Interreg France-Wallonie-Vlaanderen
UNION EUROPÉENNE EUROPESE UNIE
TECH2FAB

« Atelier de démonstation fabrication additive et soustractive du 28 février 2019»

Projet TECH2FAB (Interreg V – FWVL)

UPHF- LMCPA, Maubeuge

CRIBC member of EMRA
MateriaNova MATERIALS R&D CENTRE
Université Polytechnique HAUTS-DE-FRANCE
CRITT Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie
matikem DE L'IDÉE AU MARCHÉ
POM Provinciale Ontwikkelingsmaatschappij Oost-Vlaanderen
Grand Est ALSACE CHAMPAGNE-ARDENNE LORRAINE
ARDENNES Conseil Départemental
Wallonie

Interreg France-Wallonie-Vlaanderen UNION EUROPÉENNE EUROPESE UNIE

TECH2FAB

« Atelier de démonstration Frittage et traitement thermique par micro-ondes »

13h45 – 14h00	Accueil
14h00 – 14h30	Visite des équipements : stéréolithographie / four micro-ondes
14h30 – 16h00	*Salle de réunion du LMCPA (2ème étage)* - Présentation du projet Tech2Fab – *Pascal Laurent, UPHF/LMCPA* - Mise en forme par SLA - *Jean-Christophe Hornez, UPHF/LMCPA* - Techniques de mise en forme non conventionnelles (SLM, binder jetting, hybride additif/soustractif) – *Fabrice Petit, CRIBC* - Chauffage/frittage par micro-ondes – *Anthony Thuault, UPHF/LMCPA*
16h00 – 16h30	*1er étage LMCPA* Démonstration 1 : Fabrication d'une pièce par SLA Démonstration 2 : Déliantage/frittage d'une pièce après mise en forme non conventionnelle
16h30-17h00	Discussion

Zone de partenariat

Interreg V FWVL – TECH2FAB

Public ciblé / Problématique

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

Objectifs

- Mutualiser les compétences des différents partenaires (BE et FR) et mettre en commun des équipements de pointe complémentaires
- Sensibilisation des PME aux potentialités de ces technologies complémentaires
- Mieux appréhender les besoins scientifiques et techniques de ces entreprises et proposer des solutions rapides et innovantes aux problèmes rencontrés.

Phasage du projet

- Démarrage: 01/10/2016
- Fin: 30/09/2020

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 (UPHF)

UD3 : Technologies de consolidation par frittage

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

Interreg V FWVL – TECH2FAB

Activités prévues dans le projet:

- **Activités de communication**
  - Site web (www.tech2fab.eu) + outil de visite virtuelle des UD
- **Sensibilisation et rencontres ciblées d'entreprises**
  - Sensibilisation des entreprises
  - Essaimage technologique (journées thématiques,…)
  - Transfert technologique (ateliers démonstration,…)
- **Réalisation de démonstrateurs**
  - Test de faisabilité sur échantillons spécifiques (maximum ½ journée)
- **Etudes de faisabilités techniques**
  - UD 1 : Méthodes de traitement de surface adaptées à des objets présentant des zones creuses complexes
  - UD 2: Développement de feedstocks céramiques adaptés à des technologies émergentes de mise en forme d'objets de géométrie complexe (stéréolithographie, fabrication hybride additive/soustractive)
  - UD 3: Consolidation de matériaux composites par des technologies de frittage alternatives (Spark Plasma Sintering, frittage micro-ondes et frittage Flash) permettant un benchmark de ces nouvelles techniques

Interreg France-Wallonie-Vlaanderen UNION EUROPÉENNE EUROPESE UNIE

TECH2FAB

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

Université Polytechnique HAUTS-DE-FRANCE

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

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

Jean-Christophe HORNEZ

Université Polytechnique HAUTS-DE-FRANCE

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 définie 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

http://prototechasia.com/stereolithographie/histoire-stereolithographie

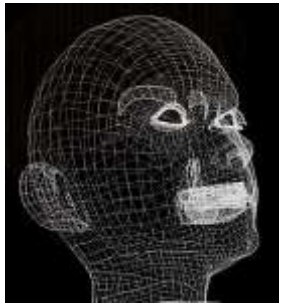
Technique d'impression par SLA

* 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.

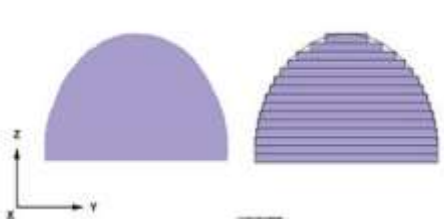
* Le modèle une fois dessiné doit être exporté dans un format standard, le format **STL** (pour STereoLithography). Ce format décrit les modèles sous formes de surfaces triangulaires contigues.

* 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.

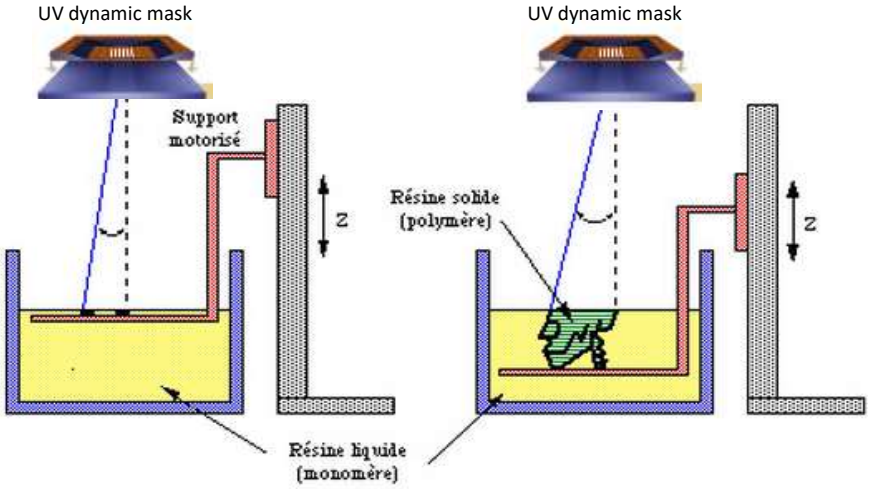
* L'objet est produit.



CAO



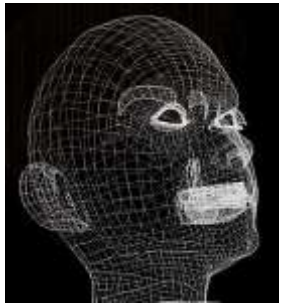
3D slicer



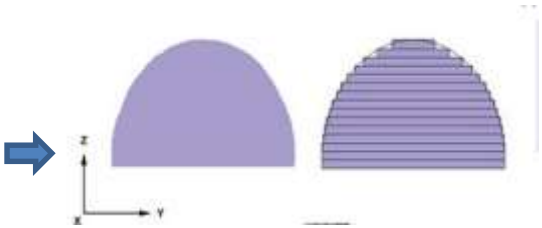
Technique d’impression par SLA

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

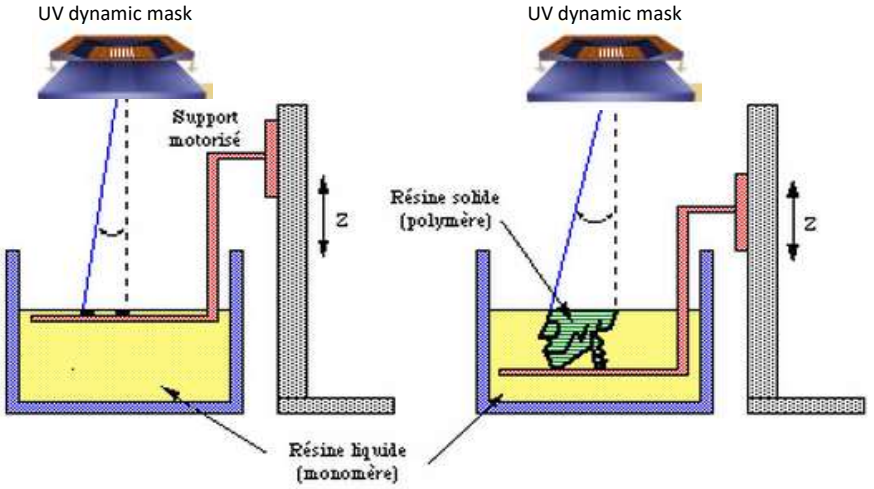
* Dans ce procédé, une plateforme mobile est plongée dans une cuve de résine liquide. Cette plateforme supporte le modèle en cours de fabrication. La plateforme est positionnée à une profondeur H en dessous du niveau de la résine.



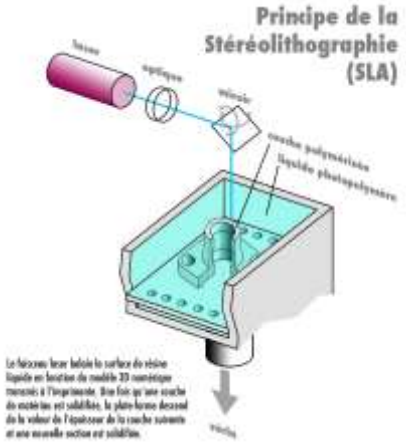
CAO



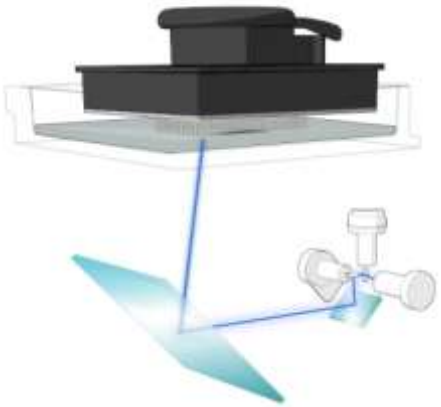
3D slicer



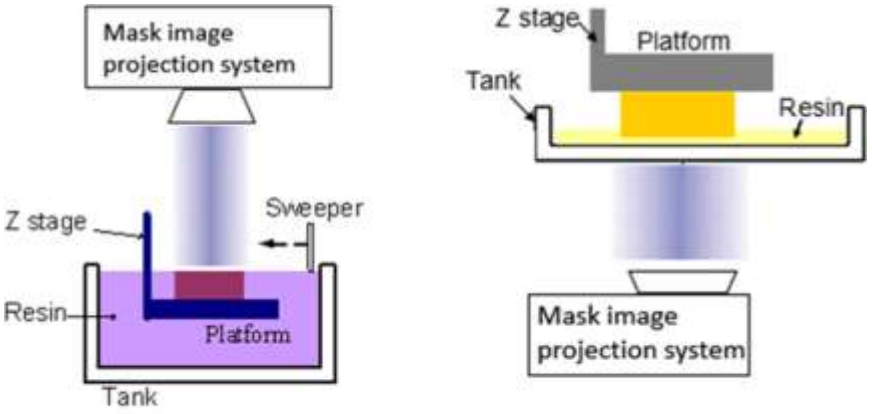
Technique d'impression par SLA



LASER

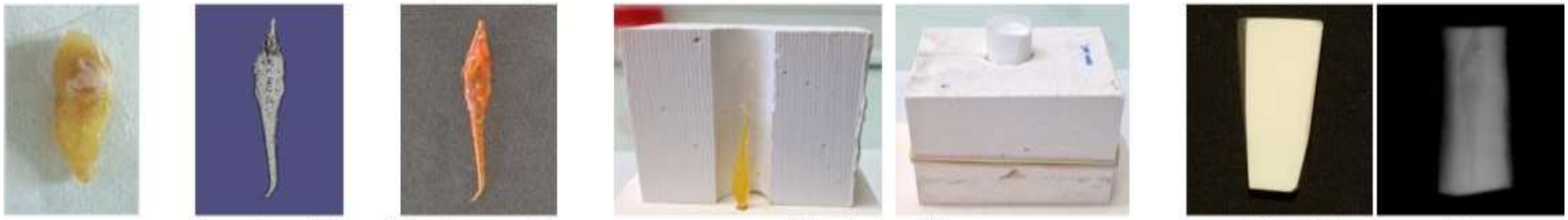


Masque dynamique

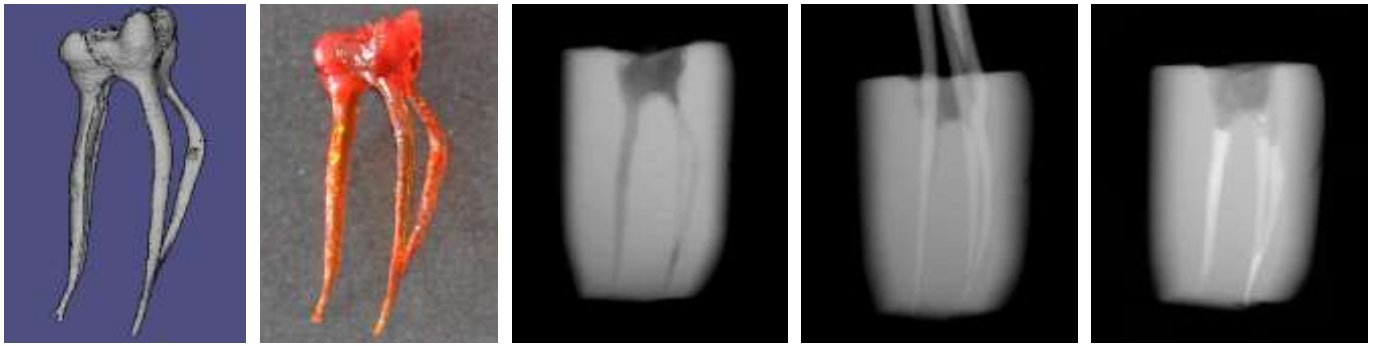


Mise en forme de céramique en utilisant un négatif organique

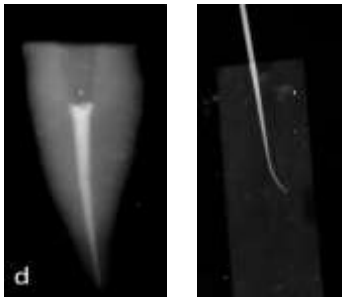
Acquisition | PR (10 µm) | Coulage | Frittage



données µ-CT | *moule canalaire* | *pré-* | *per-* | *post-*



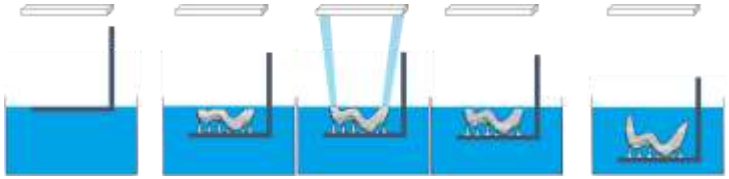
Dent naturelle | *Simulateur résineux*

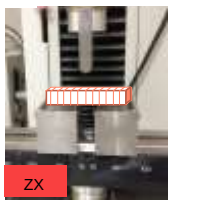


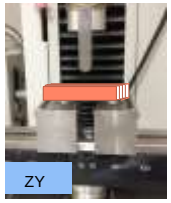
Simulateur reproductible et fidèle à la géométrie initiale
Radio-opacité proche de la dent naturelle

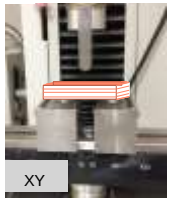
Thèse : Lieven Robberecht, Directeur de thèse : JC Hornez (lmcpa, UVHC) et F. Chai (inserm U1008, chru Lille)
Brevet WO 2016189252 A1 - Simulateur canalaire endodontique artificiel à base d'hydroxyapatite (satt Nord)

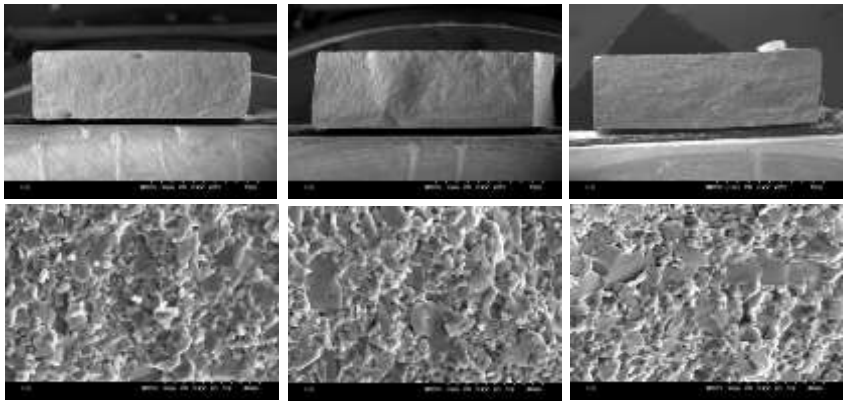
Mise en forme d'alumine (Al_2O_3) par impression 3D

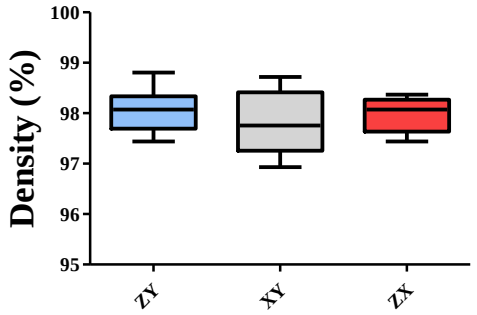


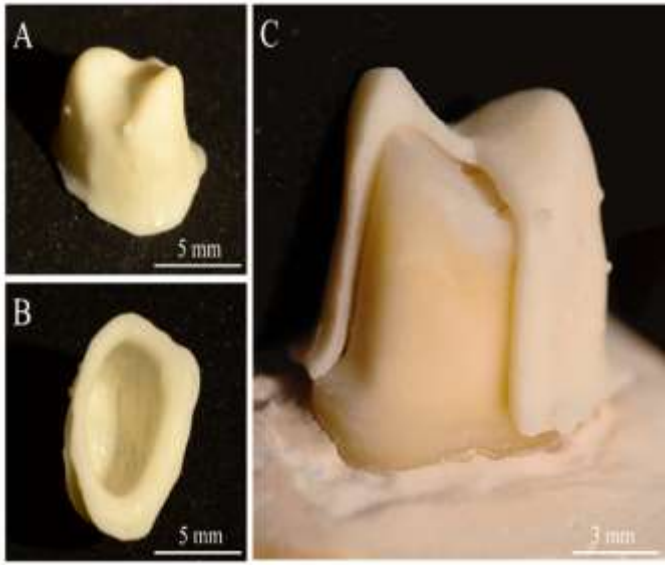












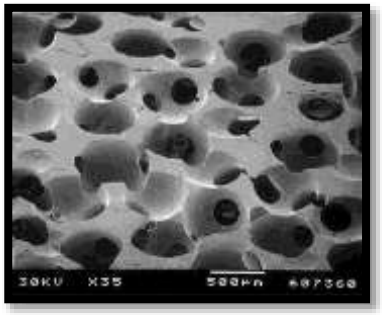
Thèse : Marion Dehurtevent, Directeur de thèse : JC Hornez (lmcpa, UVHC) et P. Béhin (Faculté de Chirurgie Dentaire Lille2)

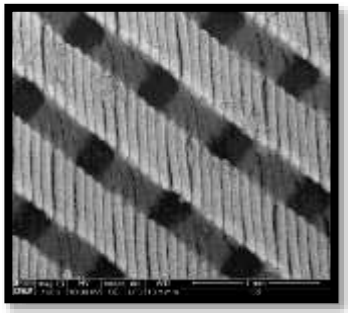
Etude des liens entre une architecture poreuse de TCP et la recolonisation cellulaire

Mise en forme

- Imprégnation d'une préforme en PMMA (**PS**)
- Stéréolithographie (**3D**)
- La congélation orientée(**BIO**)

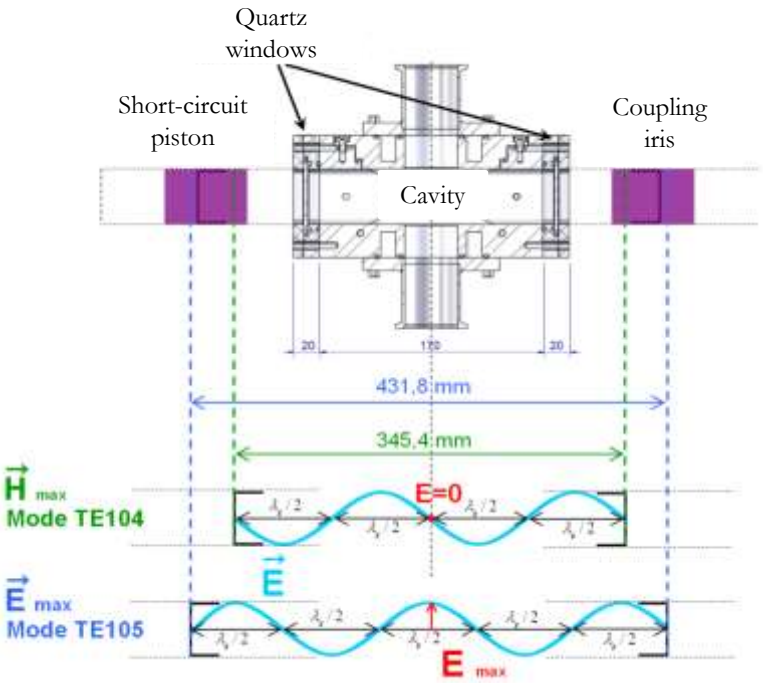
Frittage (1100°C / 3 h)





