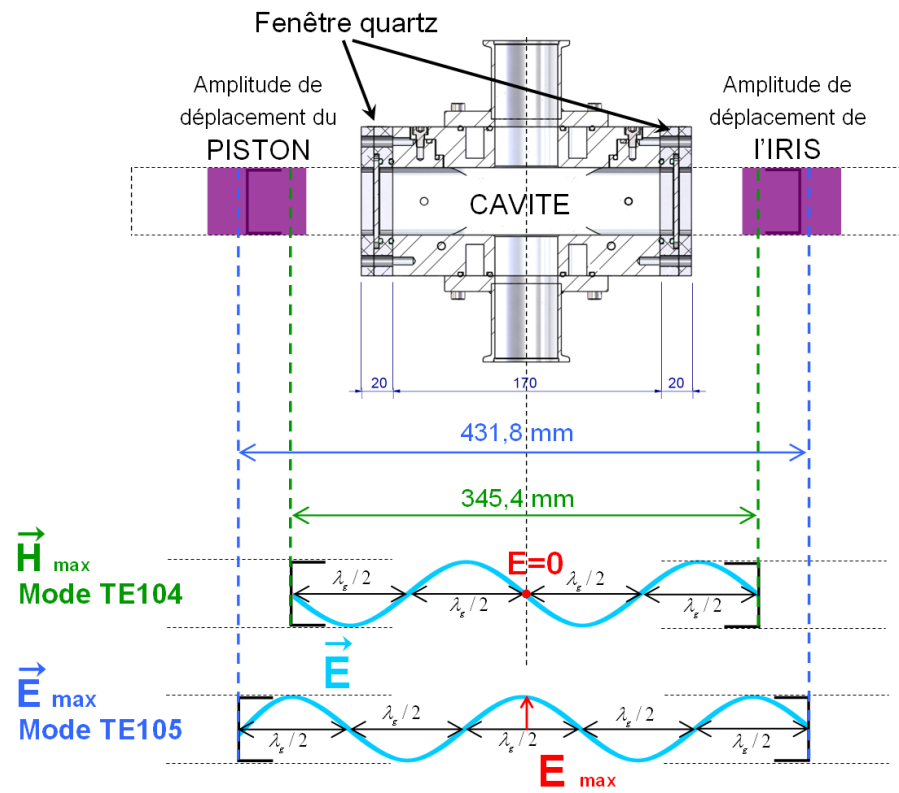
- Interaction micro-ondes / matière



DISPOSITIF MICRO-ONDES

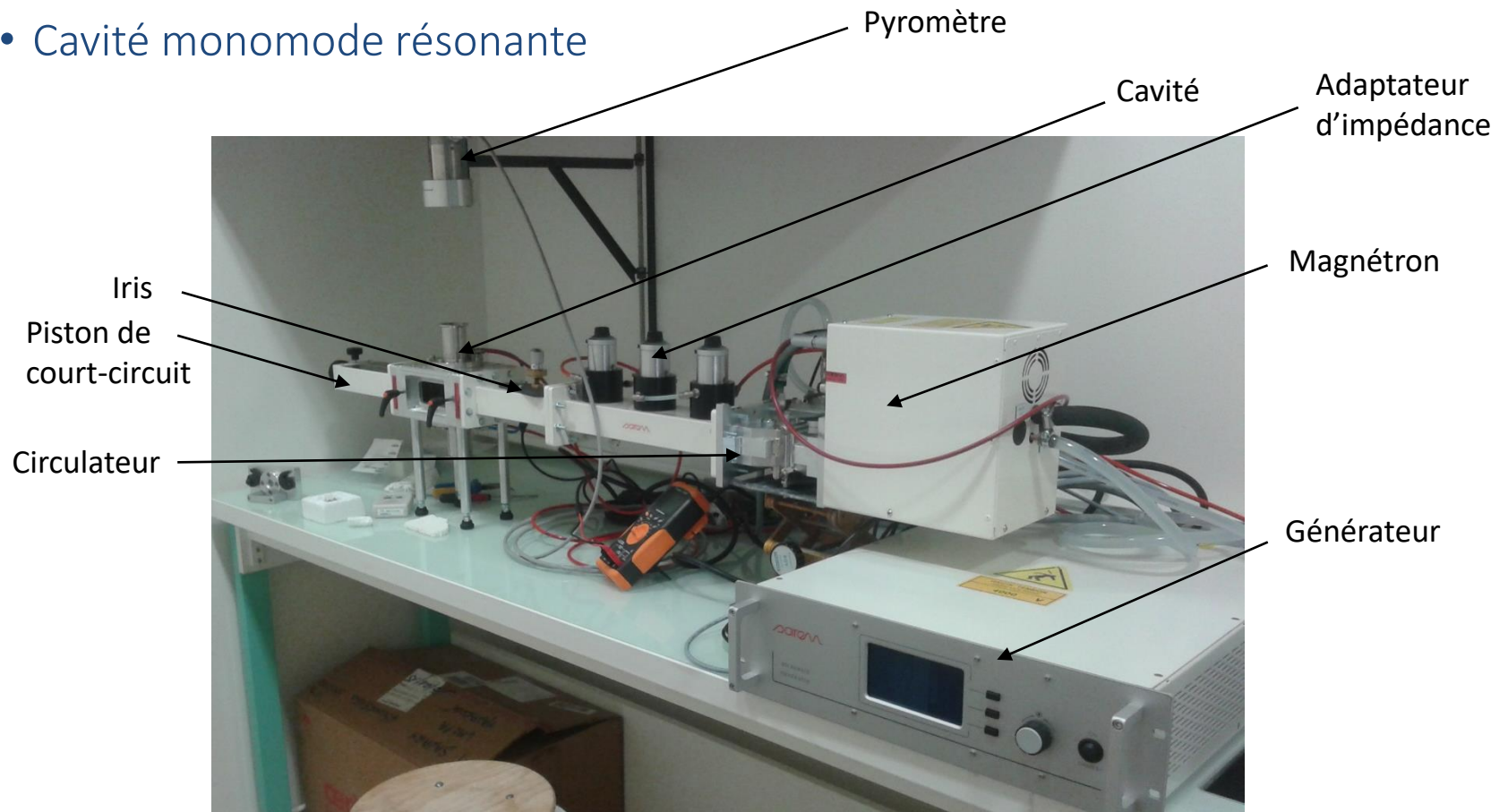
Dispositif micro-ondes

- Equipement Sairem
 - Mode TE₁₀₅



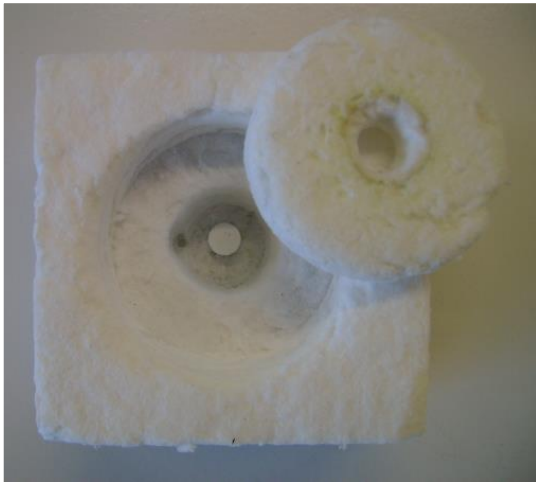
Dispositif micro-ondes

- Equipement Sairem
 - Générateur 2 kW, 2,45 GHz
 - Cavité monomode résonante



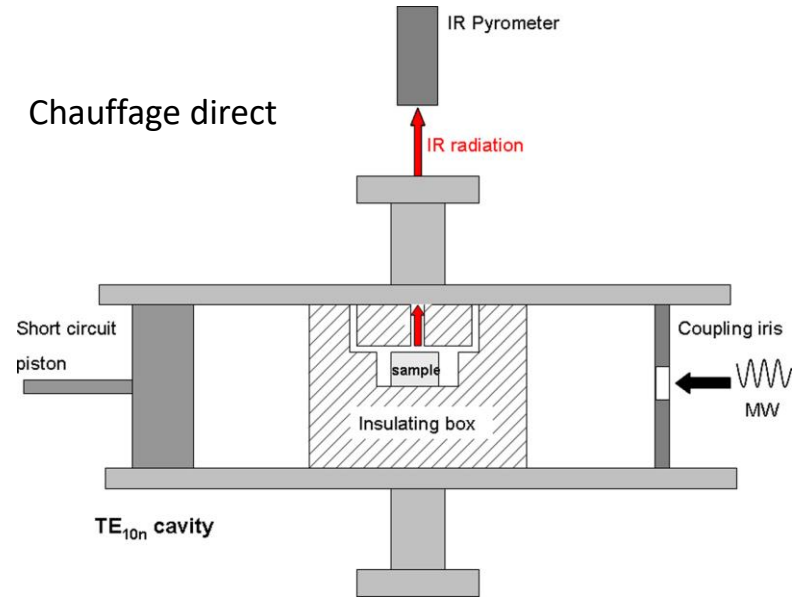
Dispositif micro-ondes

- Equipement Sairem
 - Chauffage direct / hybride