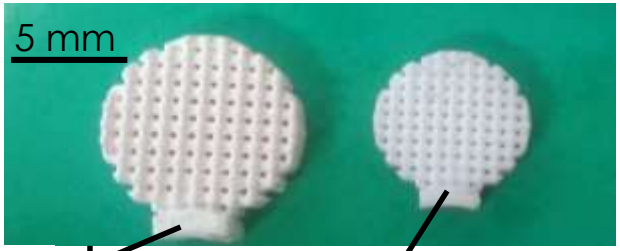
Thèse : Shaan Chamary, Directeur de thèse : JC Hornez (Imcpa, UVHC) et F Monteiro (INEB Université de Porto)

Frittage micro-ondes de céramiques



2.45GHz Single mode resonant-cavity

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



Green body reached by SLA

µw sintered piece

✓Densité des parois : 98.2%

Thèse : Shaan Chamary, Directeur de thèse : JC Hornez (Imcpa, UVHC) et F Monteiro (INEB Université de porto)

Impression 3D par stéréolithographie (SLA)

L'appareil

Intérêts et limitations

Intérêts

Formes géométriques complexes

Fabrication rapide

Pas de racleur

Pièce maintenue par la poussée d'Archimède

Limitations

Taille des pièces

Déliantage post mise en forme

Taux de charge

Schéma de fonctionnement

CAD File

Slices
50 µm

Computer
control

hν

Movable
platen

Cured
resin

ceramic powder
loaded
UV-curable resin

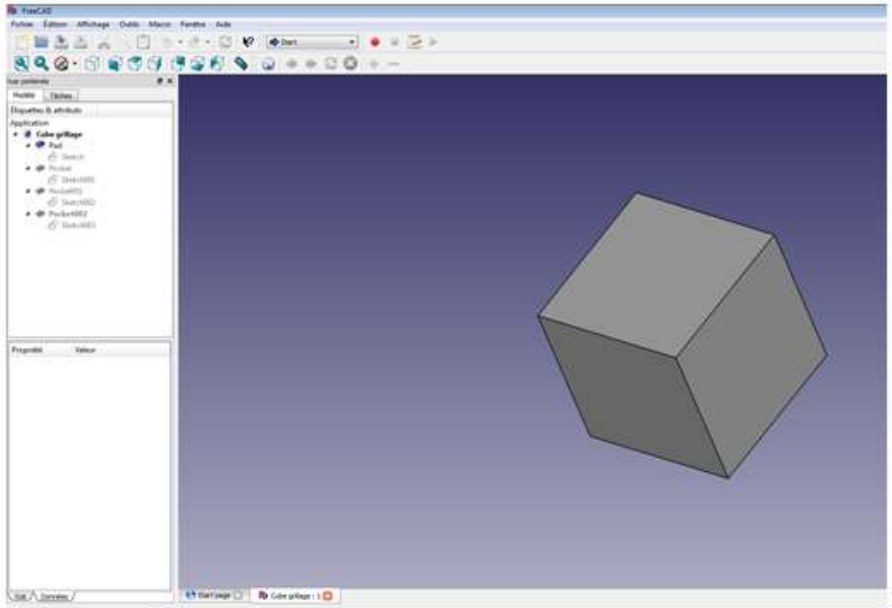
Ball mixing

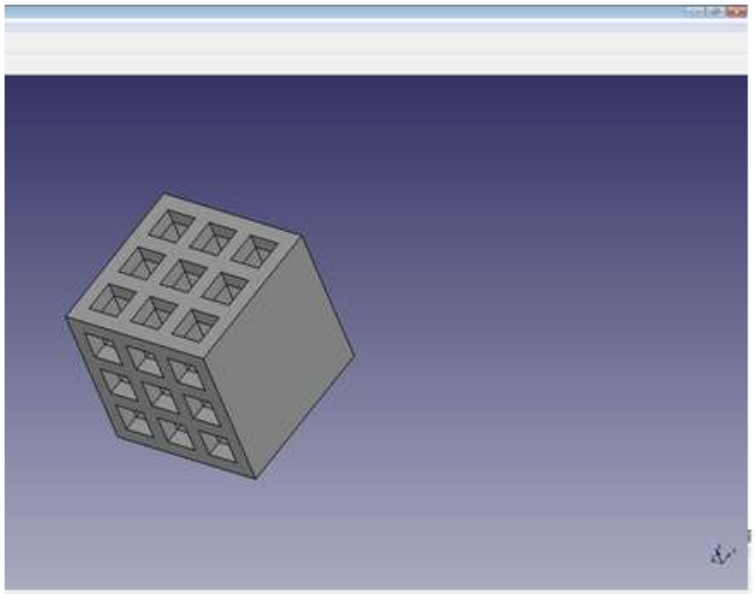
Ceramic
powder

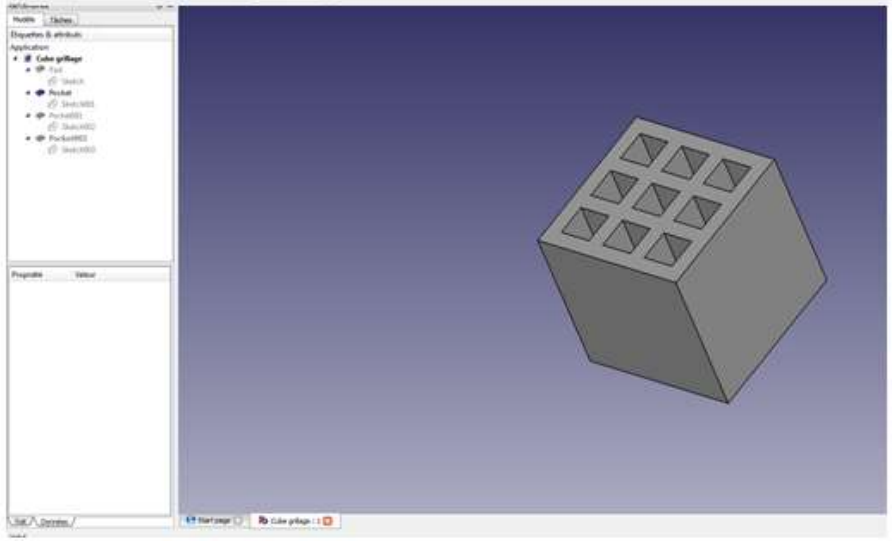
+

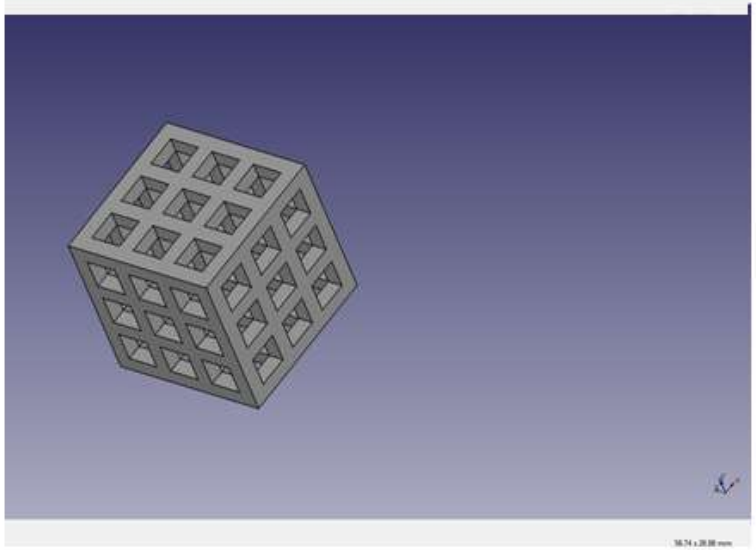
UV-curable
resin

CAO

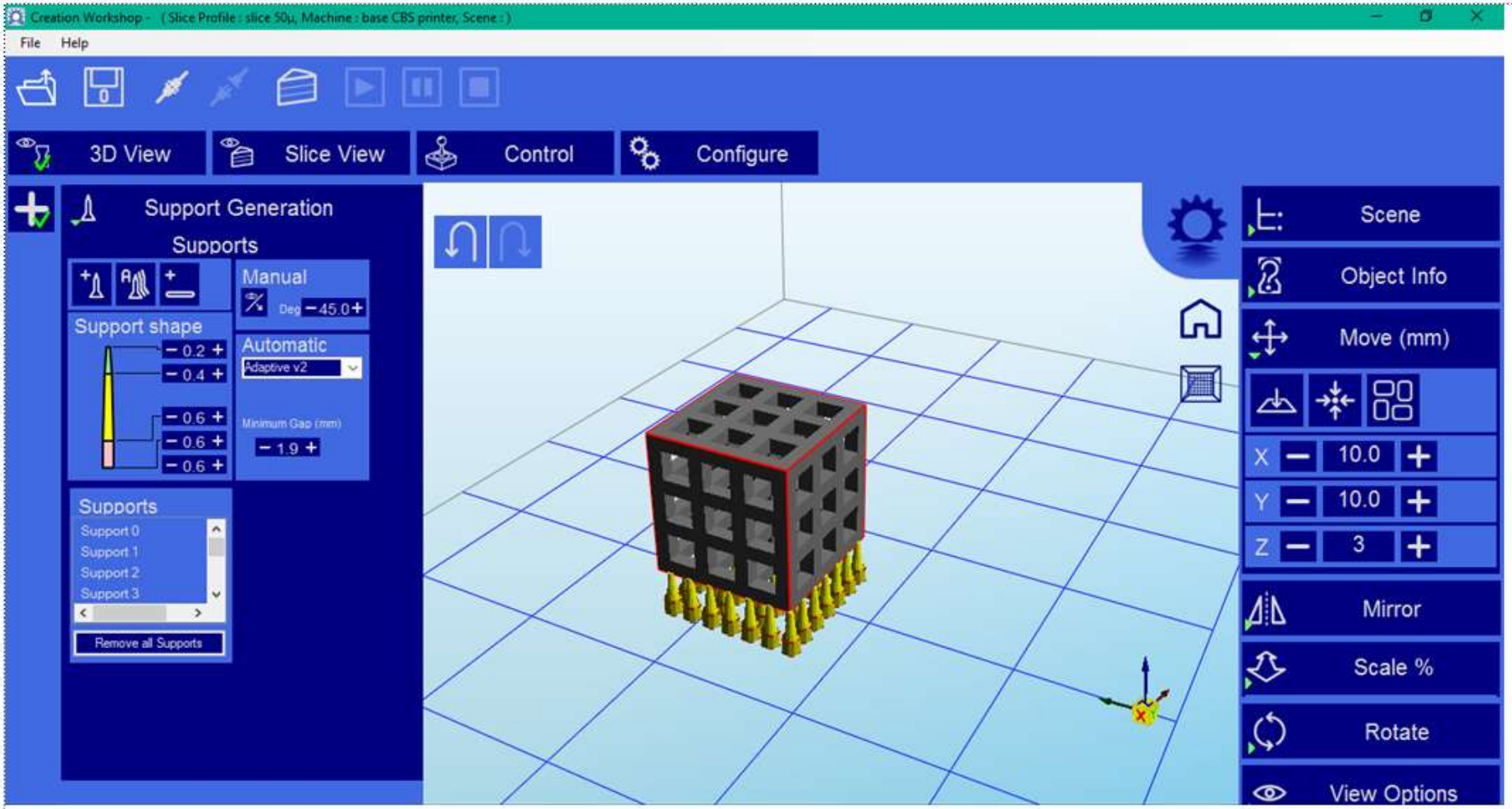






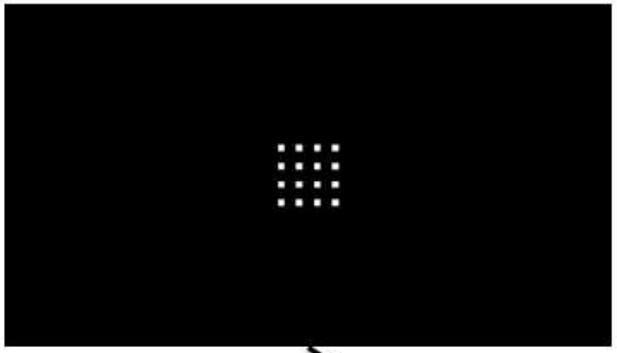


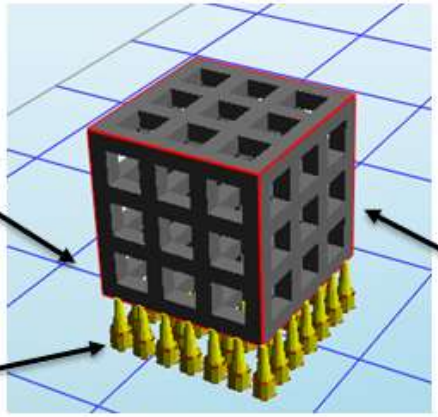
Mise en place des piliers

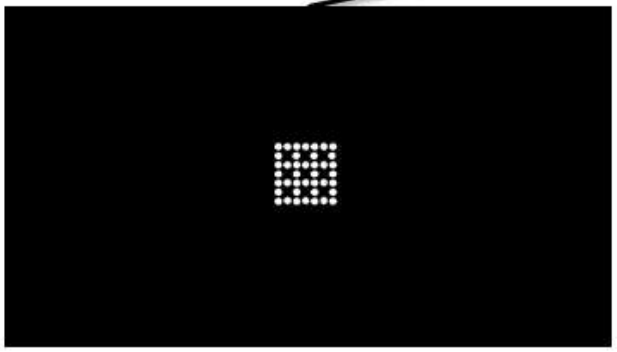


Slicing

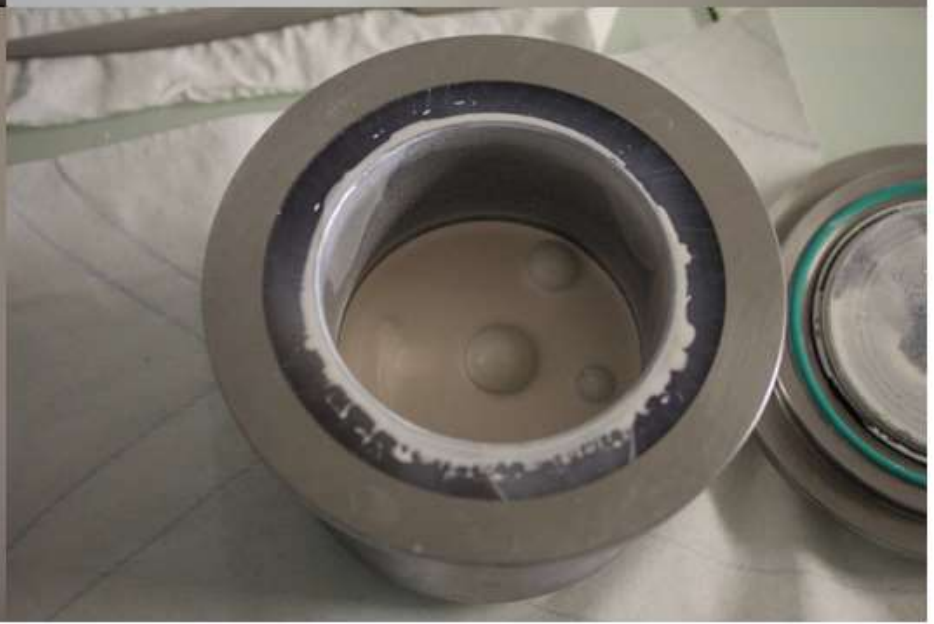
Tranches de 50µm d'épaisseur



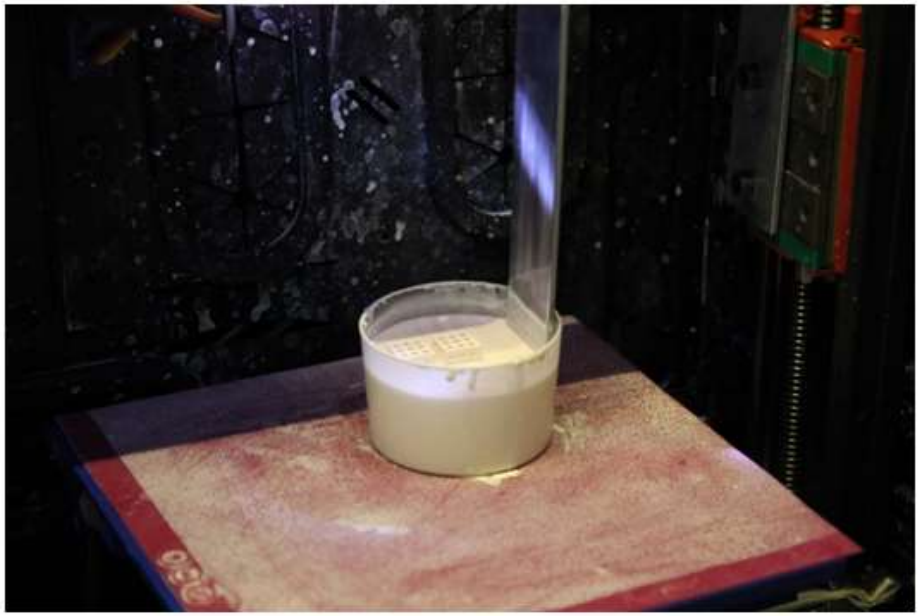




Préparation de la résine



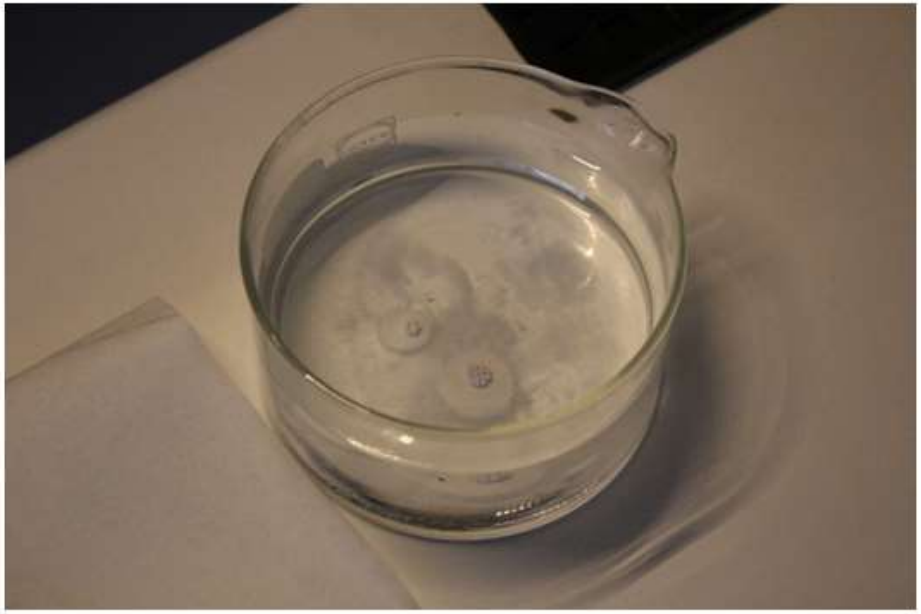
Prélèvement des pièces



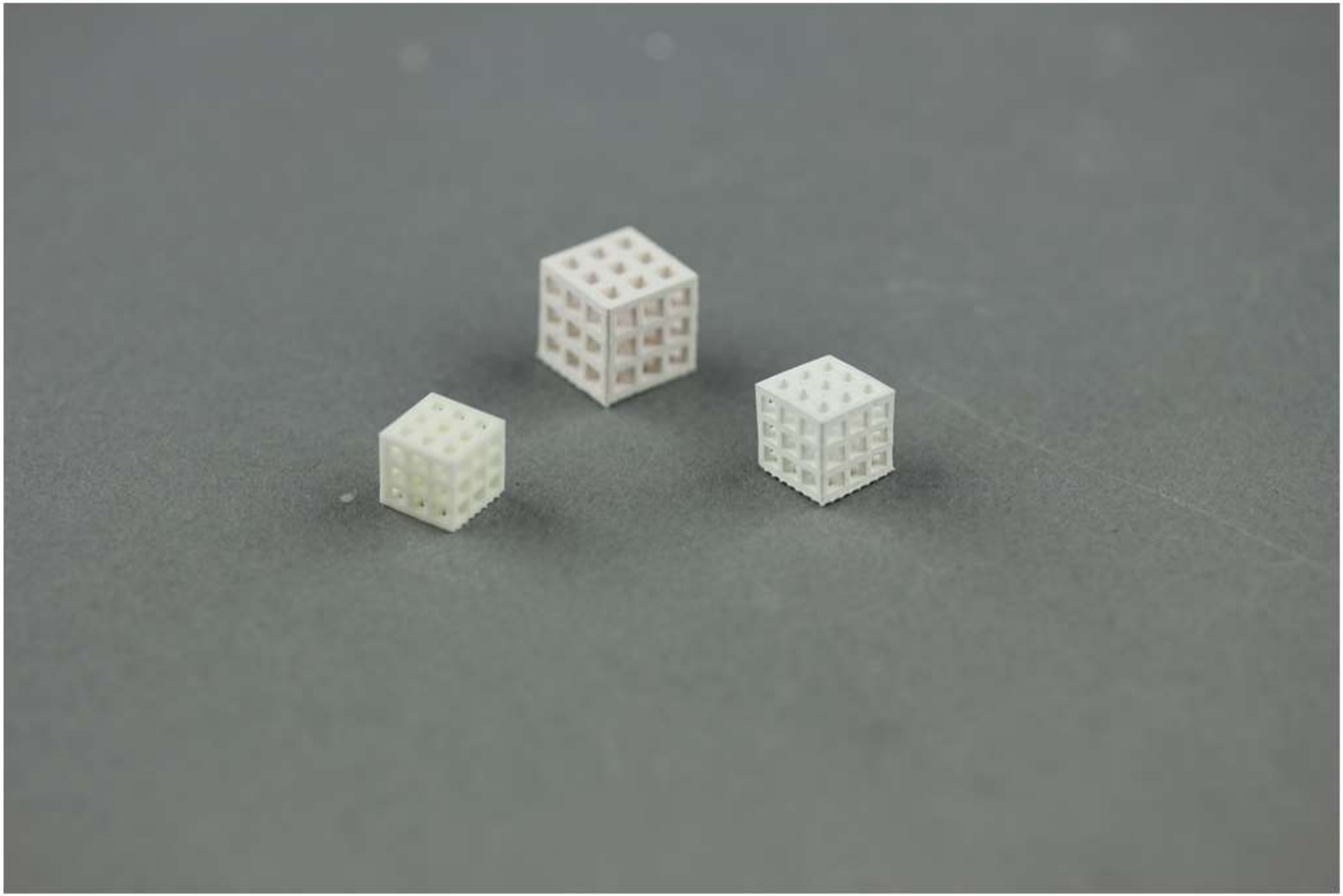
Les pièces sont détachées avec une spatule

Nettoyage des pièces

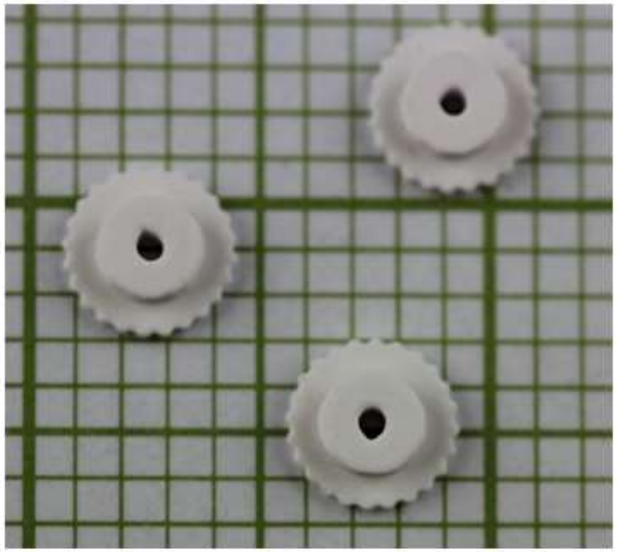
Bain d'isopropanol placé dans un bain d'ultrasons



Séchage, déliantage et frittage



Quelques 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

AVEC LE SOUTIEN DU FONDS EUROPÉEN DE DÉVELOPPEMENT RÉGIONAL

Techniques de mise en forme céramique non conventionnelles

F. Petit*

Belgian **C**eramic **R**esearch **C**entre (BCRC) – Mons, Belgium

*

Fabrication de petites séries ou prototypes de pièces céramique – Comment ?