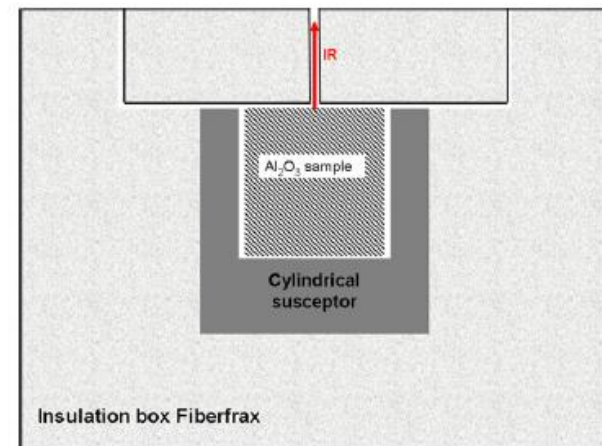


Dimensions maximales des pièces :
30 mm de diamètre, 12 mm de hauteur

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



EXEMPLE D'APPLICATION À L'ECHELLE LABORATOIRE : HYDROXYAPATITE

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 ?

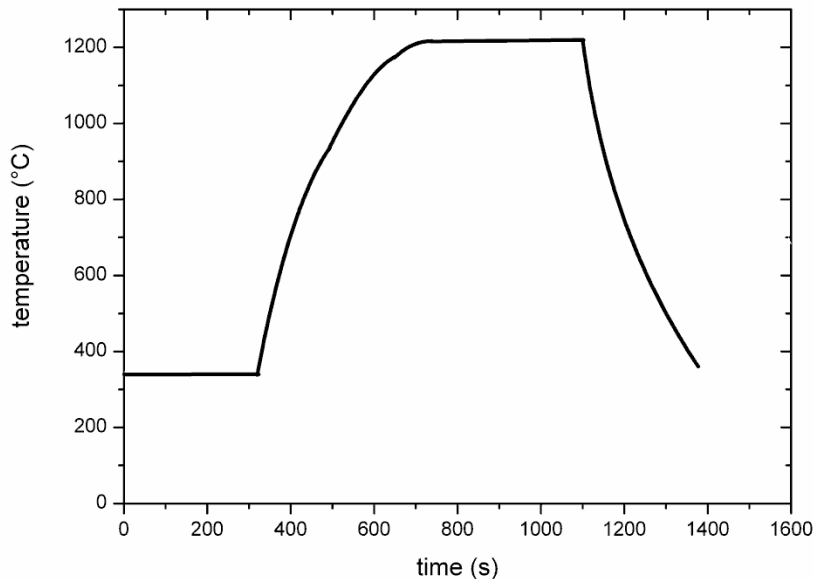
- Temps de traitements thermiques courts
- Faible consommation énergétique
- Microstructure fine
- Hautes propriétés mécaniques
- Traitement de pièces de formes complexes

Couplage possible avec les techniques de fabrication additive

- Obtention de substituts osseux personnalisés en quelques heures

Paramètres du cycle thermique

- Echantillons 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

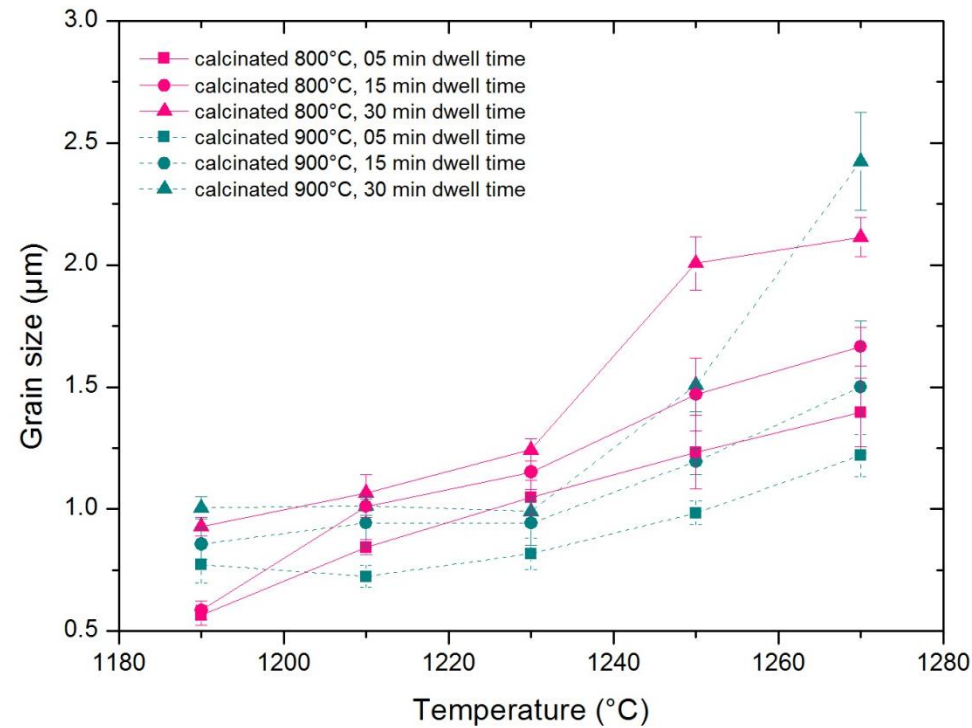
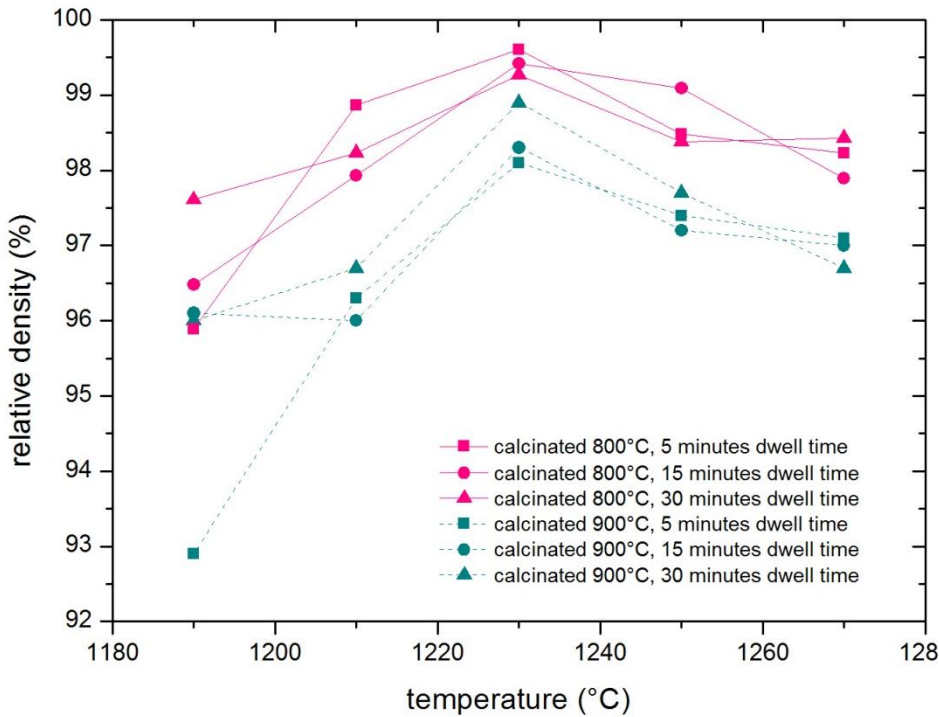


- 250 W durant 5 minutes pour initier le chauffage (350°C)
- 300/320 W pour atteindre la température de frittage en 5 minutes
- Descente à 350°C en 5 minutes

- Cycles thermiques très courts : 20 à 30 minutes

Etude microstructurale

- Deux poudres : $\sim 80 \mu\text{m}$ (calcination à 800°C) et $\sim 200 \mu\text{m}$ (calcination à 900°C)



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

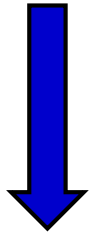
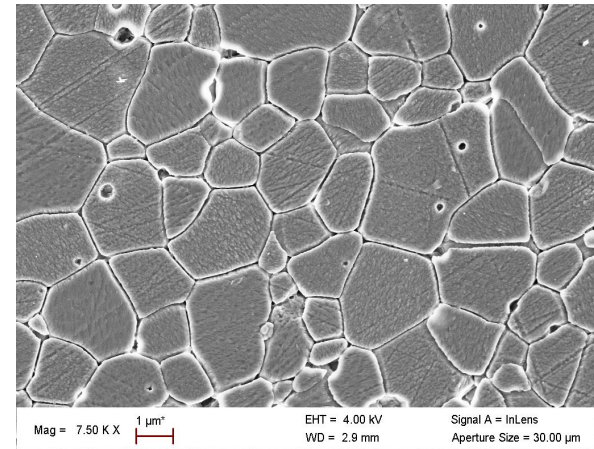
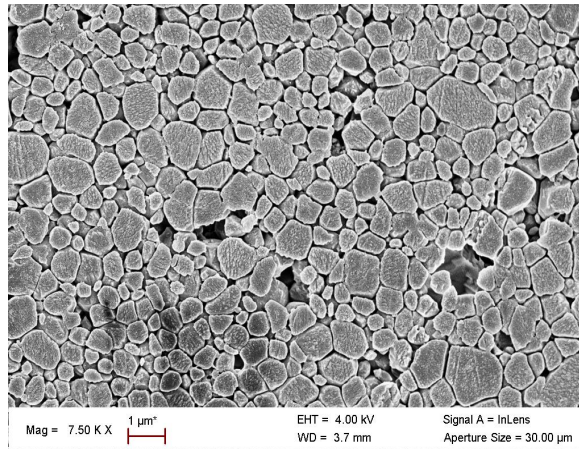
Etude microstructurale

1190°C

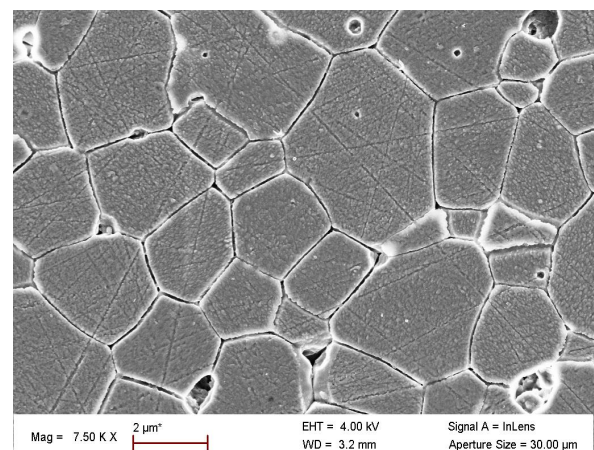
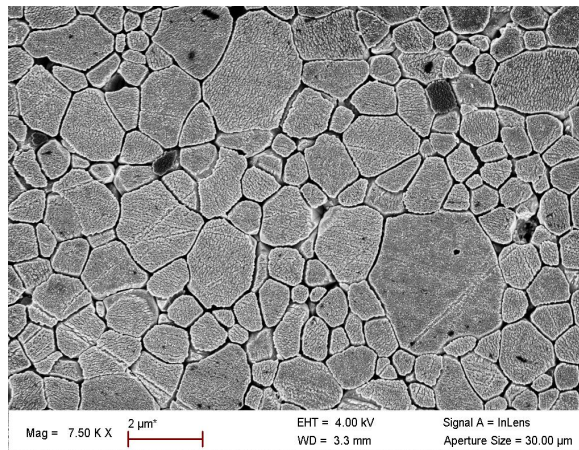