3 familles de technologies

Soustractive
→ Enlèvement de matière

Additive
→ Addition de matière

Hybride
→ Combinaison d'approches

Fabrication additive

	Materials	Direct ?	Applicability to ceramics
Powder bed fusion: selective melting of stacked powder beds using a heat source (laser, electron beam)	Polymers, metals, ceramics.	**Yes**	**Poor**
Directed energy deposition: Material supply and melting simultaneously	Polymers, metals.	**Yes**	**Poor**
Laminated processes: stacking of physical slices of an objet	Metals, ceramics.	**No**	**Satisfactory**
Binder jetting: selected deposition of a binder to consolidate powder beds	Polymers, metals, ceramics.	**No**	**Satisfactory**
Material projection: Selective deposition of droplets	Metals, ceramics.	**No**	**Satisfactory**
Extrusion: Selective matter deposition through a nozzle	Polymers, metals, ceramics.	**No**	**Good**
VAT polymerization: UV-curing of a photosensitive resin filled with an inorganic powder	Polymers, metals, ceramics.	**No**	**Satisfactory**

Fabrication additive

		Materials	Direct ?	Applicability to ceramics
	Powder bed fusion: selective melting of stacked powder beds using a heat source (laser, electron beam)	Polymers, metals, ceramics.	**Yes**	**Poor**
	Directed energy deposition: Material supply and melting simultaneously	Polymers, metals.	**Yes**	**Poor**
	Laminated processes: stacking of physical slices of an objet	Metals, ceramics.	**No**	**Satisfactory**
	Binder jetting: selected deposition of a binder to consolidate powder beds	Polymers, metals, ceramics.	**No**	**Satisfactory**
	Material projection: Selective deposition of droplets	Metals, ceramics.	**No**	**Satisfactory**
	Extrusion: Selective matter deposition through a nozzle	Polymers, metals, ceramics.	**No**	**Good**
	VAT polymerization: UV-curing of a photosensitive resin filled with an inorganic powder	Polymers, metals, ceramics.	**No**	**Satisfactory**

Fabrication additive

		Materials	Direct ?	Applicability to ceramics
	Powder bed fusion: selective melting of stacked powder beds using a heat source (laser, electron beam)	Polymers, metals, ceramics.	**Yes**	**Poor**
	Directed energy deposition: Material supply and melting simultaneously	Polymers, metals.	Yes	Poor
	Laminated processes: stacking of physical slices of an objet	Metals, ceramics.	No	Satisfactory
	Binder jetting: selected deposition of a binder to consolidate powder beds	Polymers, metals, ceramics.	No	Satisfactory
	Material projection: Selective deposition of droplets	Metals, ceramics.	No	Satisfactory
	Extrusion: Selective matter deposition through a nozzle	Polymers, metals, ceramics.	No	Good
	VAT polymerization: UV-curing of a photosensitive resin filled with an inorganic powder	Polymers, metals, ceramics.	No	Satisfactory

Choix risqué pour les céramiques :

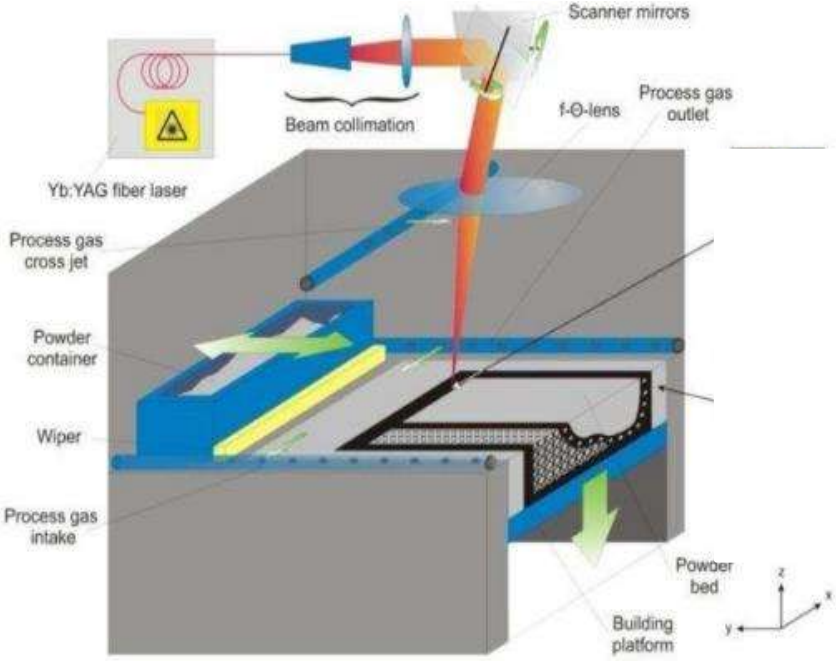
- Température de fusion élevée
- Sensibilité aux chocs thermiques
- Fragilité
- Fluage
- Aucune machine dédiée céramique

Mise en forme non conventionnelle

1ère technologie

Fusion sélective par laser

Principe de la fusion sélective par laser



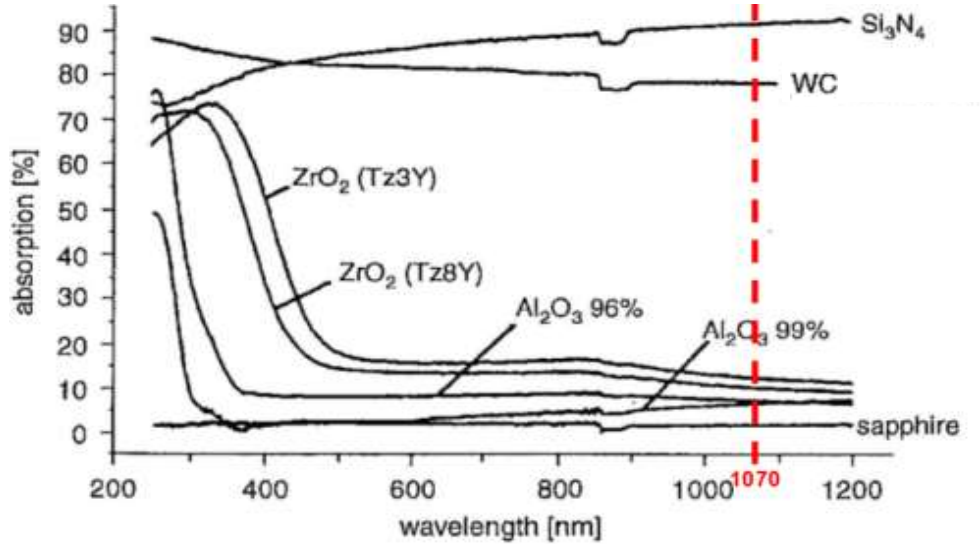
- Une fine couche de poudre est distribuée par une racle sur un support adapté
- Un laser fond la poudre sélectivement en se déplaçant sur la surface du lit de poudre de manière à reproduire une tranche de l'objet
- Le processus est répété couche après couche jusqu'à obtention de l'objet complet

Choix d'une céramique : l'alumine

L'alumine (Al_2O_3) est une céramique technique standard connue pour ses propriétés :

- Hautement réfractaire
- Dureté élevée
- Excellente résistance à l'usure
- Résistance au choc thermique

Problème : pour être mise en forme par laser, la céramique doit absorber le rayonnement laser, ce qui n'est pas le cas de l'alumine !

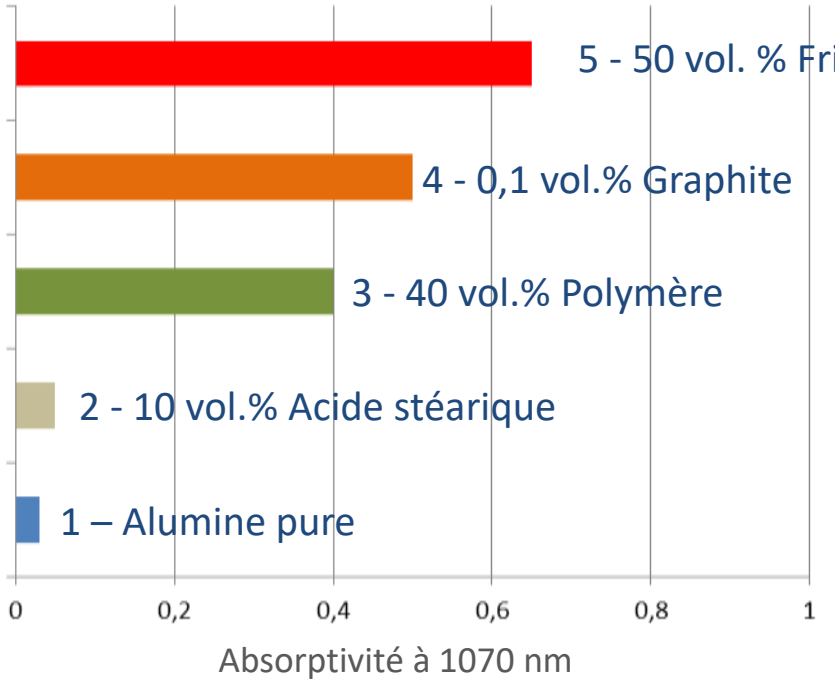


Adapted from D. T. Pham et al, Int. Jour. of machine & tools manufacture 47, 2077 pp 618-626

On peut accroître artificiellement l'absorptivité de la poudre en la mélangeant à un additif

Choix d'un additif absorbant

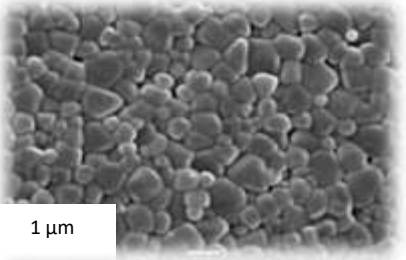
De nombreux candidats possibles …



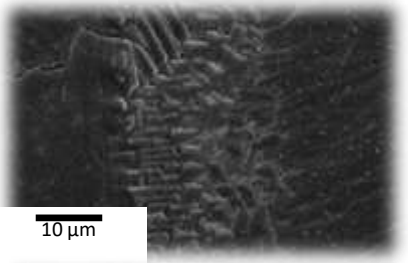
Test laser

1.

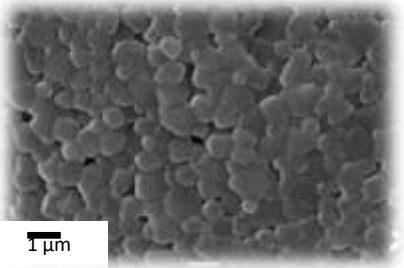
2.



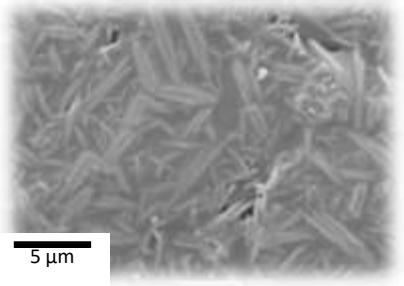
3.



4.

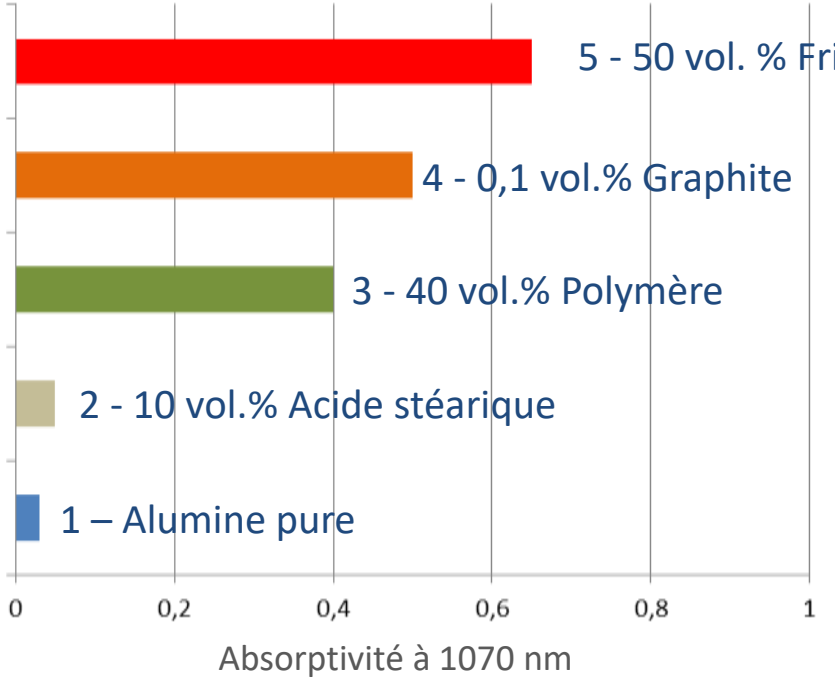


5.

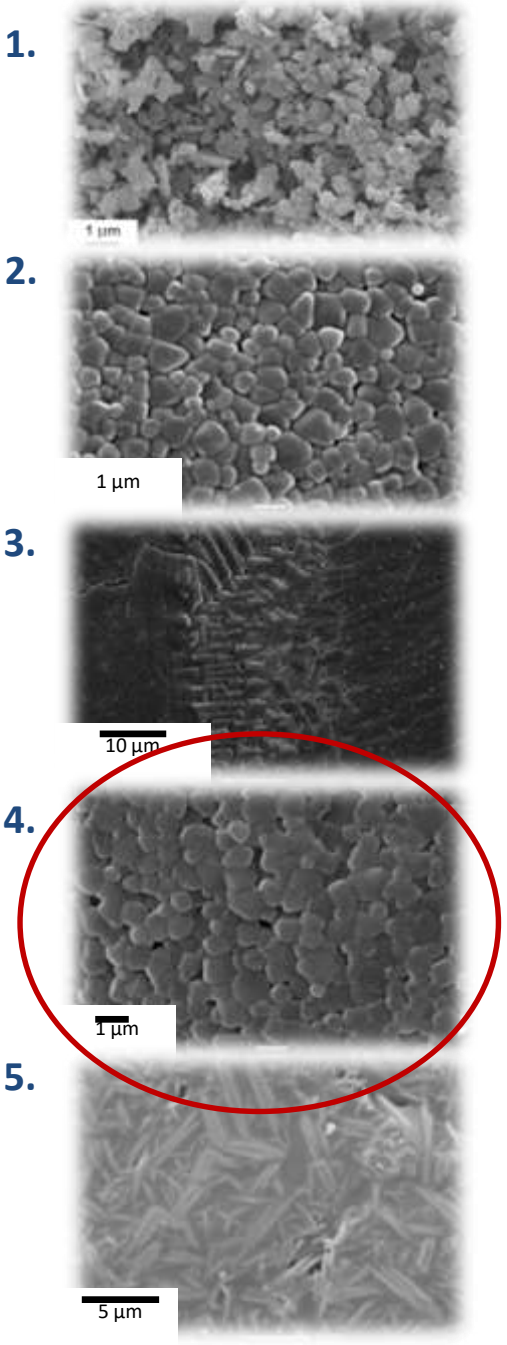


Choix d'un additif absorbant

De nombreux candidats possibles …



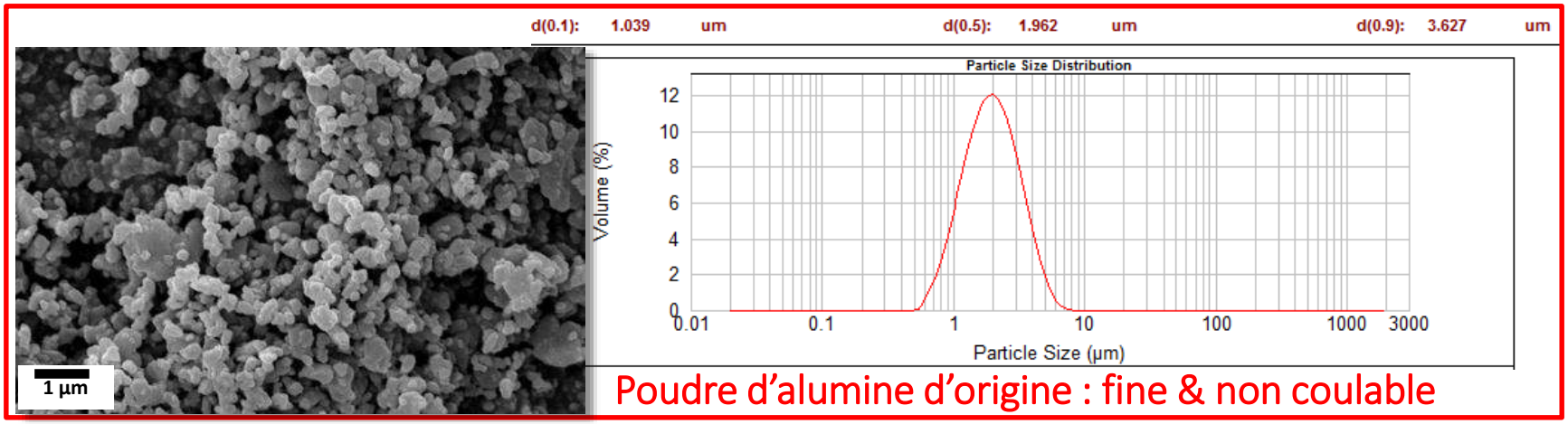
Test laser

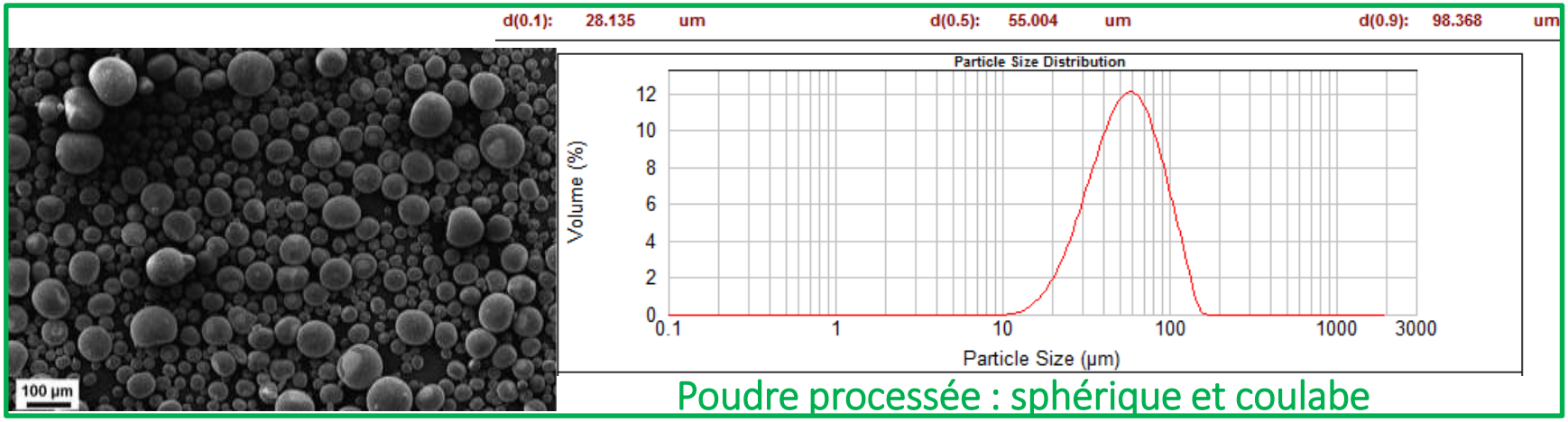


Meilleur choix

Rendre la poudre sphérique et coulable

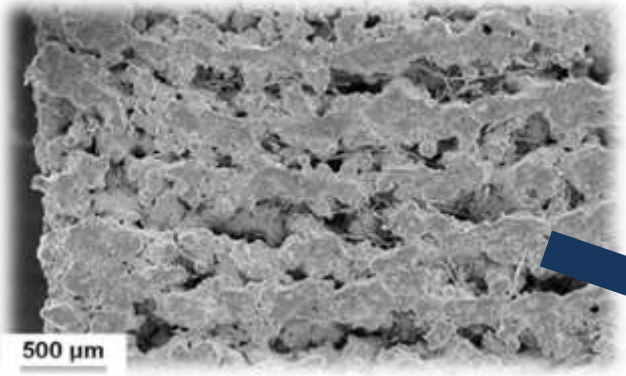
Co-broyage alumine & graphite en milieu aqueux + « spray drying »





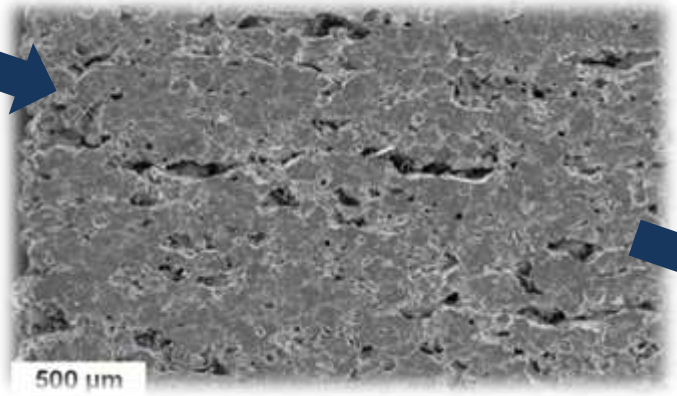
Résultats

Forte influence de l'épaisseur de couche sur la densité & la qualité de la microstructure



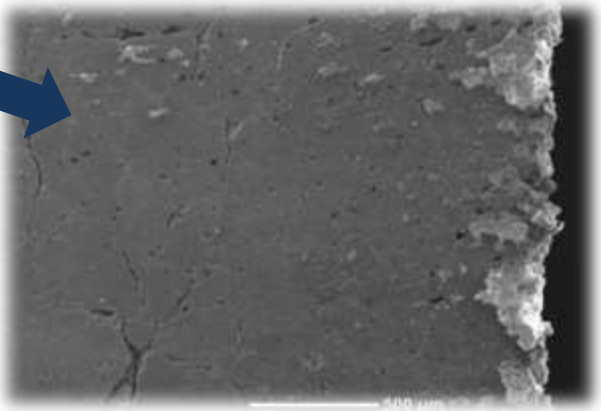
Epaisseur de couche : 100 µm
Conditions laser 1

ρ= **77%**



Epaisseur de couche : 50 µm
Conditions laser 1

ρ= **85%**

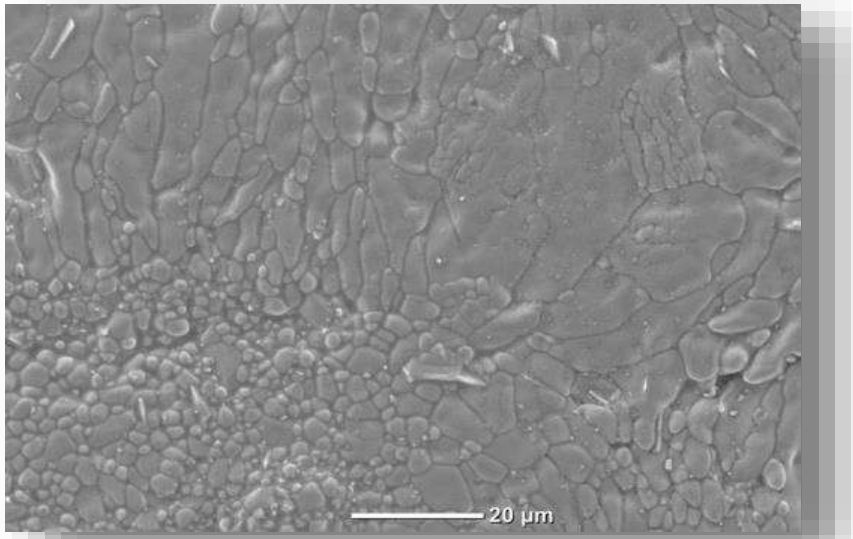


Epaisseur de couche : 50 µm
Conditions laser 2

ρ= **92%**

Fusion sélective par laser d'alumine

Résultats optimaux

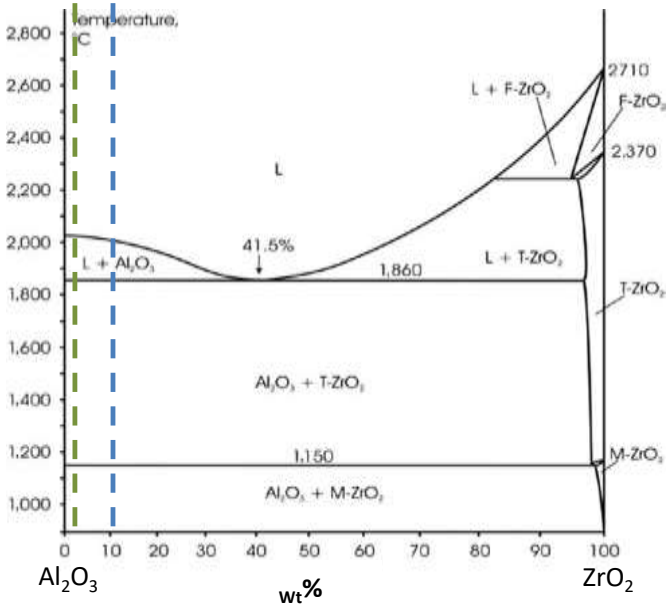


- Microstructure homogène mais micro-fissurée
- Aucune déformation macroscopique
- Mise en forme possible de pièces très complexes

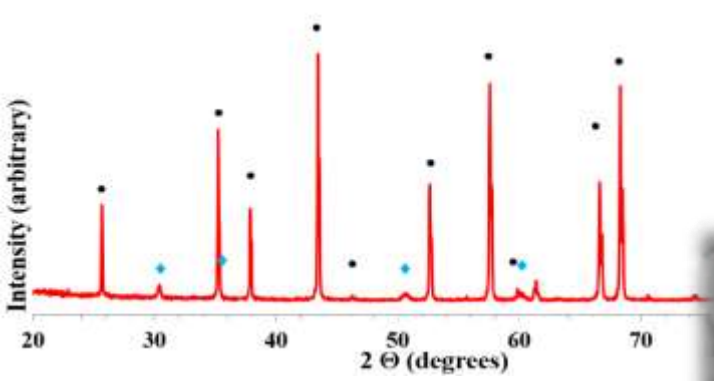
Fusion sélective par laser

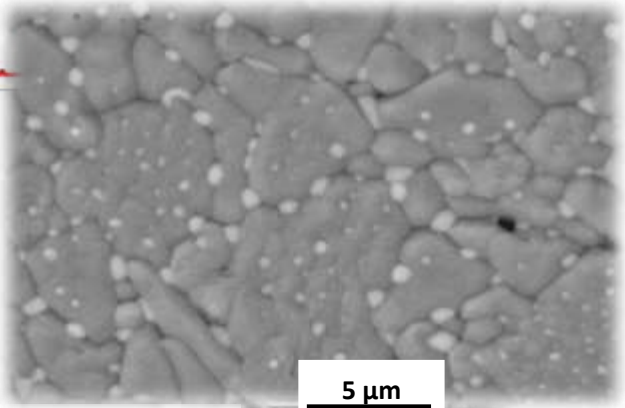
D'autres céramiques sont elles compatibles ?

Alumine + Zircone

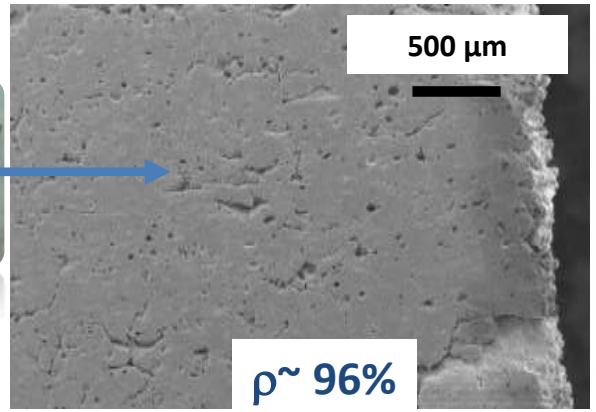


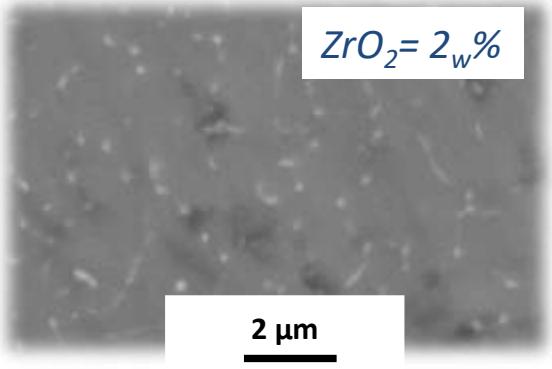
S.M. Lakiza and L.M. Lopato,, JACS, Vol. 80 No. 4 (1997), pp. 893-902.

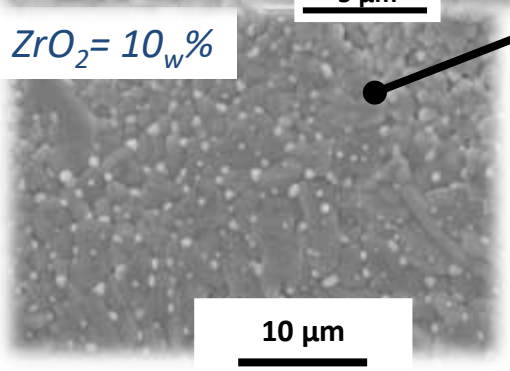




- Al_2O_3 matrice (gris)
- ZrO_2 (blanc)



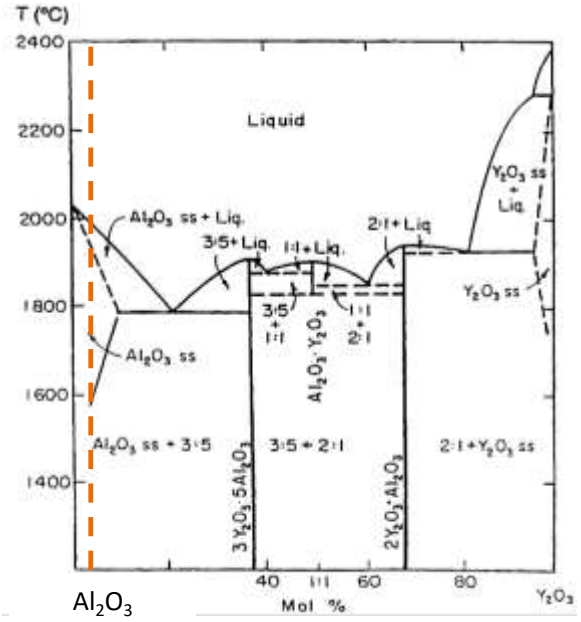


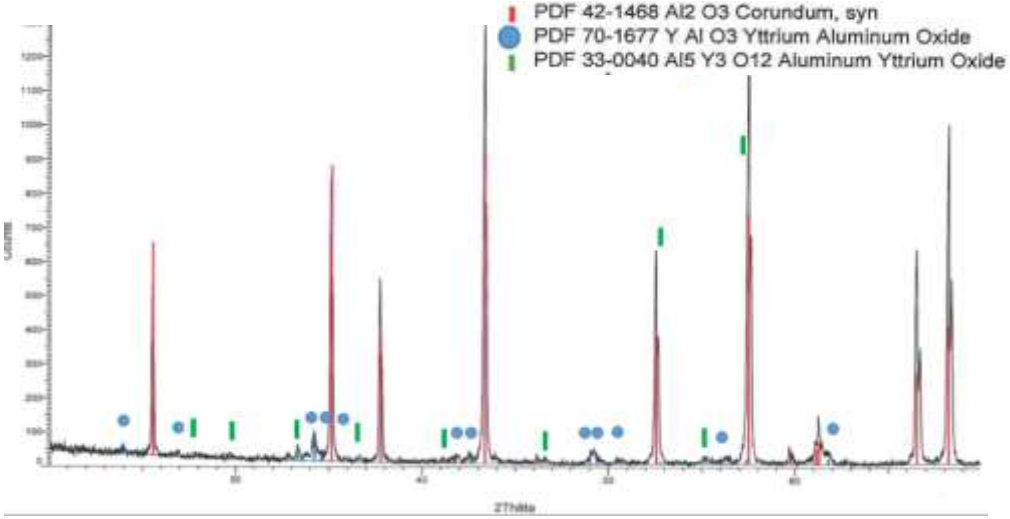


Fusion sélective par laser

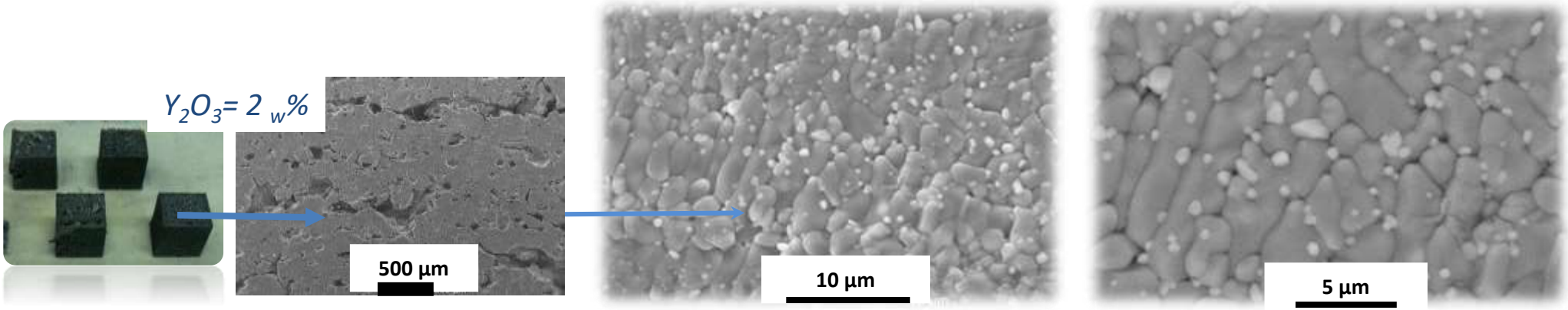
D'autres céramiques sont elles compatibles ?

Alumine + Oxyde d'yttrium





- Tout l'oxyde d'yttrium est consommé
- Formation de phases YAG et YAP (blanc)

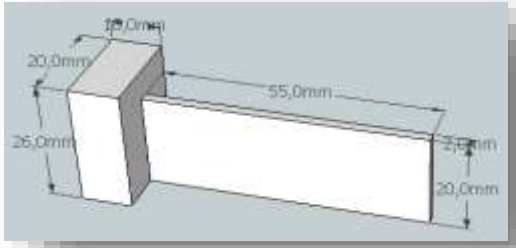


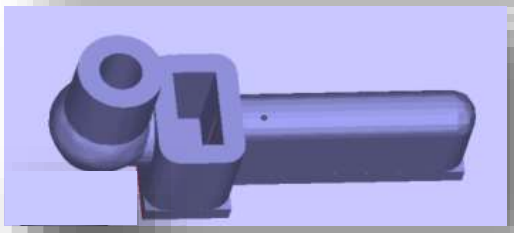
Fusion sélective par laser

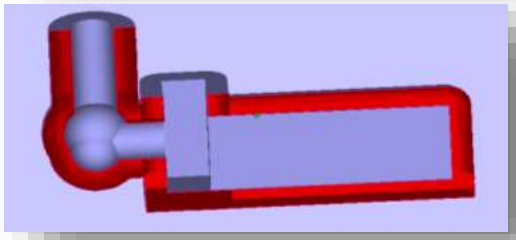
Application industrielle possible : fonderie métallique

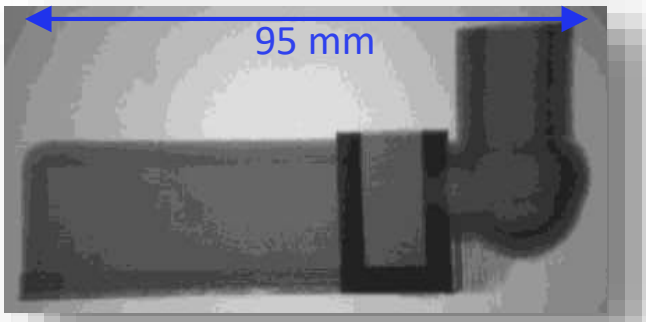
Aube de turbine simplifiée

Acier inoxydable 316L









Temps de fabrication : 12 heures
Epaisseur des parois : 5 mm
Aucun défaut ni rupture induit par la coulée