1270°C

5 min

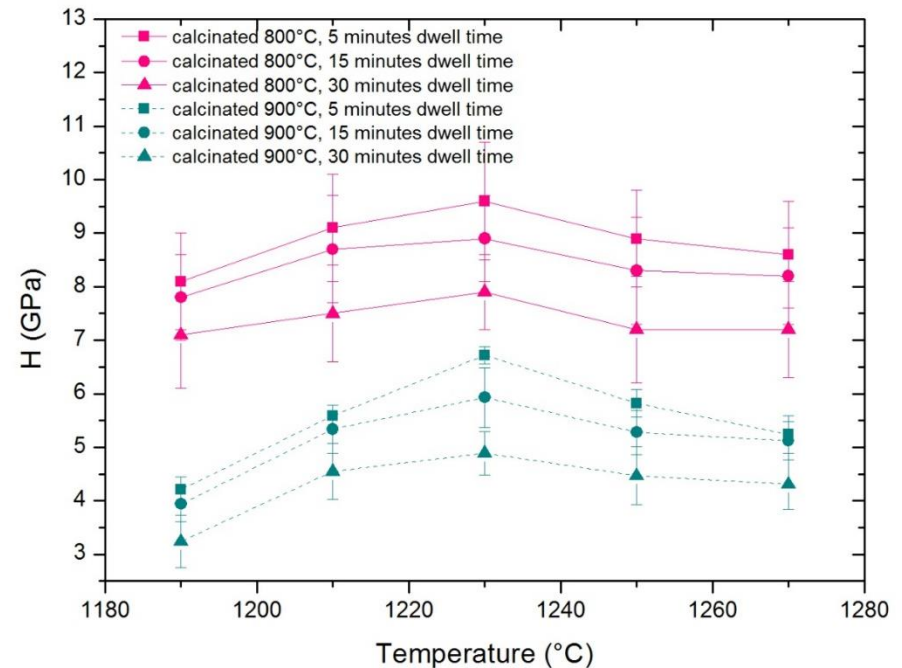
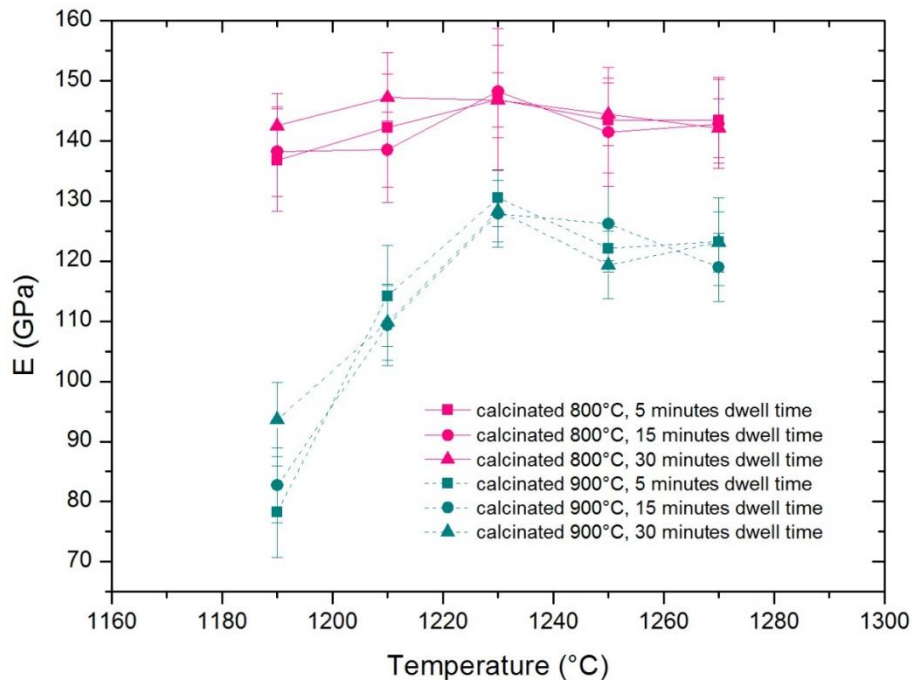


30 min



Propriétés mécaniques

■ Indentation instrumentée



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

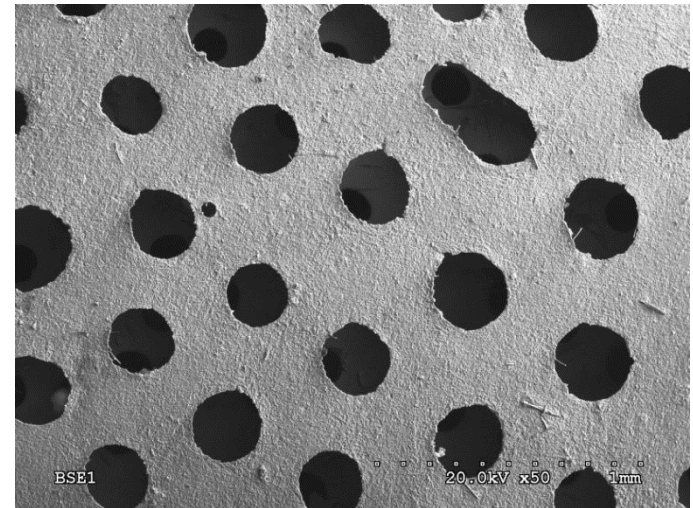
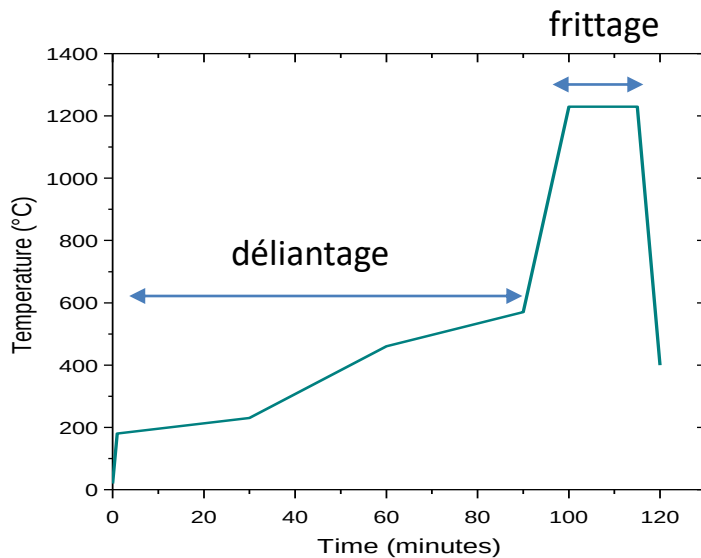
Comparaison des propriétés micro-ondes / conventionnel