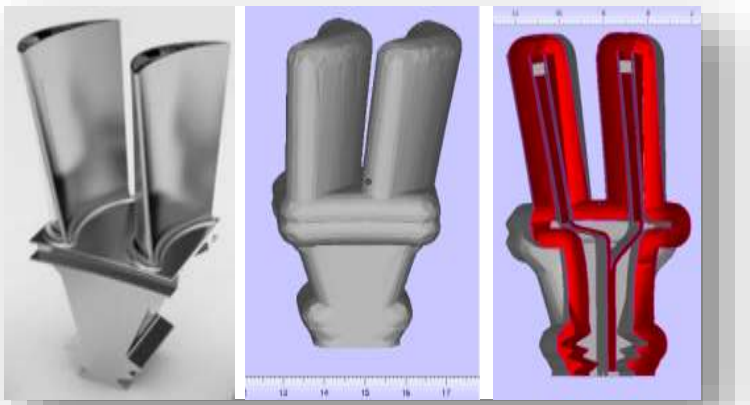
Après sablage

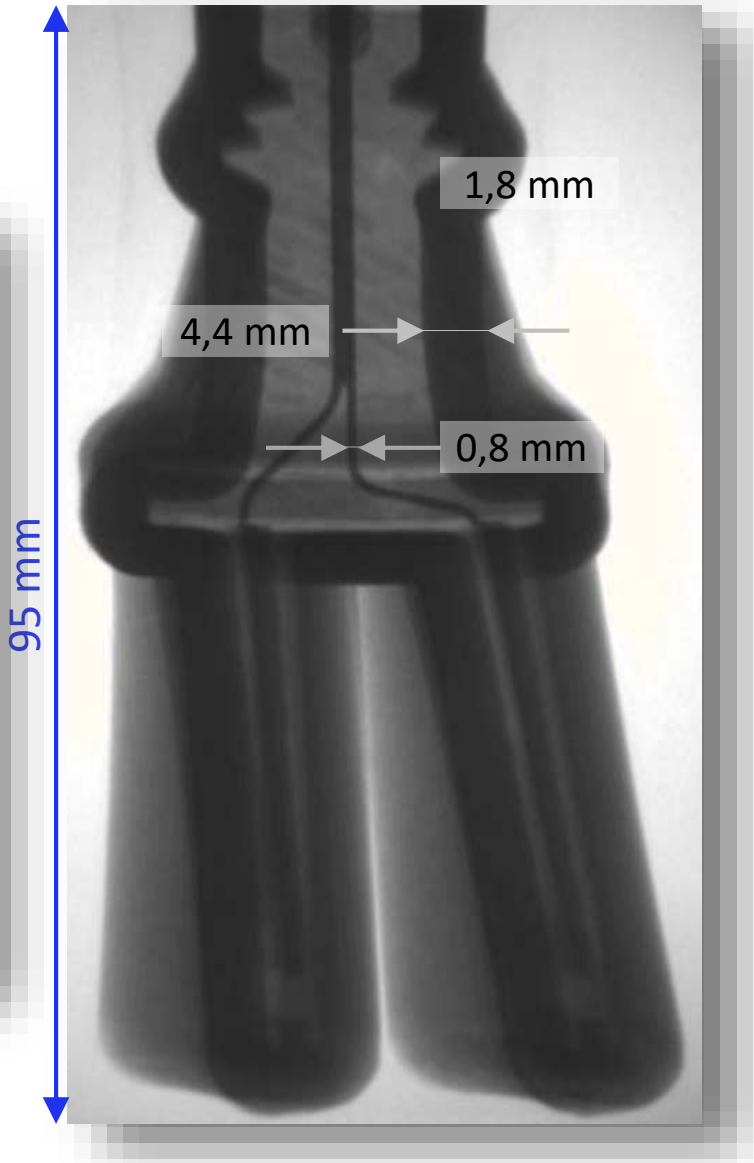
Fusion sélective par laser

Double aube de turbine avec canaux internes

Temps de fabrication : 15 heures

Epaisseur de parois : 5 mm

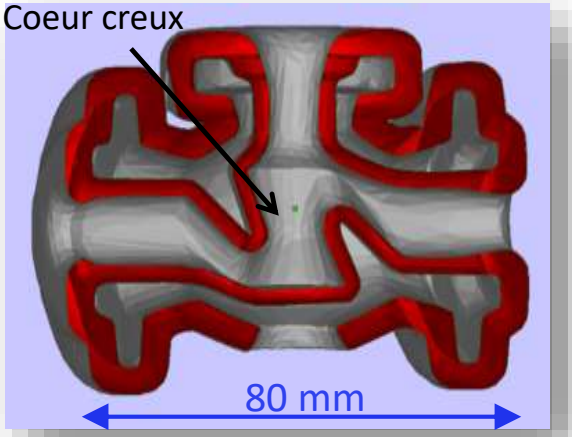




Fusion sélective par laser

AlCu4MgSi

Modèle 3D du moule



Avant la coulée

Après la coulée

Après traitement mécanique

Mise en forme non conventionnelle

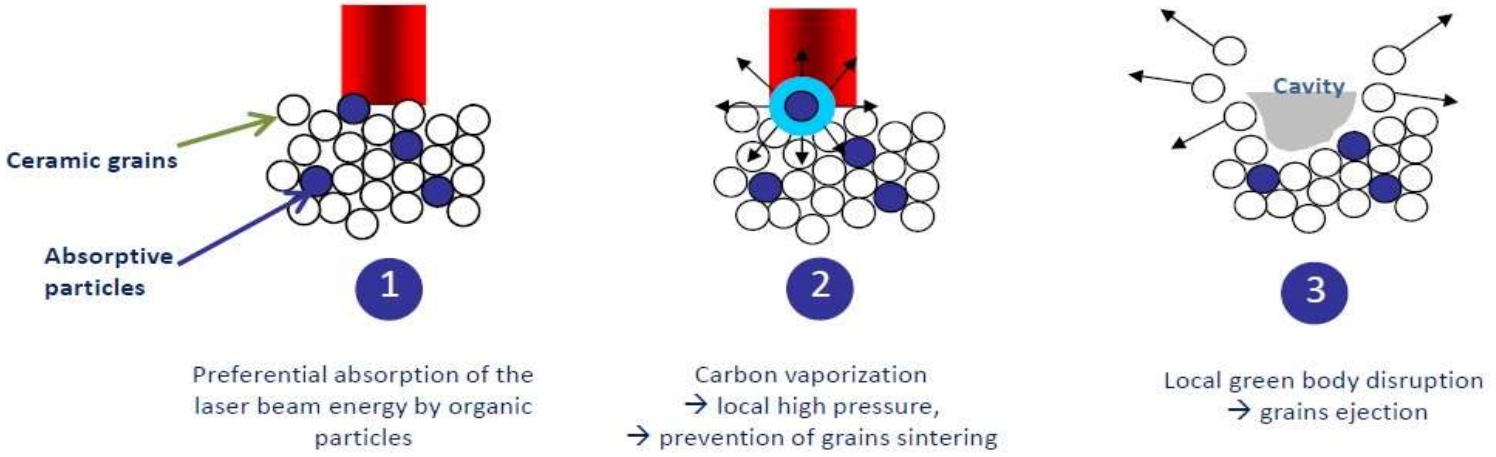
2nd technologie

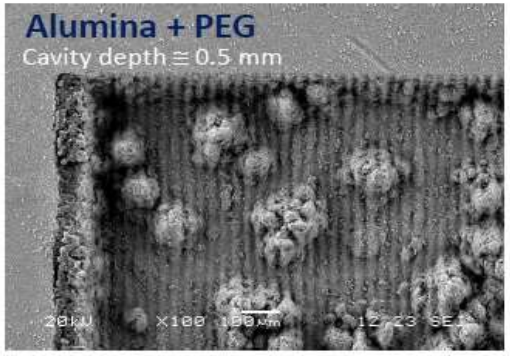
Usinage laser des céramiques à l'état cru

Usinage laser non conventionnel

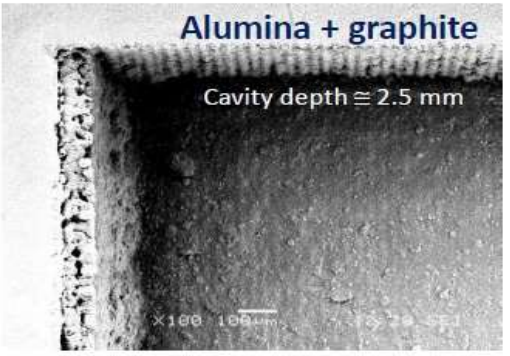
Plutôt que d'usiner au laser les céramiques denses, l'usinage se réalise sur un bloc cru

Patent WO/2012/164025 - PCT/EP2012/060261



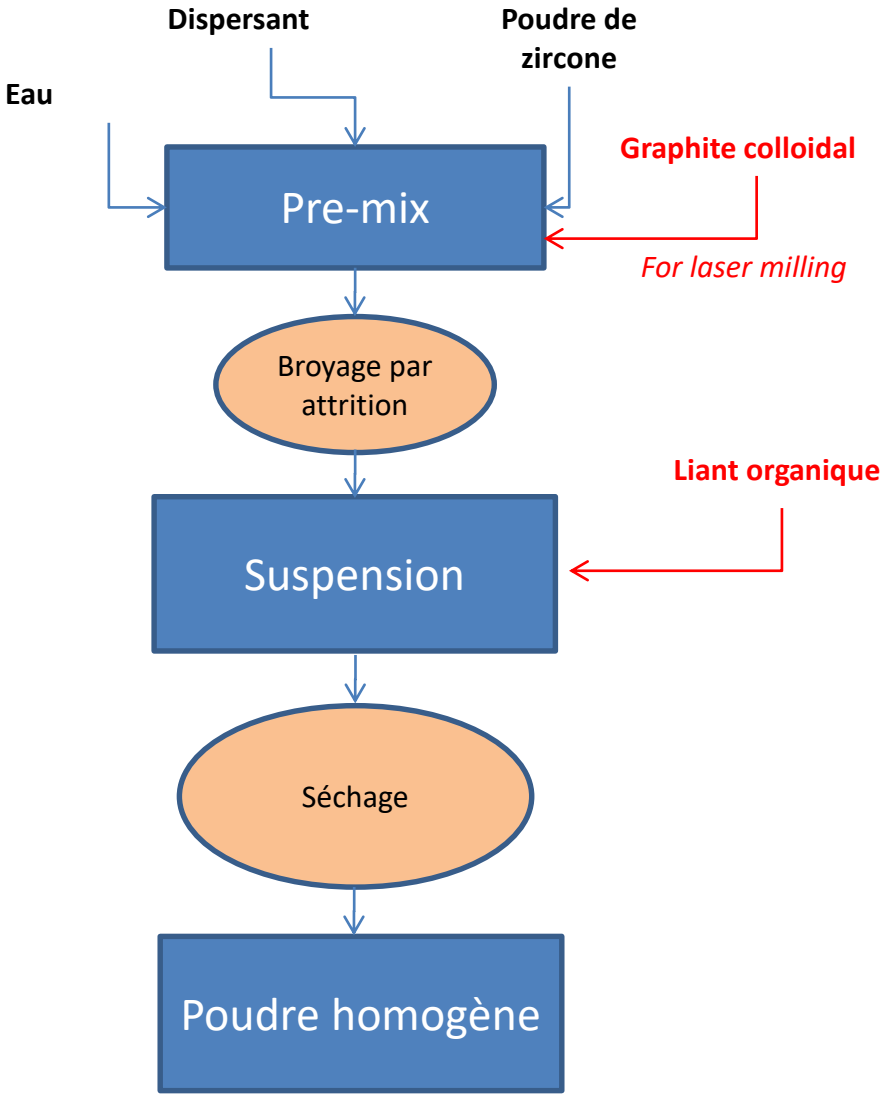


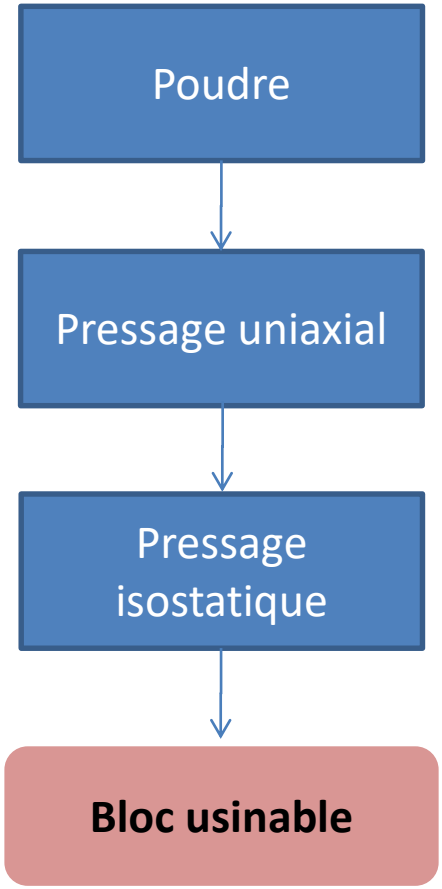
Vs



Tool geometry

Préparation des blocs





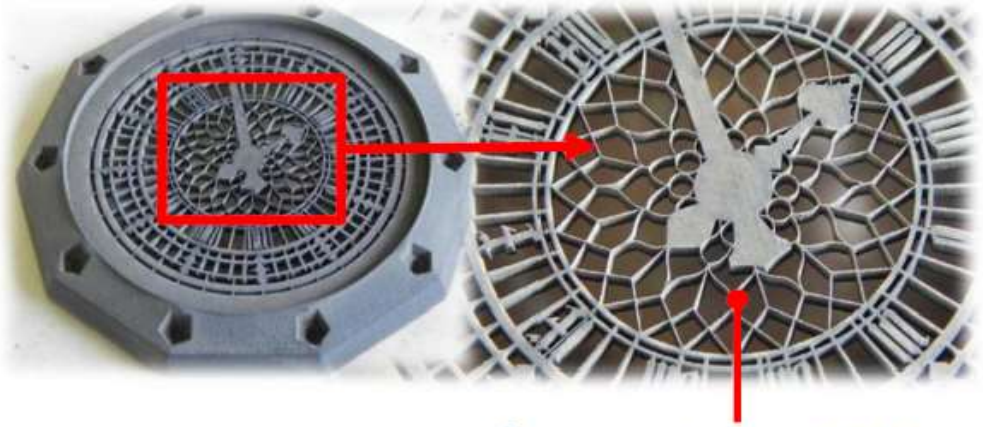
Tool geometry

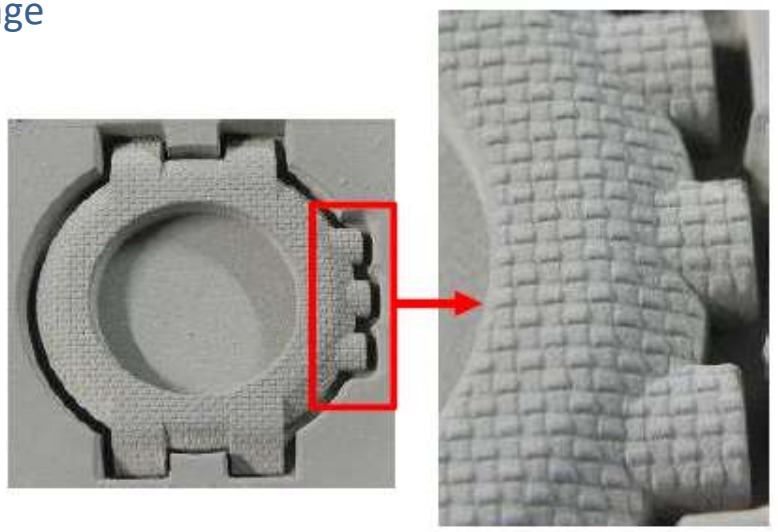
Usinage des céramiques à l'état cru

Green state laser milling using conventional ns pulsed laser sources

Avantages :

- Non contact : pièces délicates, détails fins
- Très rapides : taux d'ablation > 10-100 X dans l'état dense
- Usinage presque athermique mais 20 x plus faible et plus fiable que l'usinage femtoseconde !
- Faible teneur en graphite (<5%) -> Pas de résidu lors du frittage



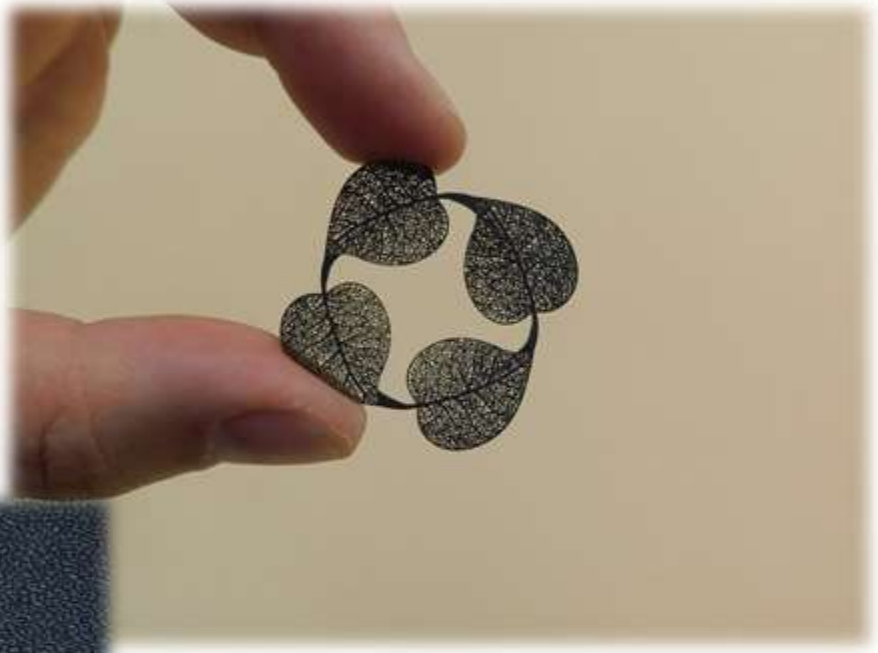


Inconvénients :

- Encore trop lent lorsque de grands volumes de matière doivent être enlevés
- Les parois verticales ne peuvent être usinées (angle de dépouille)

Quelques exemples d'usinage laser

Quelques exemples d'usinage laser



Mise en forme non conventionnelle

3ème technologie

Usinage hybride des céramiques à l'état cru

Combinaison fraisage conventionnel & usinage laser

Fraisage

Avantages

- Technologie mature
- Taux d'enlèvement de matière élevés
- Bons états de surface

Limitations

- Taille de l'outil = restrictions d'usinage
- Petit outil → usinage fin mais lent

→ Contraintes et risques d'endommagement

Laser

Avantages

- Intéressant pour matériaux durs
- Usinage sans contact = pas de contrainte
- Taille de sport (= outil) très fine

Limitations

- Faible taux d'ablation sur matériaux denses
- Zone affectée thermiquement → contraintes & défauts

Combinaison fraisage conventionnel & usinage laser

Fraisage

Avantages

- Technologie mature
- Taux d'enlèvement de matière élevés
- Bons états de surface

Laser

Avantages

- Intéressant pour matériaux durs
- Usinage sans contact = pas de contrainte
- Taille de sport (= outil) très fine

Usinage hybride
(fraisage + laser)

→ Combinaison du meilleur des 2 techniques
→ **Pertinent sur céramique crue**
→ **Réalisation en un seul équipement**

1ère machine : “Couteau Suisse de l’usinage hybride”

Machine de laboratoire conçue par **OPTEC (Belgique)**

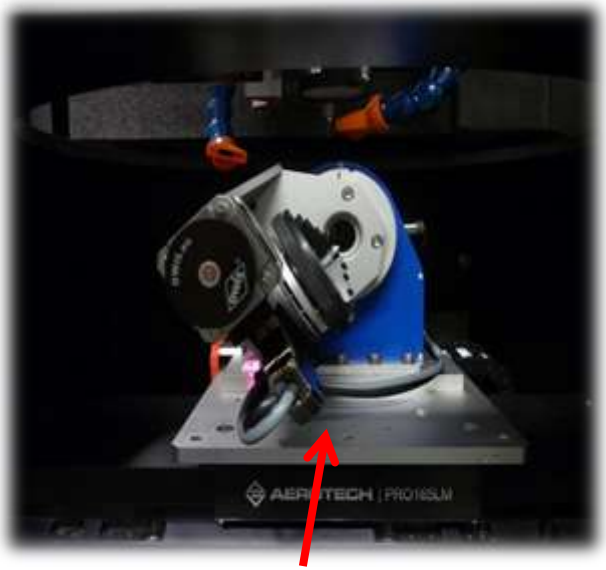
Mécanique
- 5 axes mécaniques de positionnement

Optique
- 3 axes optiques (xy & axe Z rapide) pour le laser
- Caméra numérique haute résolution

Outils d’usinage
- 1 source laser ns (IPG 100 W)
- 1 source laser fs (Amplitude systems 10 W)
- 1 fraise (400 W, 30 000 rpm)

Scanner pour reconstruction 3D
- Scanner micro-epsilon

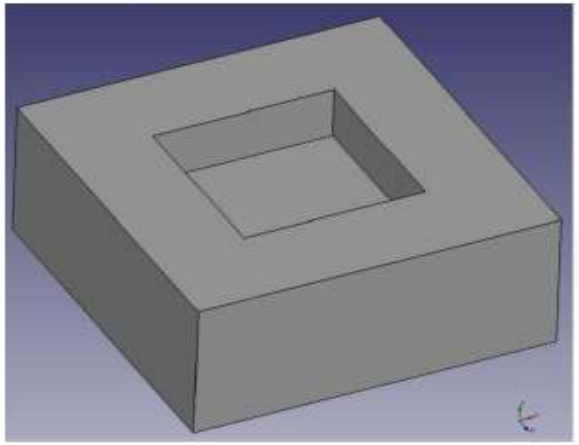
1ère machine : “Couteau Suisse de l’usinage hybride”



Example d'hybridation

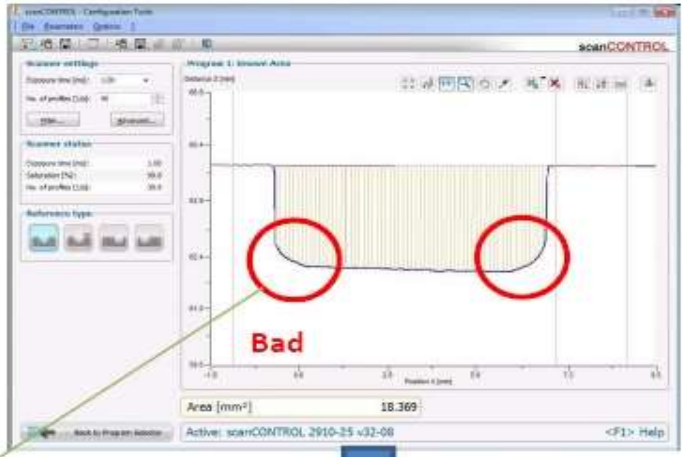
Aim : to machine a 3 mm deep cavity with straight edges and sharp angles

CAD object



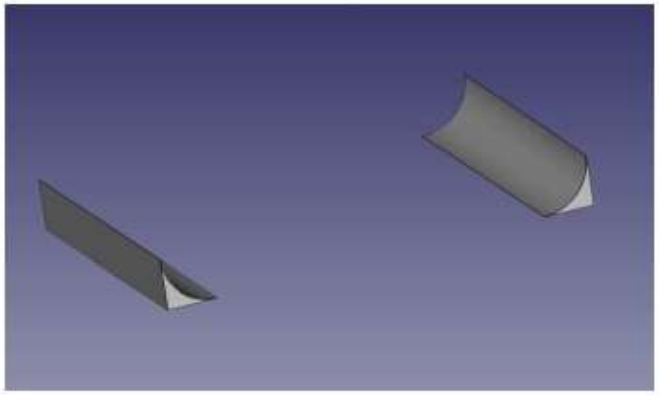
Tool milling
(tool diameter : 1 mm)