	Conventionnel	Micro-ondes
Densité relative (%)	97,3	99,6
Taille de grain (μm)	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

- Optimisation des propriétés mécaniques
- Diminution du temps d'élaboration

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



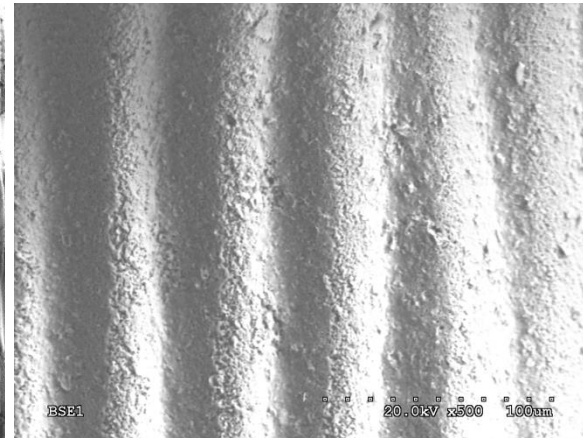
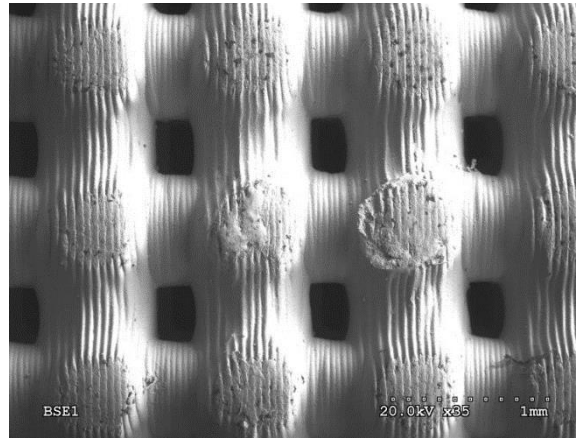
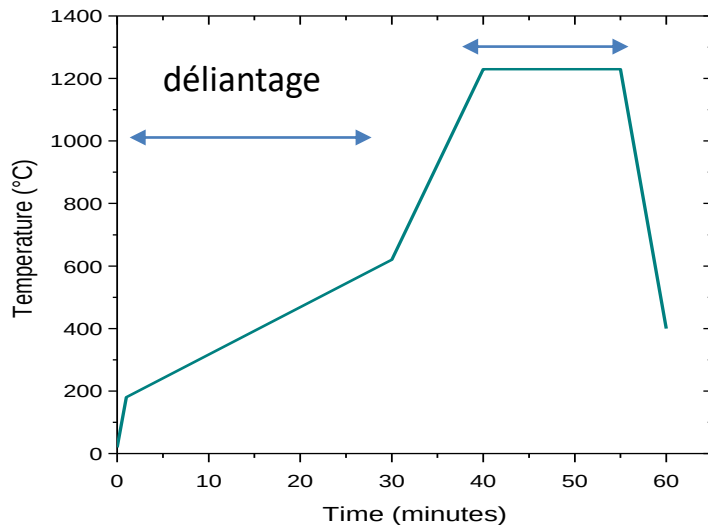
- Densité des parois 98,7 %

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



frittage



- Densité des parois 98,2 %

CONCLUSIONS

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)
 - Taille des pièces

Merci pour votre attention

Questions?



CRIBC (chef de file)

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



Materia Nova

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



UVHC-LMCPA

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



CRITT-MDTS

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



Matikem

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



POM Oost-Vlaanderen

Gent
+32 (0) 9 267 86 33



Wallonie





Etienne SAVARY



Les micro-ondes au CNRT Matériaux - CRISMAT

- Thématique étudiée au laboratoire depuis plus de 30 ans

Volume 5, number 9

MATERIALS LETTERS

August 1987

MICROWAVE SINTERING OF LEAD-BASED PEROVSKITE CERAMICS FOR CAPACITORS

M. ALLIOUAT, L. MAZO, G. DESGARDIN and B. RAVEAU

*Laboratoire de Cristallographie et Sciences des Matériaux, Université de Caen,
ISMRA, Campus 2, Bd du Maréchal Juin, 14032 Caen Cedex, France*



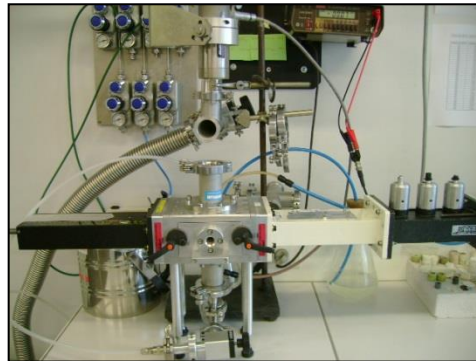
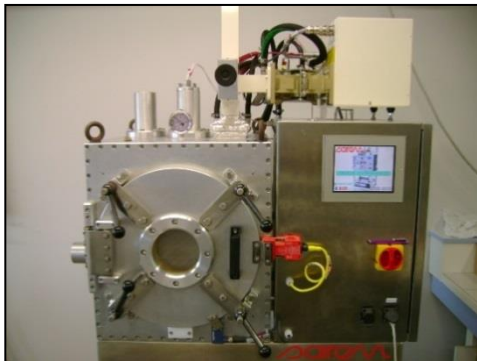
- 3 thèses soutenues et 3 thèses en cours depuis 2008
- 2 projets ANR : Furnace, Bambi (2011-2014) pour un montant de 295k€
- 25 articles publiés dans des Journaux Internationaux depuis 2010
- Nombreuses collaborations académiques nationales et internationales :

Materials Research Institute, Penn State University, State College, USA ; Ben-Gurion University, Beer-Sheva, Israël ; Universidad Complutense, Madrid, Espagne ; Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne ; Laboratoire LCMCP Paris, Collège de France ; CEA Le Ripault...

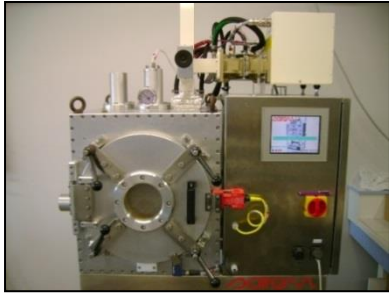
Les micro-ondes au CNRT Matériaux - CRISMAT

Une plate-forme unique

- Traitements thermiques de 200°C à 1500°C
- Contrôle de l'atmosphère (vide, gaz inertes...)
- Possibilité d'appliquer une charge mécanique



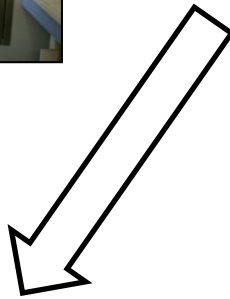
Pourquoi utiliser les micro-ondes ?



Le chauffage micro-ondes
Interactions rayonnement / matière
 $300 \text{ MHz} < f < 300 \text{ GHz}$

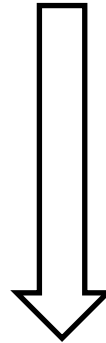


MOTIVATIONS



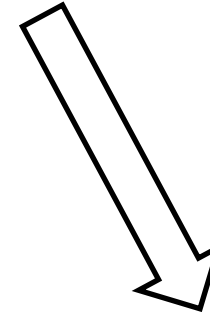
Matériau

Chauffage sélectif
Microstructures originales
(modifications des
propriétés mécaniques
et/ou fonctionnelles)



Economies

Rendements importants
Temps de traitement courts
Encombrement au sol réduit



Environnement

Préservation ressources
énergétiques
Absence de rejets polluants

Etat de l'art – Les micro-ondes aujourd'hui

Décongélation



Pasteurisation

Décongélation

Séchage

Déshydratation

Pasteurisation

Torréfaction

Vulcanisation

140°C

240°C



Pré-cuisson

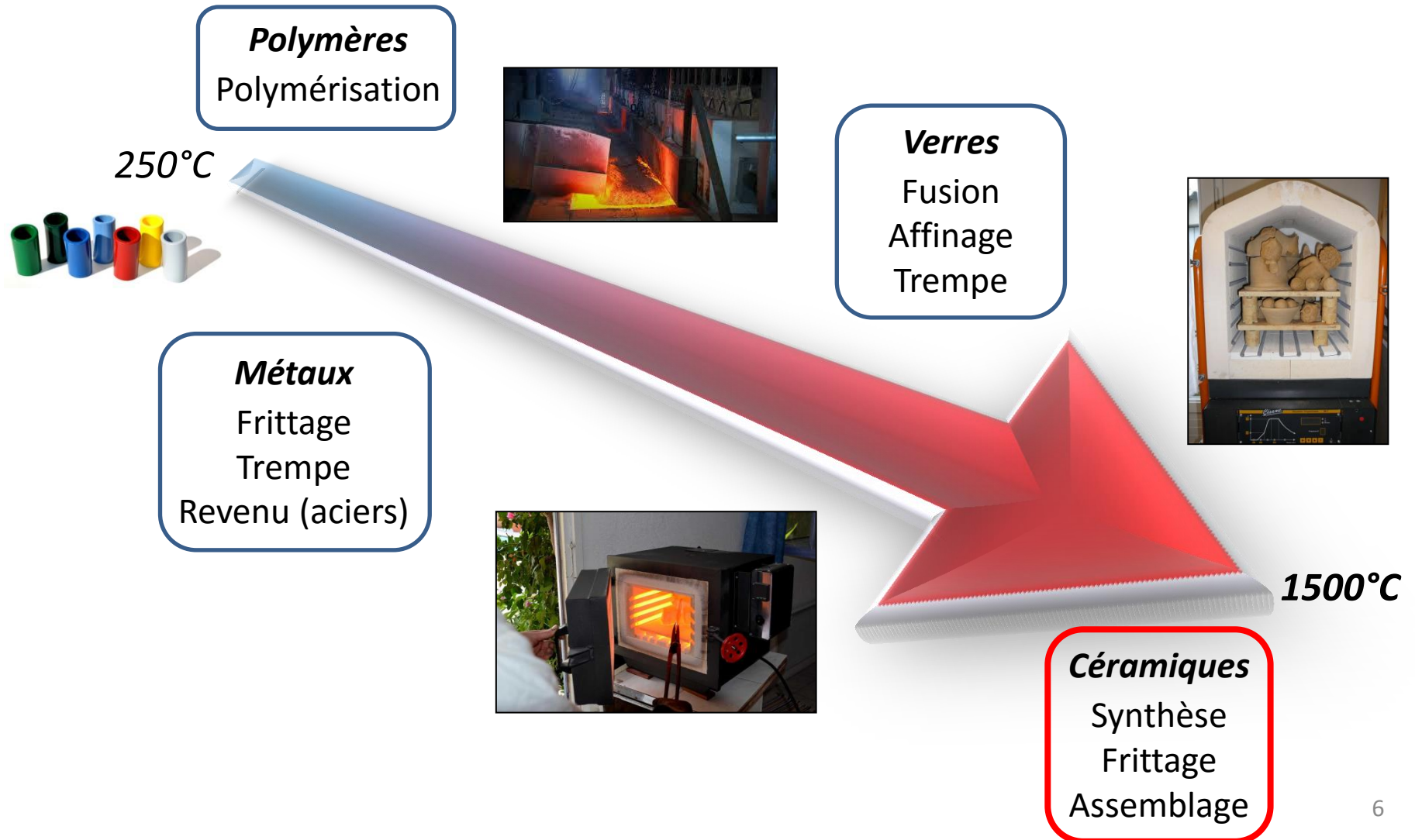


Vulcanisation

Pas d'applications industrielles pour des températures supérieures à 250°C

Quels sont les enjeux ? – Les micro-ondes demain...

➤ Les applications industrielles potentielles :