In-situ scanning profile



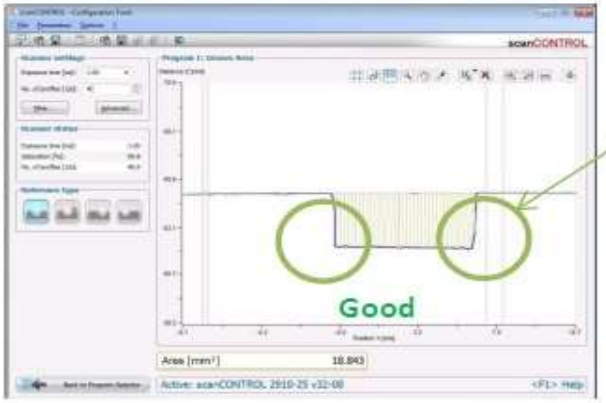
Determination of excessive material

CAD object



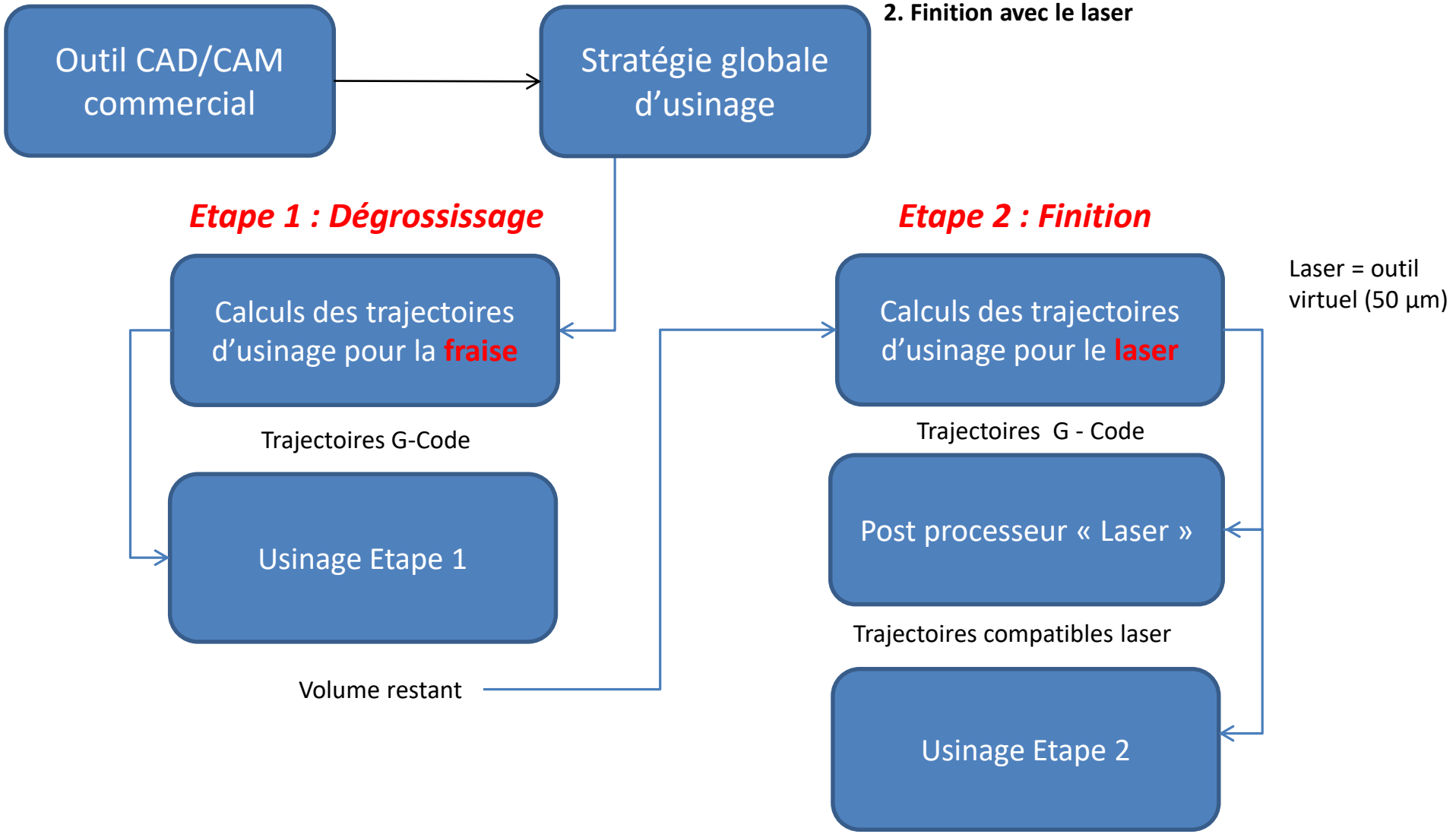
Laser milling
(tool « diameter » : 30 µm)

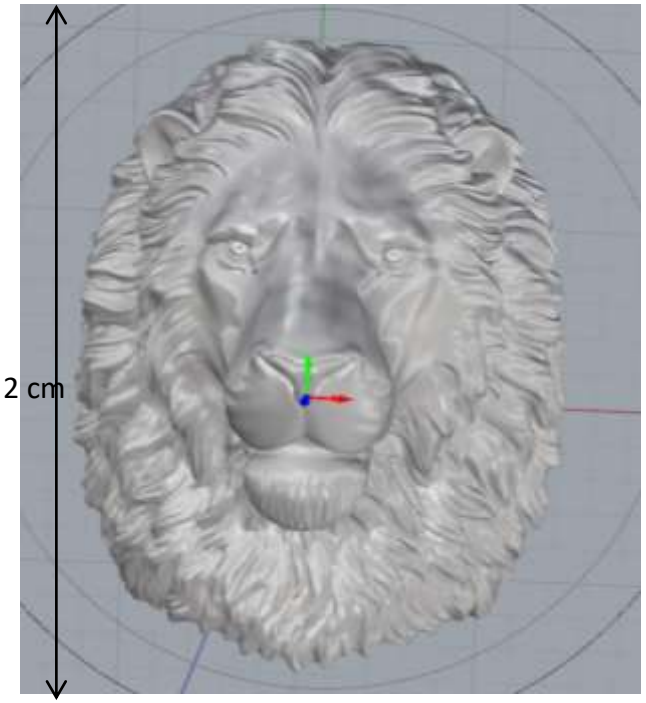
Suppression of round edges

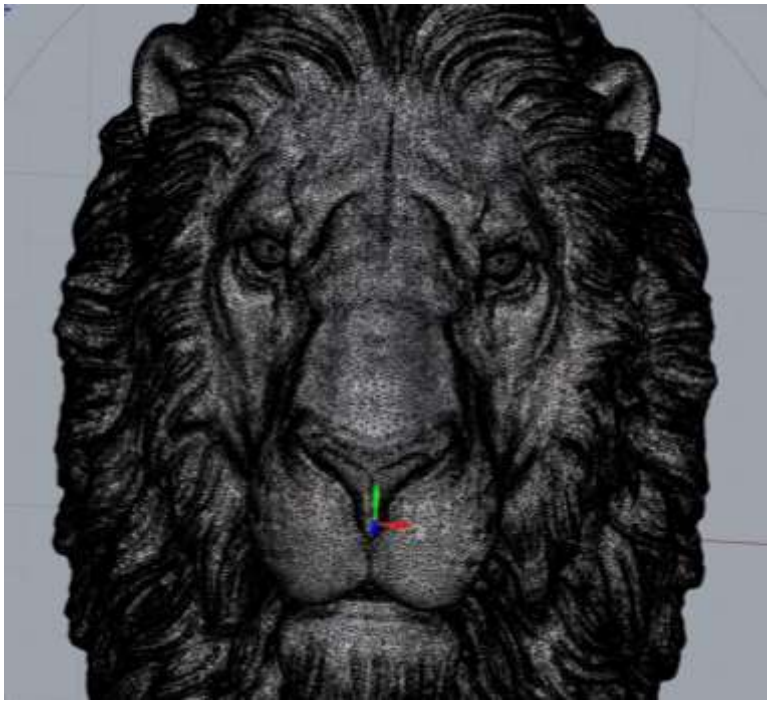


Principe générique d'usinage

1. Dégrossissage avec la fraise
2. Finition avec le laser







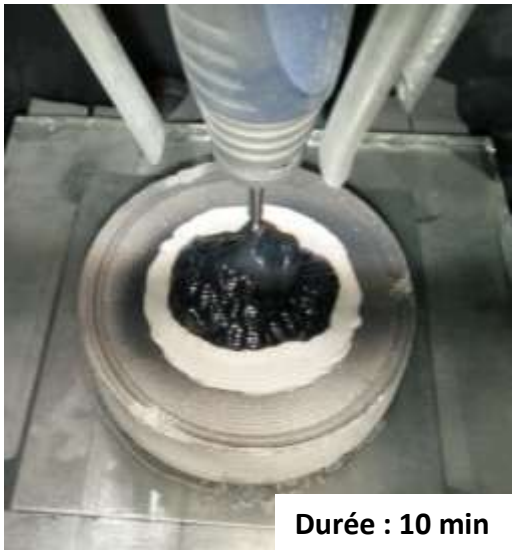
Fichier .stl file (89 Mo)

La plupart des détails ne peuvent être usinés par une fraise (yeux, crinière) en des temps raisonnables **(la plupart des cavités ont des profondeurs < 100 µm et des profondeurs > 150 µm)**

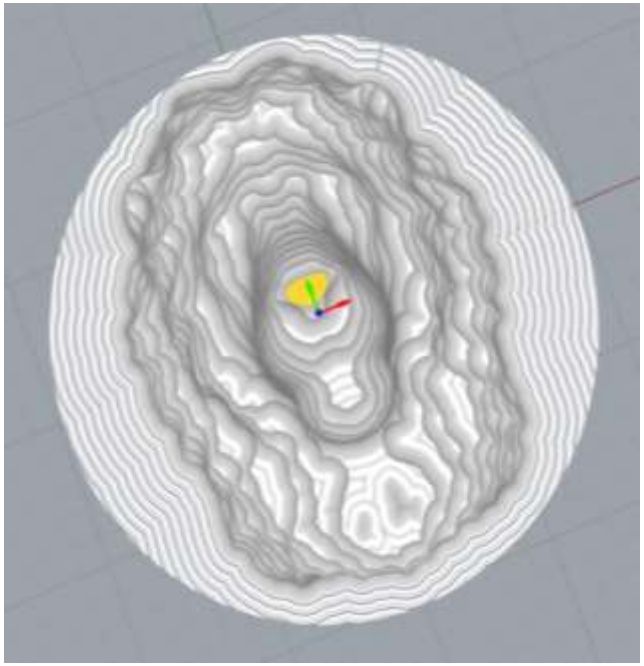
Etape 1 : Dégrossissage horizontal (fraise)

Principe :

- La matière est enlevée par couche
- L'outil démarre du sommet du bloc et usine dans le plan XY sans changer le Z
- Lorsque la couche est usinée, l'outil se déplace en Z pour réaliser la couche suivante
- La procédure est répétée jusqu'à ce que l'objet soit reproduit



Durée : 10 min

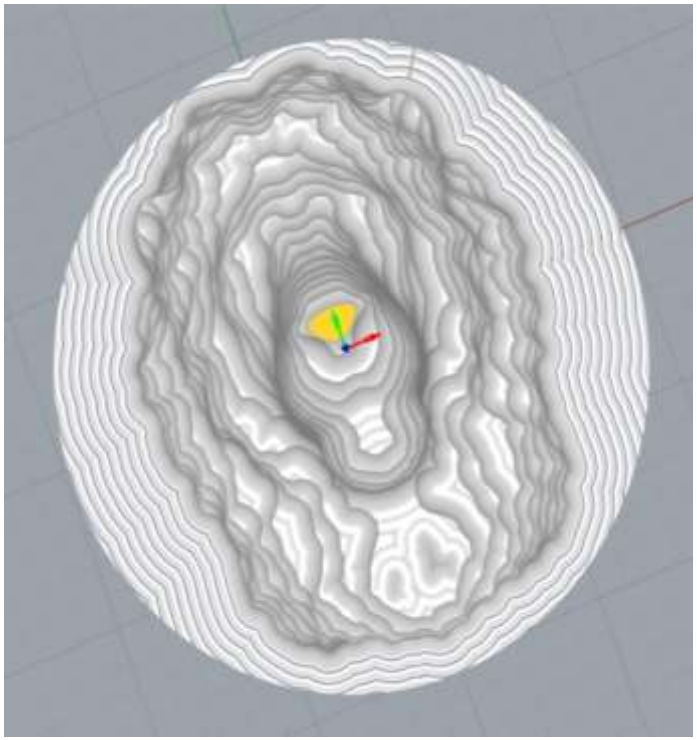


Modèle simulé

Conditions :

- Bloc : cylindre en zircone de 30 mm x 15 mm
- Outil boule WC : 1,8 mm de diamètre
- Avance : 0,4 mm
- Profondeur de passe : 0,4 mm
- Vitesse d'usinage : 40 mm / s
- Stock restant : 150 µm

Etape 1 : Dégrossissage horizontal (fraise)



Calculé

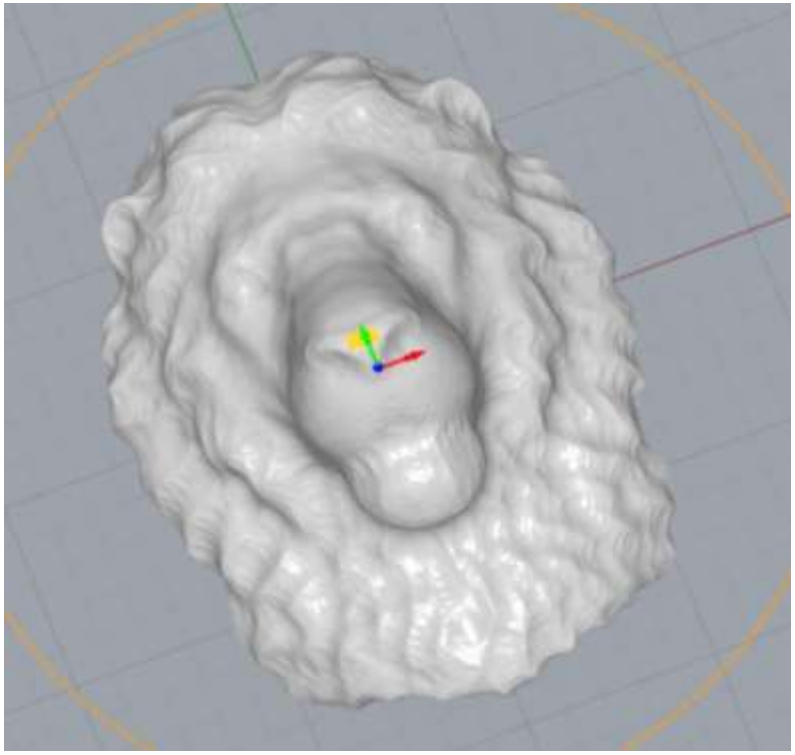
Résultat

Etape 2 : 3D offset pocketing (Fraise)

Principe :

- L'outil se déplace en suivant les contours de l'objet
- Permet d'enlever les arêtes vives issues de l'étape précédente et de lisser l'objet

Durée : approx. 1 min

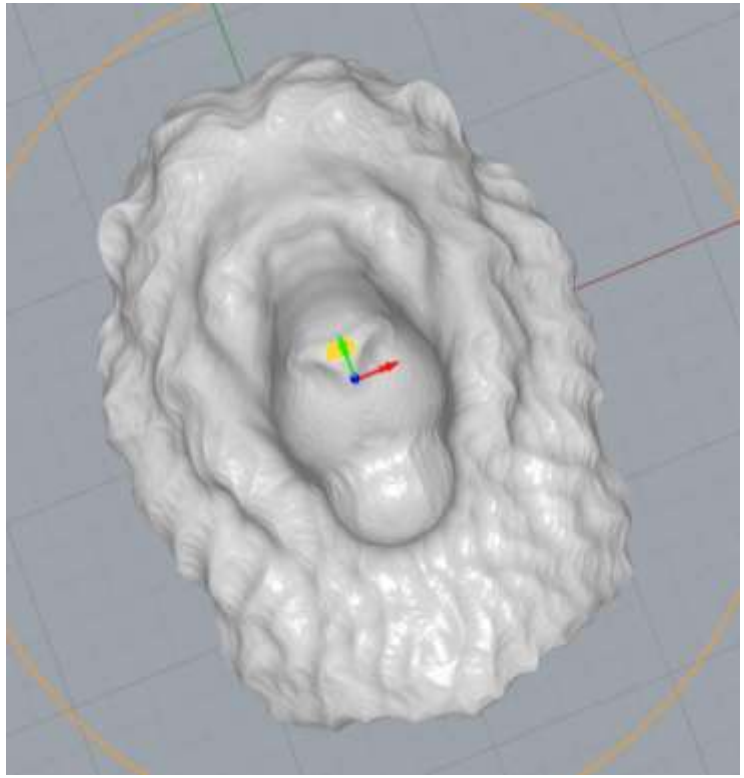


Trajectoires gcode calculées

Conditions :

- Outil boule WC : 1,8 mm de diamètre
- Profondeur de passe : 0,1 mm
- Vitesse : 40 mm / s
- Stock restant : 20 µm (min)

Etape 2 : 3D offset pocketing (Fraise)



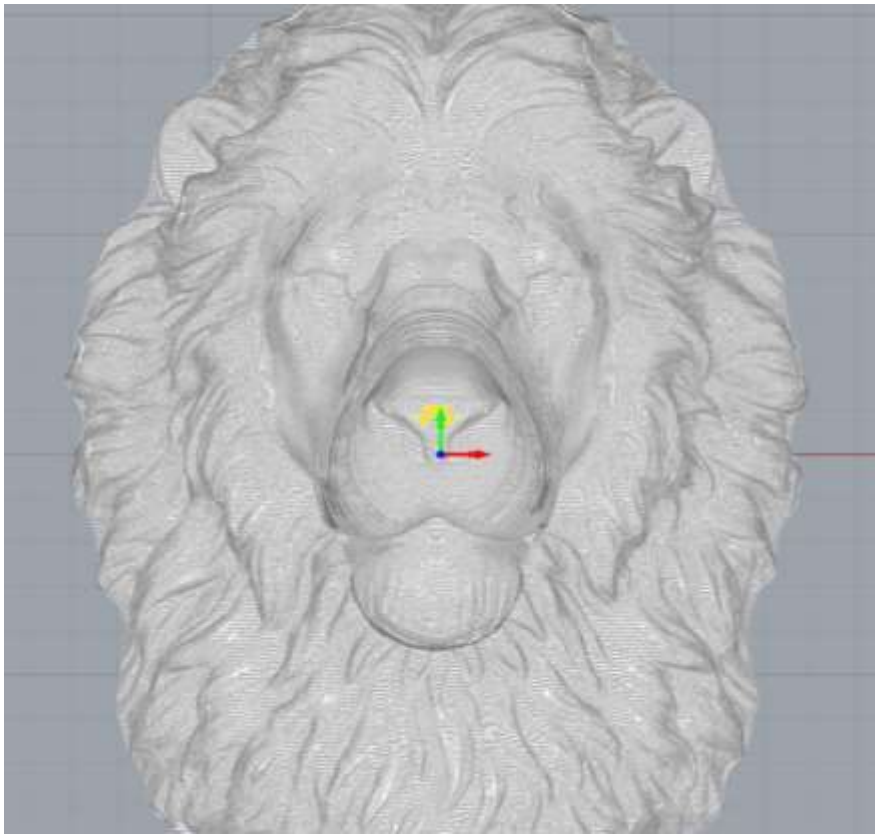
Calculé

Résultat

Etape 3 : Finition laser

Principe :

- Les trajectoires laser ne sont calculées que dans les zones non précédement usinées
- Les détails fins ne sont usinés que lors de cette étape



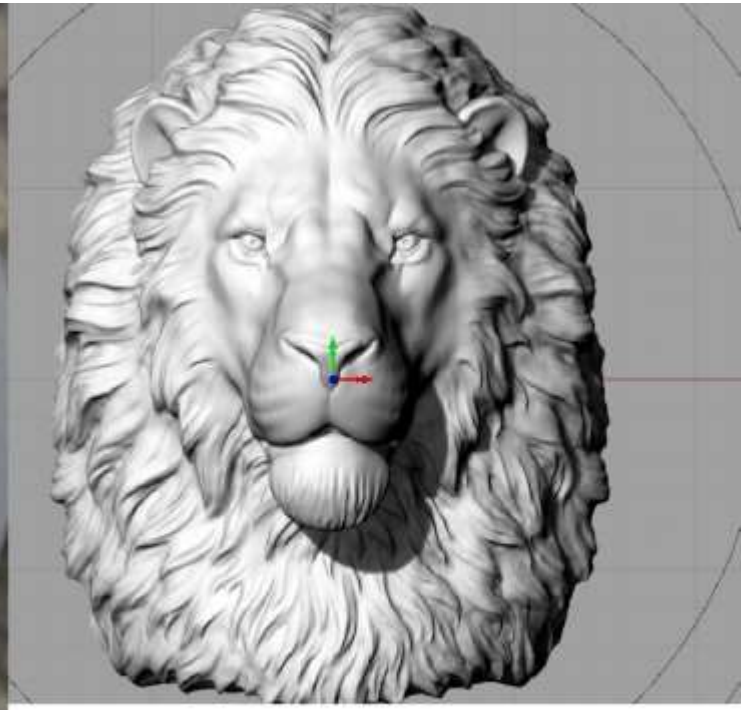
Trajectoires gcode calculées

Conditions :