www.cnrs.fr

innov NDES

***Une expertise unique des
micro-ondes à hautes températures***



innov  NDES

Développer de
nouveaux marchés

Réduire
drastiquement le
coût énergétique

innov  NDES

Préserver les
ressources

Booster la
productivité

Un accompagnement personnalisé



Apporter une expertise unique



Proposer une rupture technologique



Mettre en œuvre des projets R&D

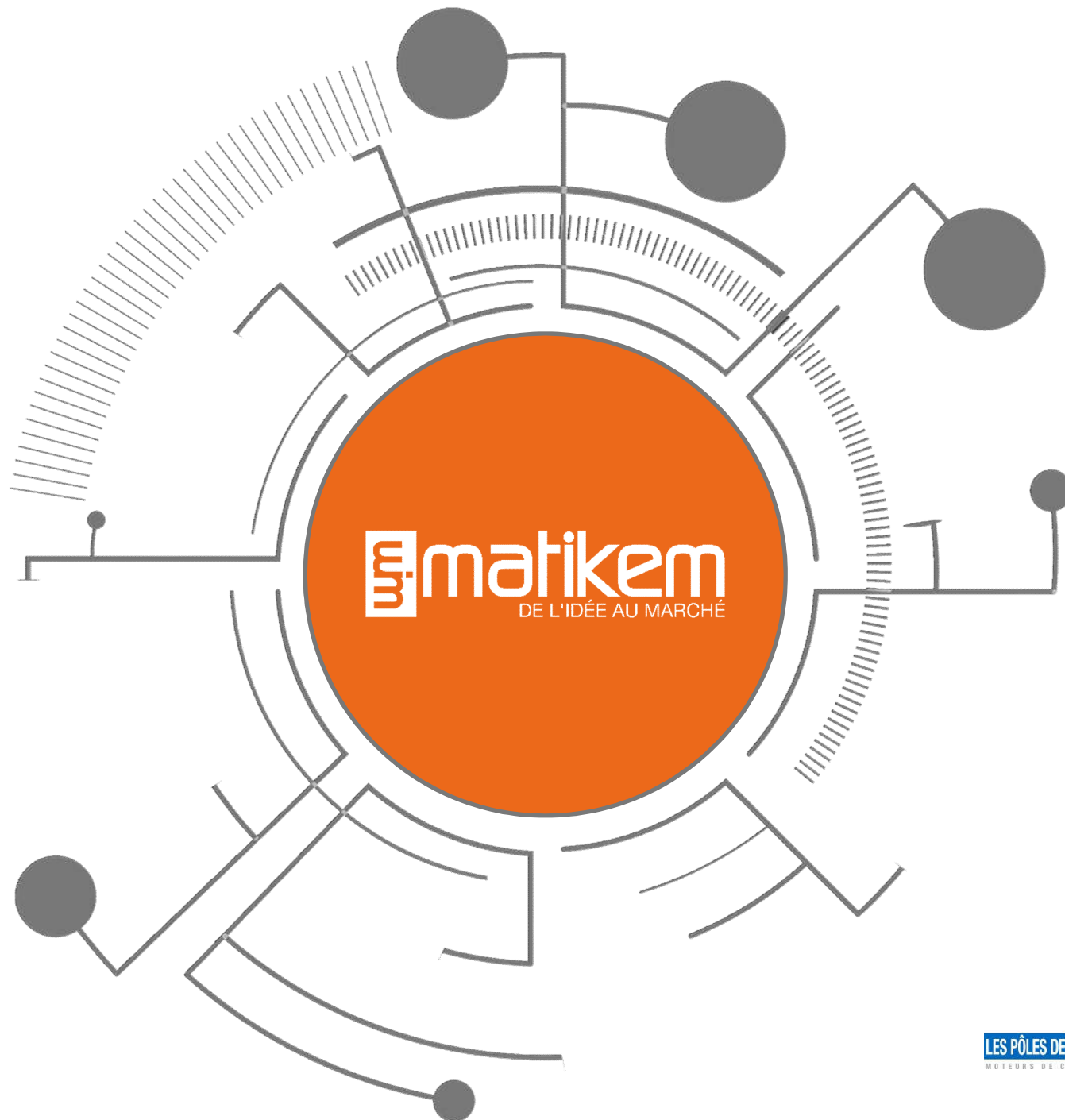


Concevoir le prototype répondant aux besoins spécifiques

***Construisons ensemble une industrie
performante et responsable***

innov  **NDES**







Le pôle de compétitivité



Pôle de compétitivité national labellisé
depuis juillet 2005
Association loi 1901

Missions

- Impulser et faciliter l'innovation
- Générer du business
- Dynamiser le territoire

MATIKEM, DE L'IDÉE AU MARCHÉ

IDÉE



DÉFINITION ET
STRUCTURATION
DU PROJET



VALIDATION
DU PROJET



FINANCEMENT
DU PROJET



MISE EN ŒUVRE
DU PROJET



RÉSULTATS
DU PROJET

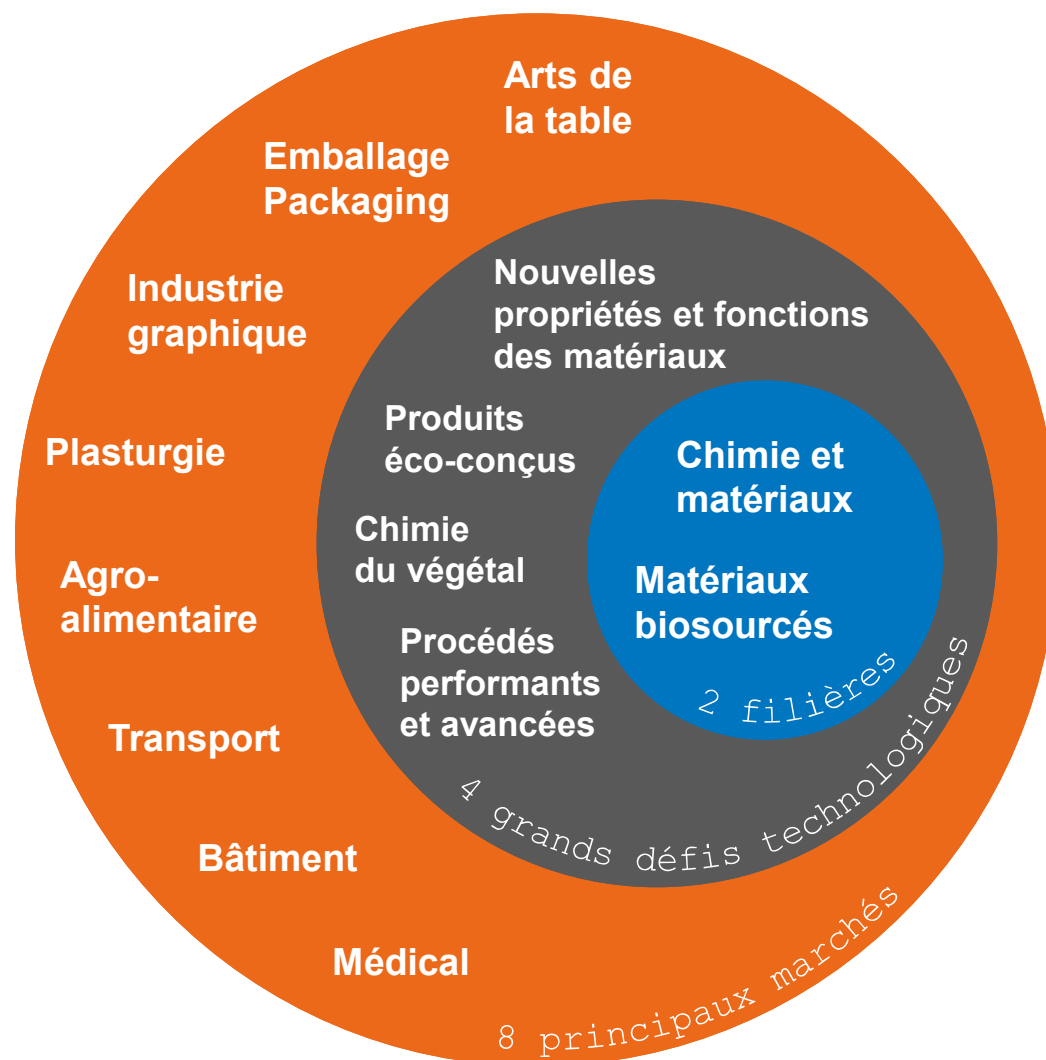


EXPLOITATION
DES RÉSULTATS
ET VALORISATION
DES INNOVATIONS



matikem
DE L'IDÉE AU MARCHÉ

4 grands domaines d'activités stratégiques pour une multitude de secteurs





Focus défi 4 : LES PROCÉDES

Objectif : Améliorer la performance des procédés et réduire leur impact environnemental

Exemples de thématiques investiguées

Flexibilité
des séries

Processabilité
des nouvelles matières

Prototypage

Efficacité énergétique

Intensification des process

Rationalisation de la production via la
mise en œuvre de nouvelles technologies

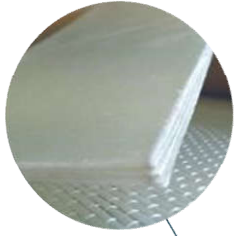
Exemple d'un procédé innovant : Procédé M.O.L.I.N.A.

Procédé de fabrication de pièces composites par polymérisation UV

Réalisation automatisée et flexible de dépose de résines et vernis, photo-polymérisés en UV sous air

- Allègement des pièces
- Réduction de la consommation énergétique
- Réduction des émissions de COV
- Cadences élevées compatibles avec les exigences du secteur automobile





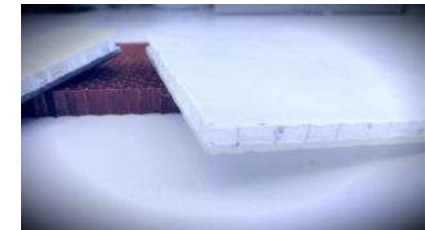
Focus projet – technologie additive : SULLI



Systèmes UV LED en ligne

Réalisation automatisée et flexible de dépose de résines et vernis, photo-polymérisés en UV sous air

- Remplacer les solutions PVC séchage thermique par un procédé de résines photo-polymérisables à « froid »
- Suppression des PVC
- Mise au point de polymères uréthanes UV
- Conception d'une ligne d'application sur textile



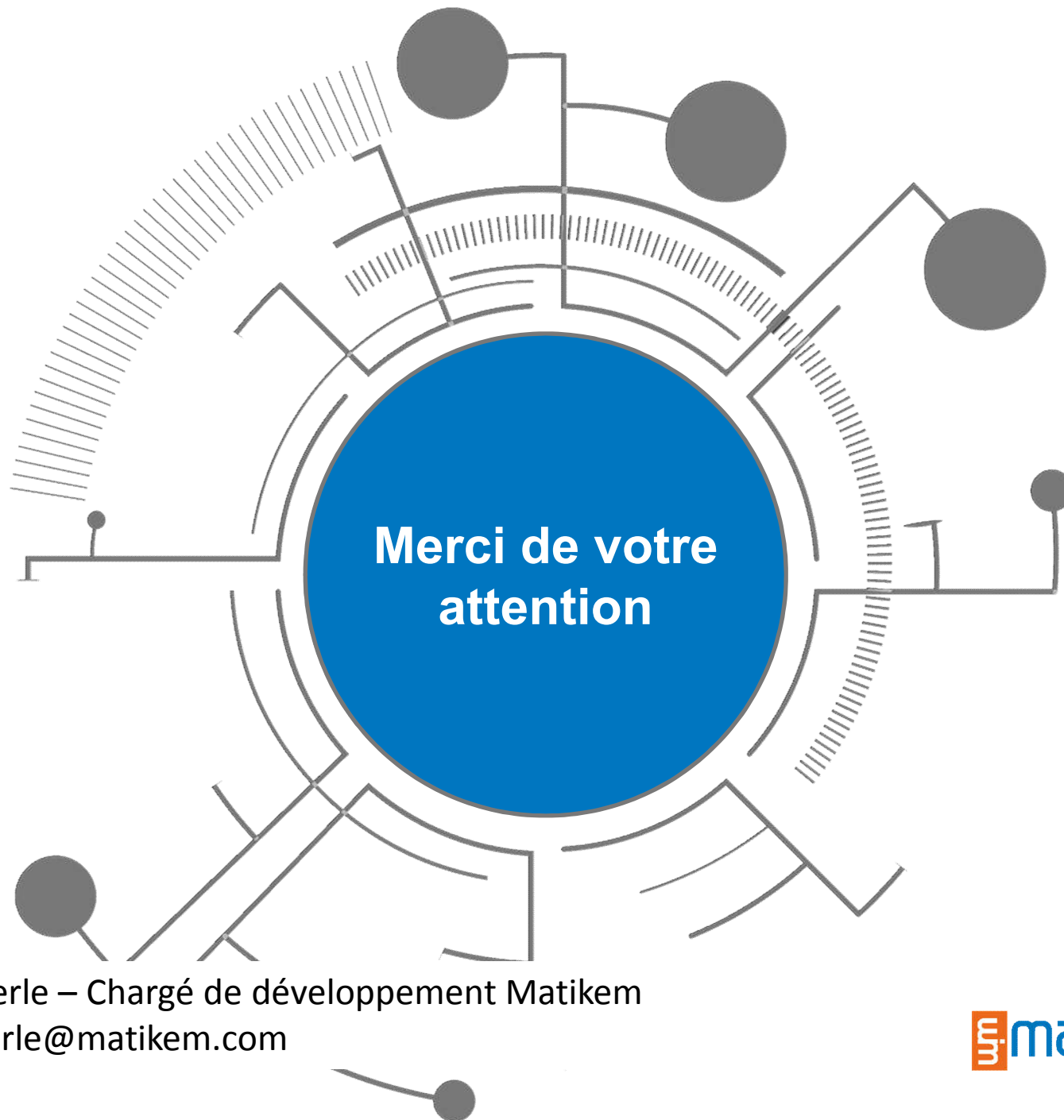
© MÄDER

2015
démarrage



Projet
SULLI

- MÄDER avec 3 partenaires
- Durée : 3 ans
- Montant total : 9 M€



Frédéric Merle – Chargé de développement Matikem
frederic.merle@matikem.com