- Laser pulsé ns proche IR
- Taille de spot approx. 50 µm
- Puissance moyenne : 20 W
- **Profondeur de passe : 16 µm**
- Vitesse : 1500 mm / s
- Stock restant : 0 µm

Résultat

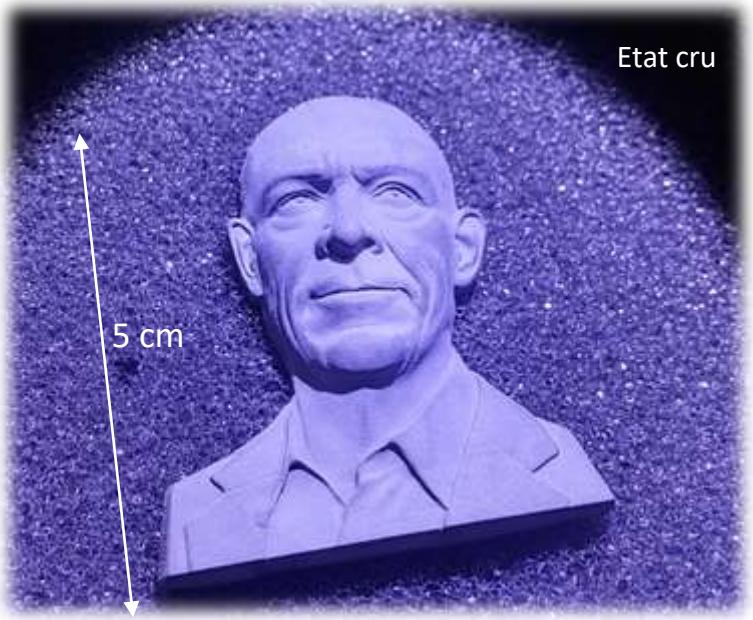
Temps de l'usinage laser :
approx. 8 min

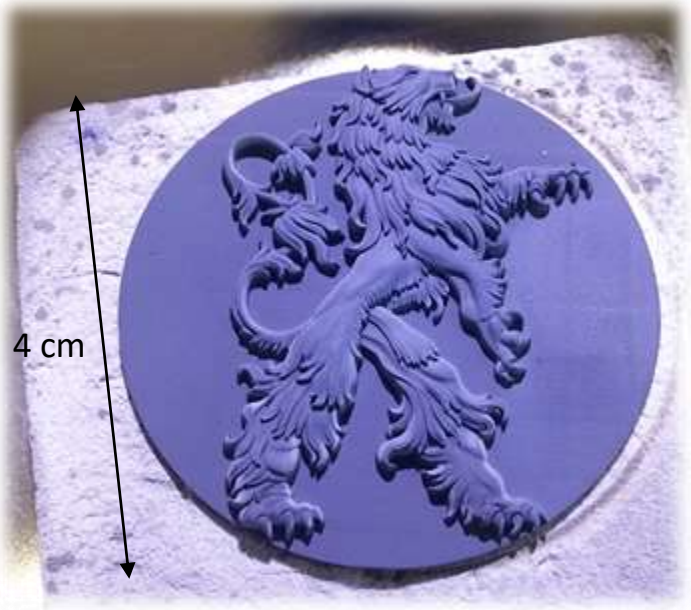


Temps d'usinage global : approx. 20 min

Si usinage laser seul : > 1h
Si fraisage seul avec outil de « 50 µm » : > 25 h (calculé) !

Examples





Examples

Propriétés des matériaux frittés

Propriété	Zircone blanche	Zircone noire
Densité	> 6,05	> 5,95
Porosité résiduelle	< 0,5 %	< 0,7 %
Résistance à la rupture	> 1 GPa	> 800 MPa
Dureté Vickers (HV1)	> 1200	> 1200

	Fraisage conventionnel	Usinage laser conventionnel	Moulage par injection	Impression 3D	Usinage hybride
Tolérances	~ 20 µm	< 5 µm	< 50 µm	< 100 µm	< 50 µm
Finesse	> 400 µm	< 100 µm	< 100 µm	> 250 µm	< 80 µm
Complexité géométrique	moyen	faible	faible	Très élevé	élevé
Propriétés mécaniques	excellent	moyen	moyen	Faible à moyen	excellent
Applicabilité aux céramiques colorées	oui	oui	oui	Peut-être	yes
Recyclabilité des matières premières	non	non	non	limité	**yes**
Temps de process	moyen	faible	élevé	faible	moyen
Personnalisation	Faible à moyen	faible	non	oui	oui
Volume de production	moyen	faible	élevé	faible	moyen
Coût de production	moyen	élevé	faible(si nr >>) élevé(si nr <<)	élevé	moyen

Futur proche…

Machines hybrides commerciales …

Merci à mes collègues

E. Juste, D. Hautcoeur, D. Deschuyteneer, G. Bister
P. Nyssen
(fusion sélective laser)

&

C. Ott, N. Preux, G. Martic
(usinage laser & hybride)

Contact : f.petit@bcrc.be

Interreg France-Wallonie-Vlaanderen

TECH2FAB

Chauffage par micro-ondes : Procédés et applications

Projet Interreg Tech2Fab

Anthony Thuault

Laboratoire des Matériaux Céramiques et Procédés Associés (LMCPA) – Maubeuge

Université Polytechnique Hauts-de-France (UPHF)

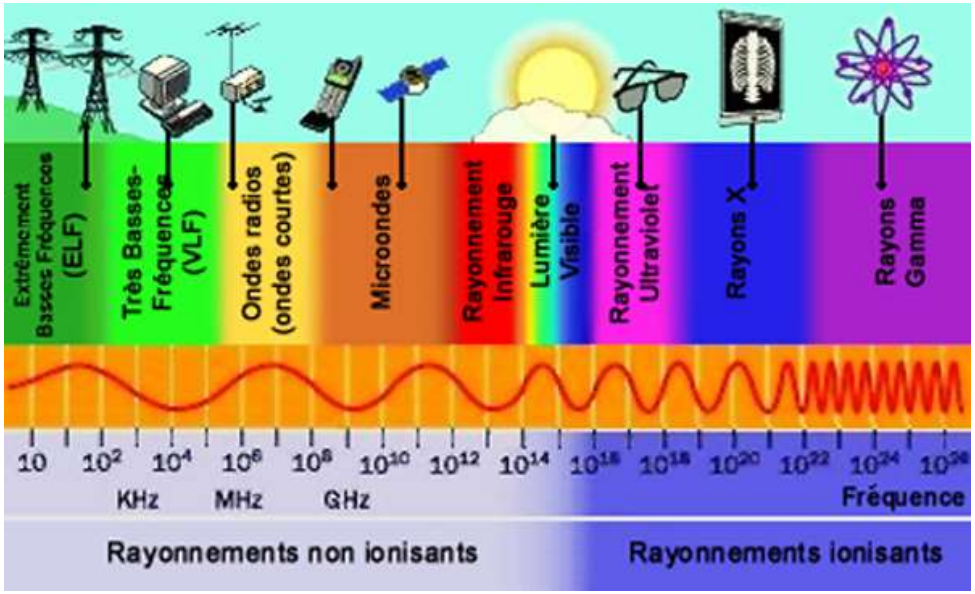
AVEC LE SOUTIEN DU FONDS EUROPÉEN DE DÉVELOPPEMENT RÉGIONAL

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

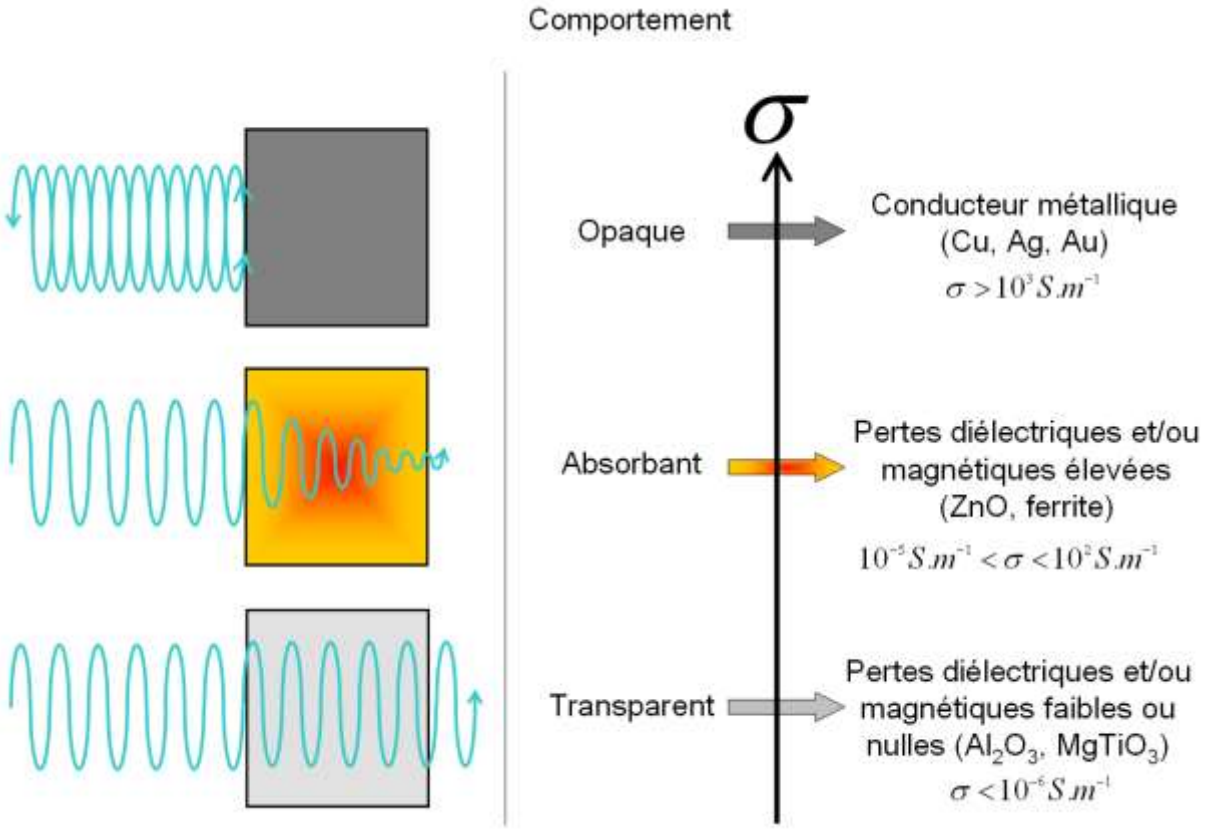
    $300\ MHz < \nu < 300\ GHz$ et $1\ mm < \lambda < 1\ m$



Frittage MO

Principe du chauffage par micro-ondes

- Interaction micro-ondes / matière

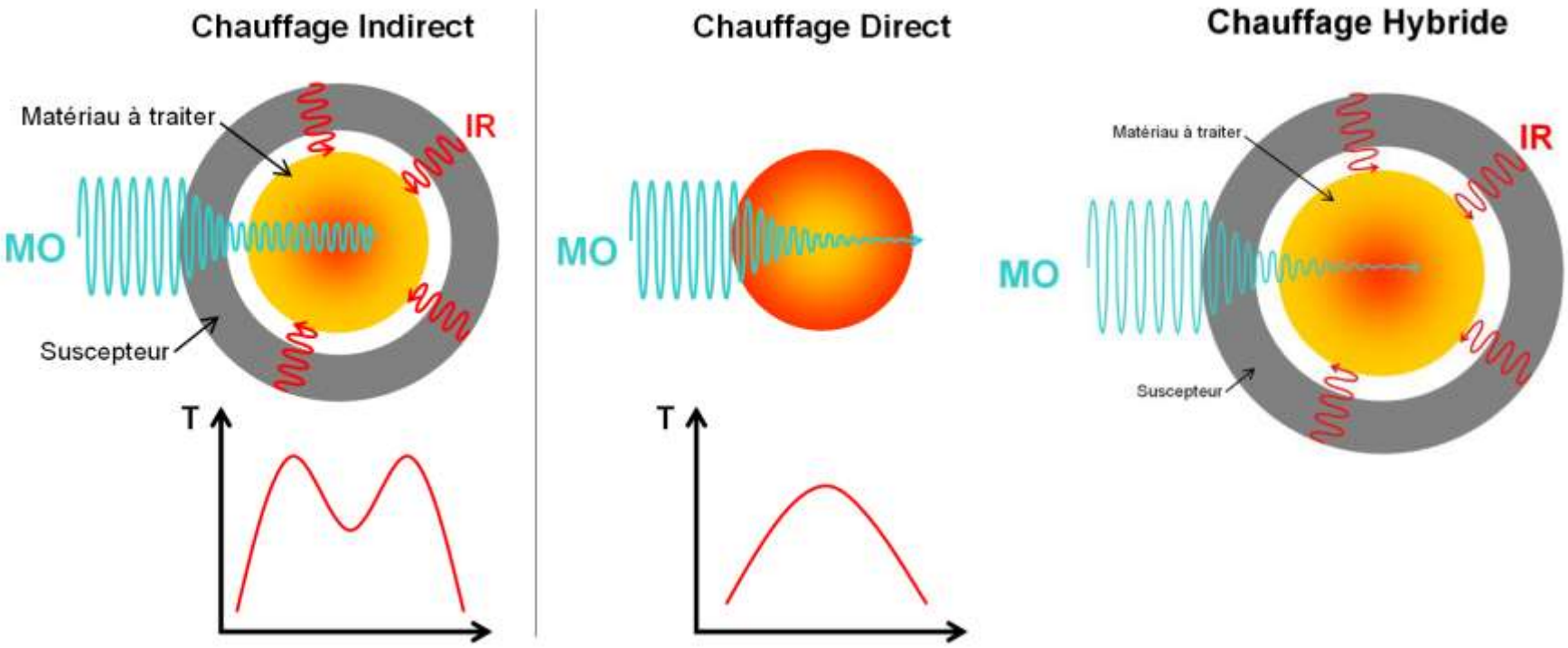


Thèse de doctorat, Romain Heuguet, Université de Caen Basse-Normandie, 2014

Frittage MO

Principe du chauffage par micro-ondes

- Interaction micro-ondes / matière



Frittage MO

Matériaux compatibles et applications

- **Métaux**
  - Frittage
  - Brasage
  - Traitements de surface par diffusion

- **Céramiques**
  - Déliantage
  - Frittage

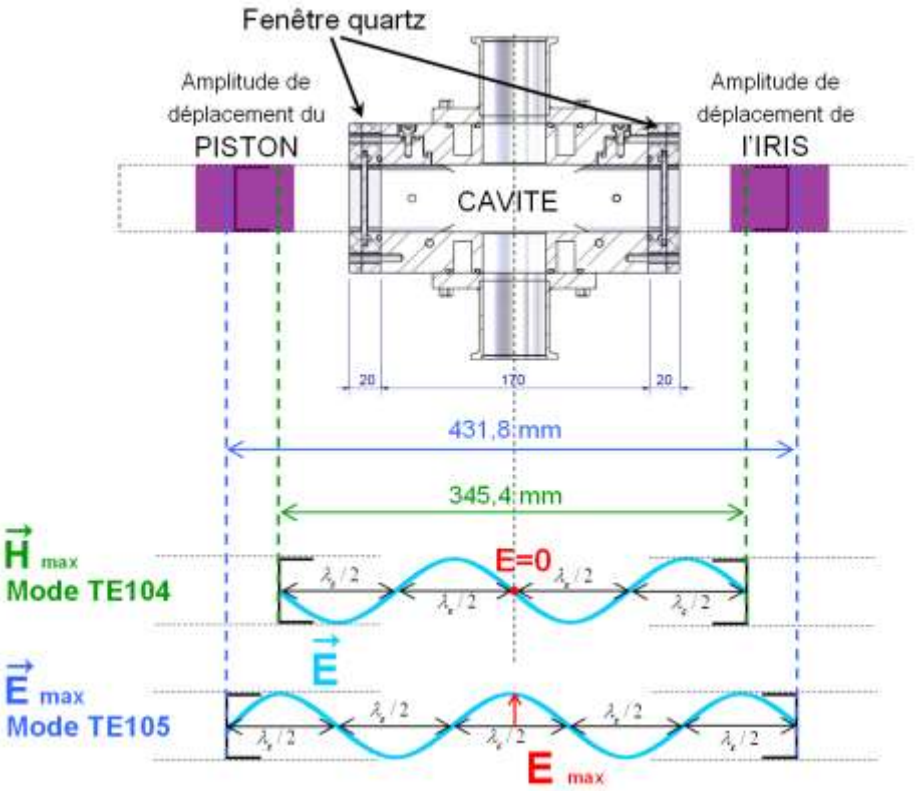
- **Organiques**
  - Synthèse
  - Polycondensation de polymères

DISPOSITIF MICRO-ONDES

Frittage MO

Dispositif micro-ondes

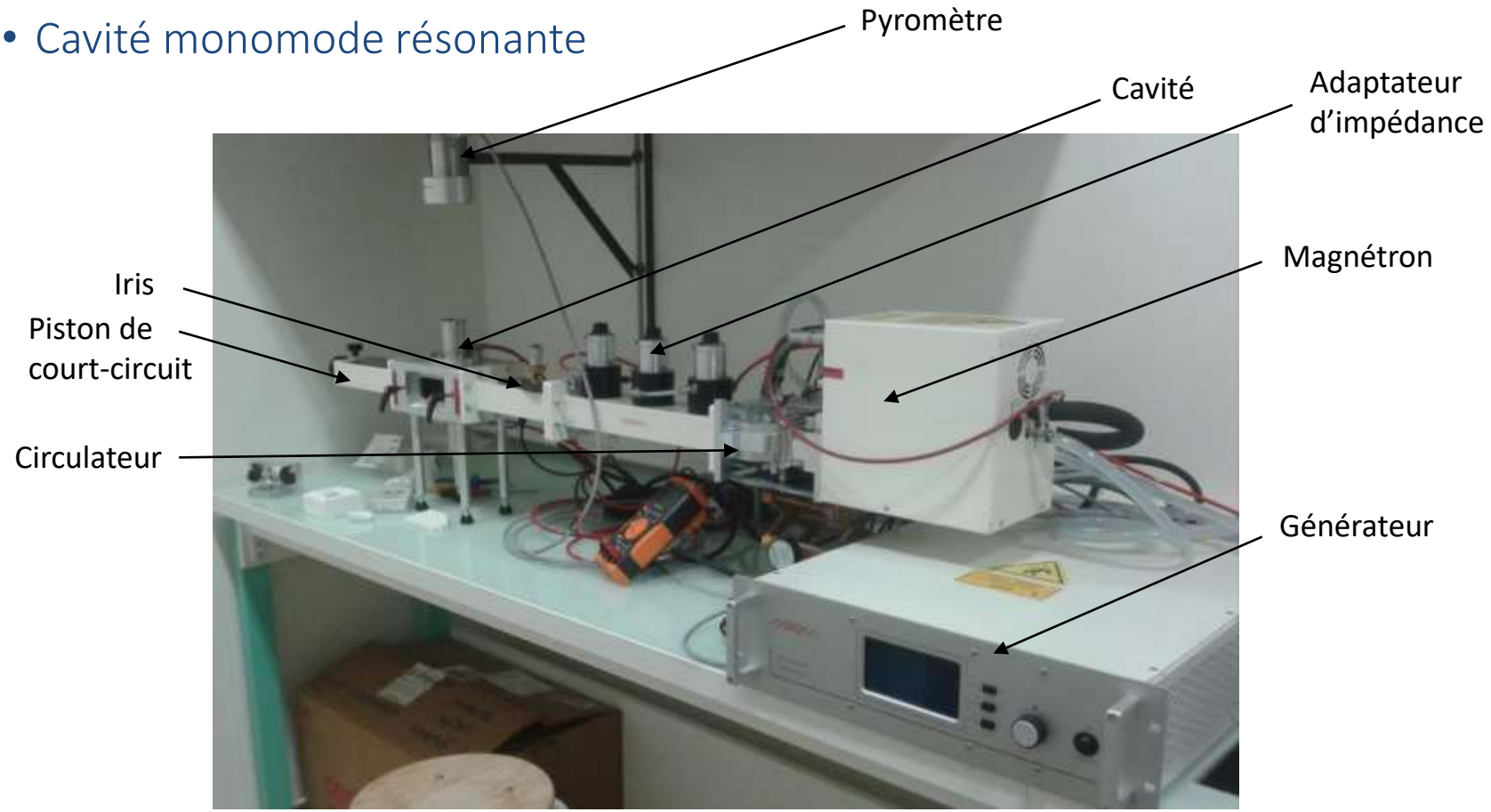
- Equipement Sairem
  - Mode TE105



Frittage MO

Dispositif micro-ondes

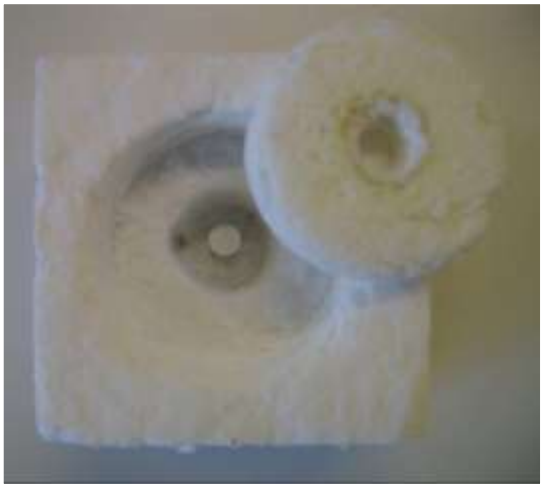
- Equipement Sairem
  - Générateur 2 kW, 2,45 GHz
  - Cavité monomode résonante



Frittage MO

Dispositif micro-ondes

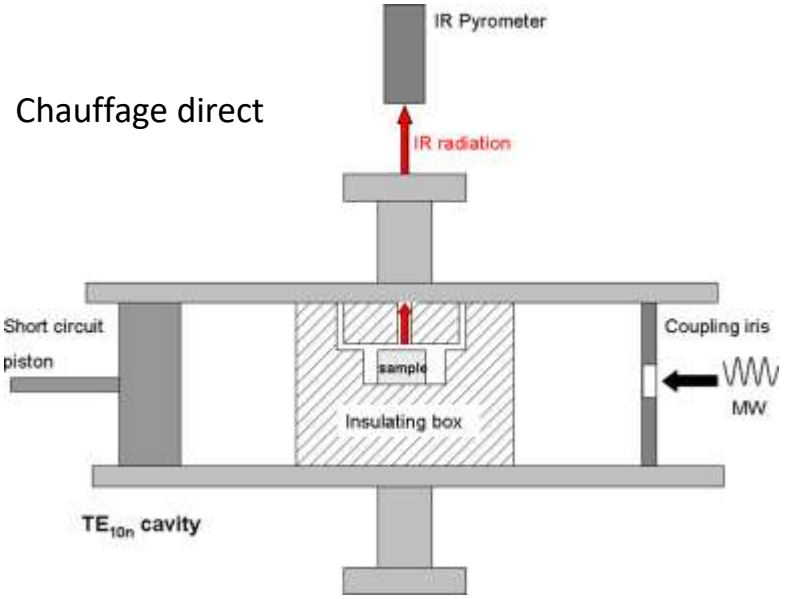
- Equipement Sairem
  - Chauffage direct / hybride



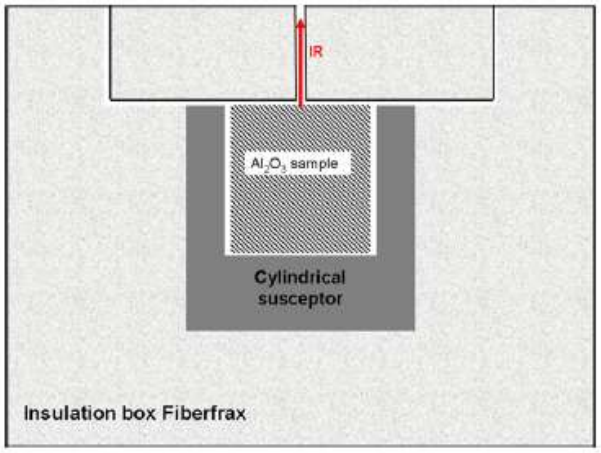
Dimensions maximales des pièces :
30 mm de diamètre, 12 mm de hauteur

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 direct



Chauffage hybride



Thèse de doctorat, Romain Heuguet, Université de Caen Basse-Normandie, 2014

EXEMPLE D'APPLICATION À L'ECHELLE LABORATOIRE : HYDROXYAPATITE

Frittage MO

Matériau

- Hydroxyapatite $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$
  - 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

Frittage MO

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

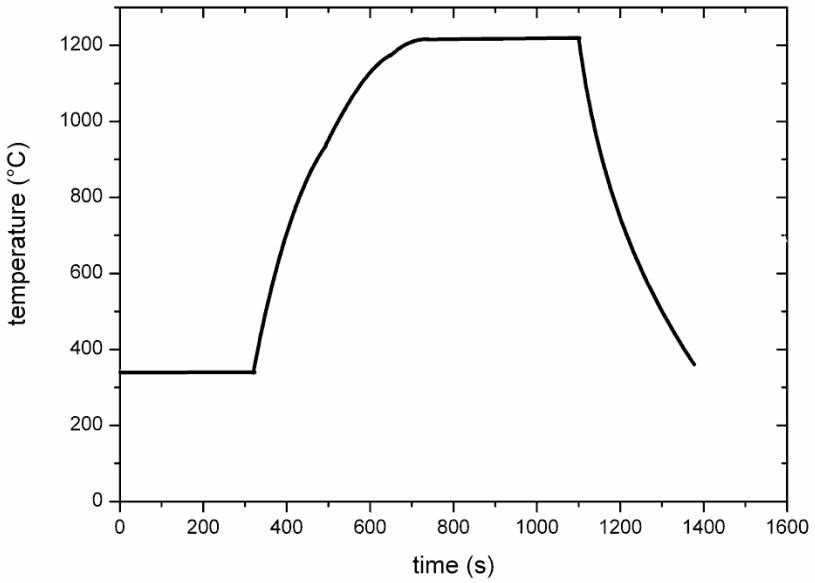
Couplage possible avec les techniques de fabrication additive

- Obtention de substituts osseux personnalisés en quelques heures

Frittage MO

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



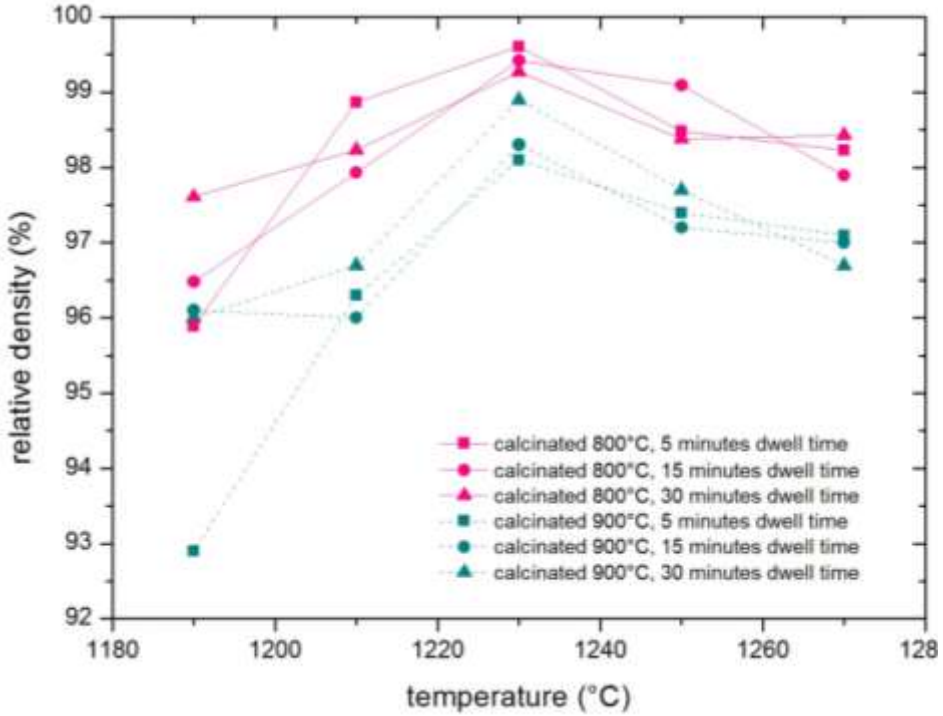
- 250 W durant 5 minutes pour initier le chauffage (350°C)
- 300/320 W pour atteindre la température de frittage en 5 minutes
- Descente à 350°C en 5 minutes

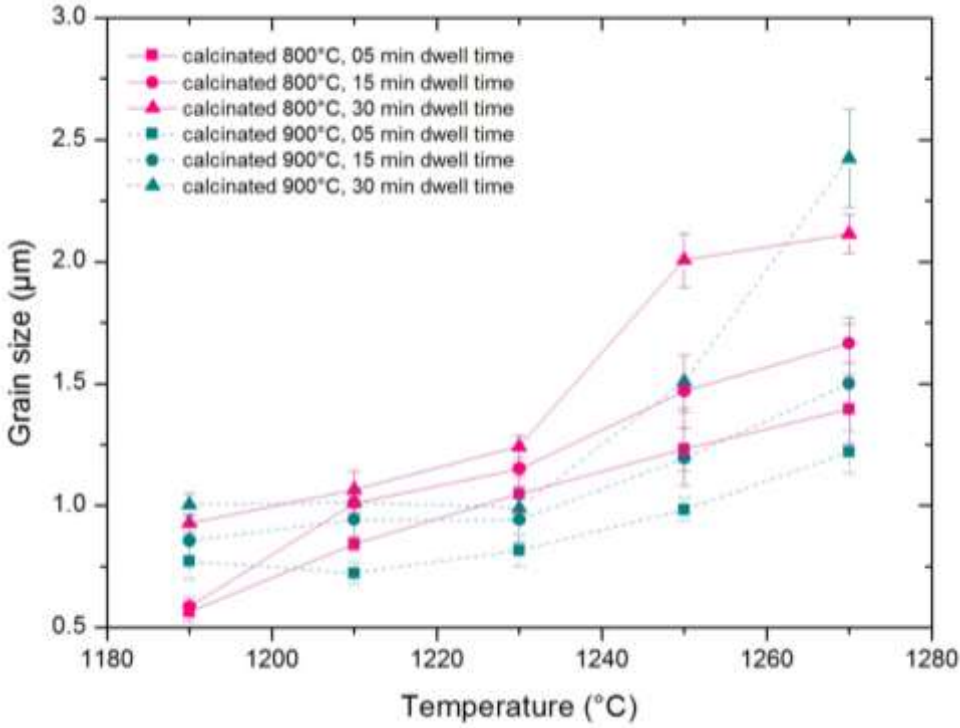
- Cycles thermiques très courts : 20 à 30 minutes

Frittage MO

Etude microstructurale

- Deux poudres : ~80 nm (calcination à 800°C) et ~200 nm (calcination à 900°C)





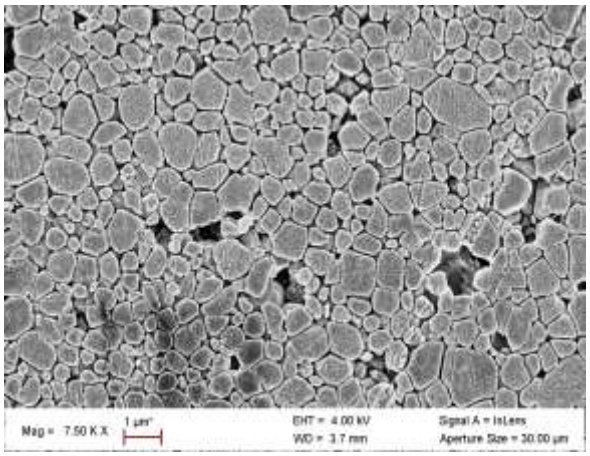
- Obtention de pièces denses (>99%) à microstructure fine (~1 µm)

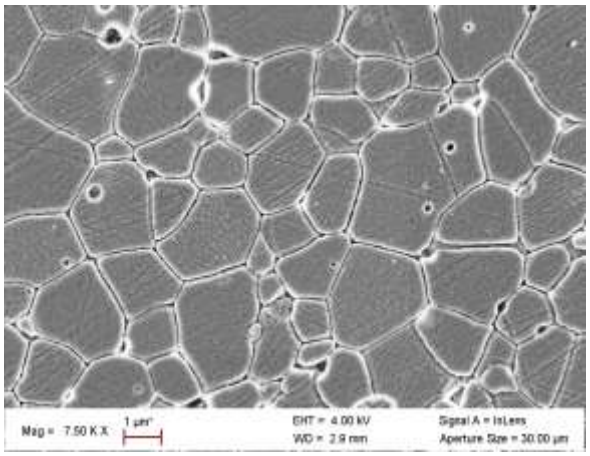
Frittage MO

Etude microstructurale

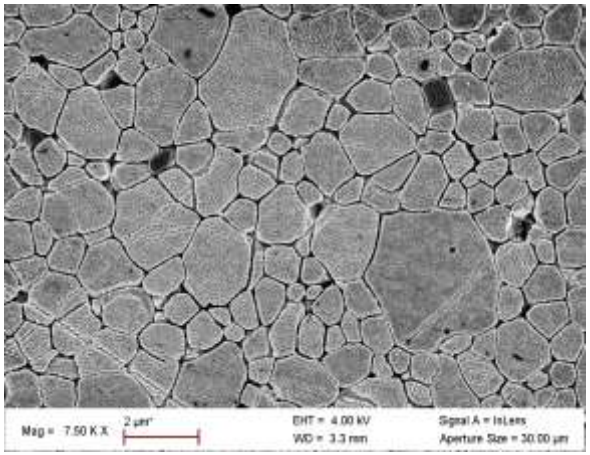
1190°C → 1270°C

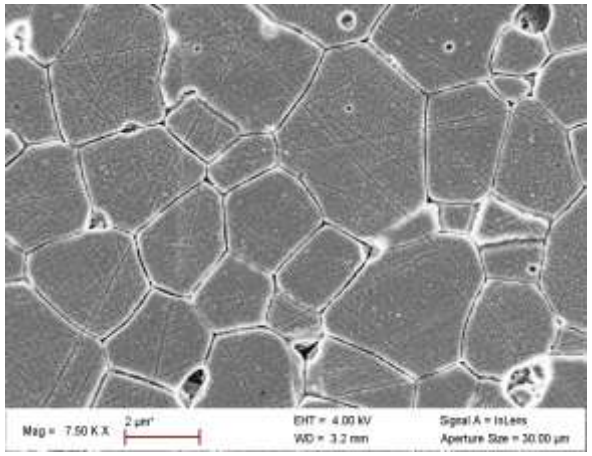
5 min





30 min

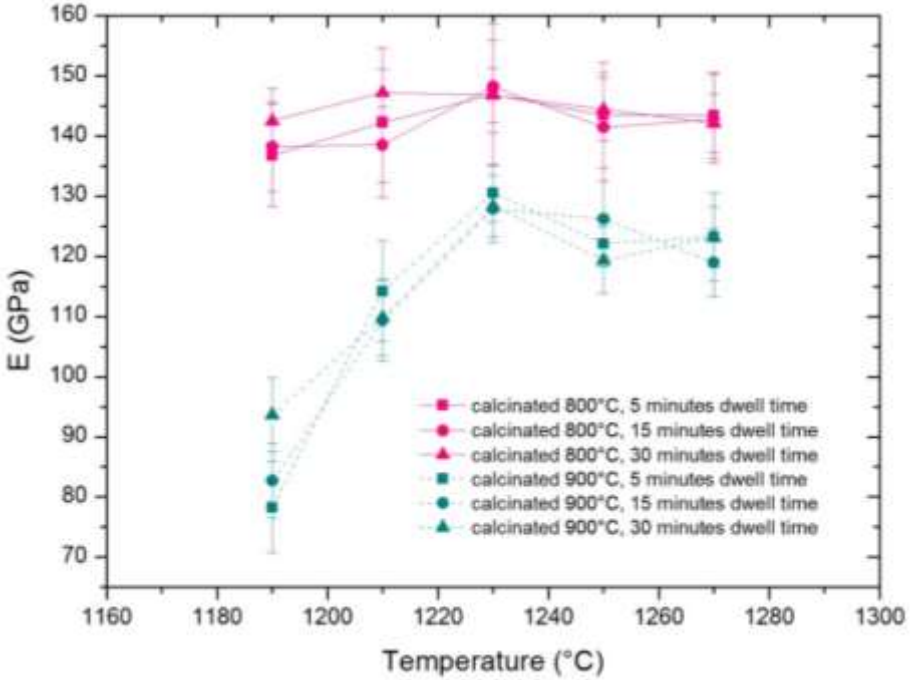


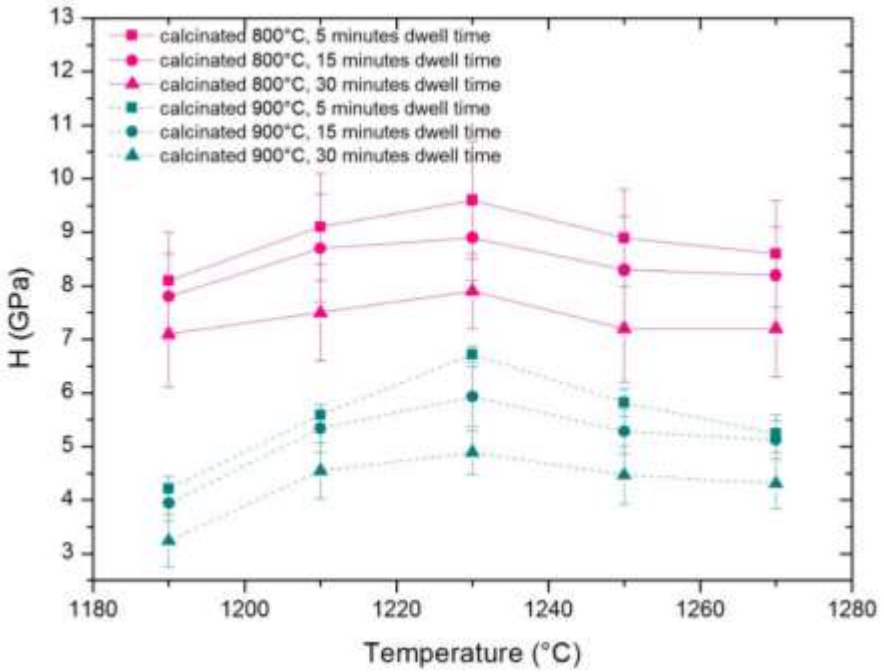


Frittage MO

Propriétés mécaniques

- Indentation instrumentée





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

Frittage MO

Comparaison des propriétés micro-ondes / conventionnel

Propriété	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 ($MPa.m^{1/2}$)	0,92	1,12
Durée du cycle thermique (h)	~15	~0,5

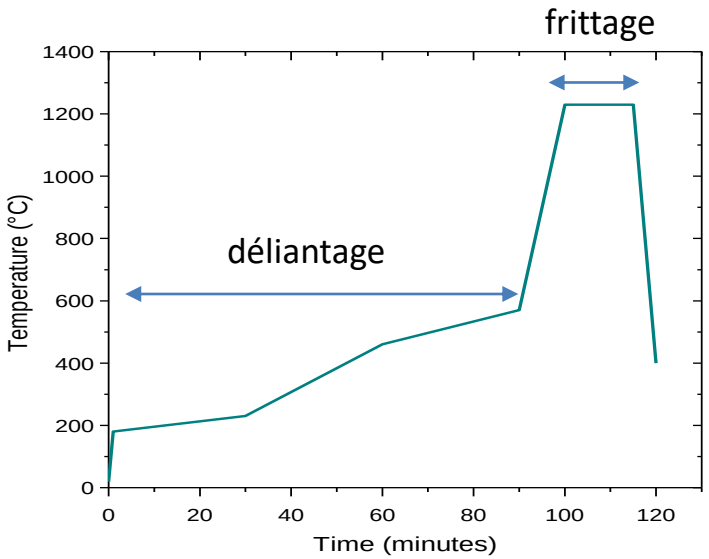
- Optimisation des propriétés mécaniques
- Diminution du temps d'élaboration

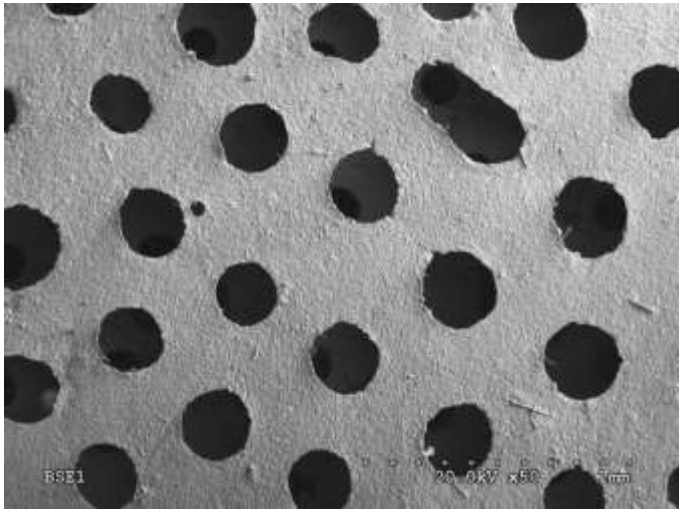
FRITTAGE DE PIECES DE FORMES COMPLEXES

Frittage MO

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



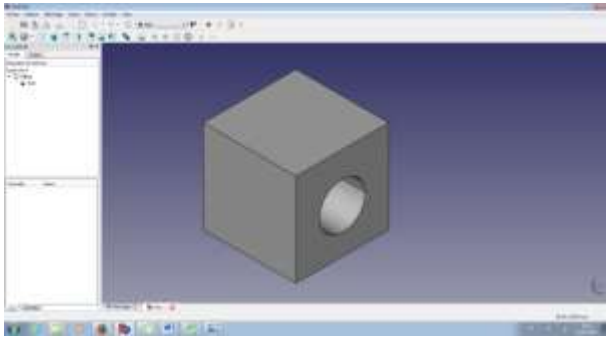


- Densité des parois 98,7 %

Frittage MO

➢ Stereolithography:

CAD raw piece design → Slicing → Mask projection



Suspension:
60% mass HA powder
40% mass resin

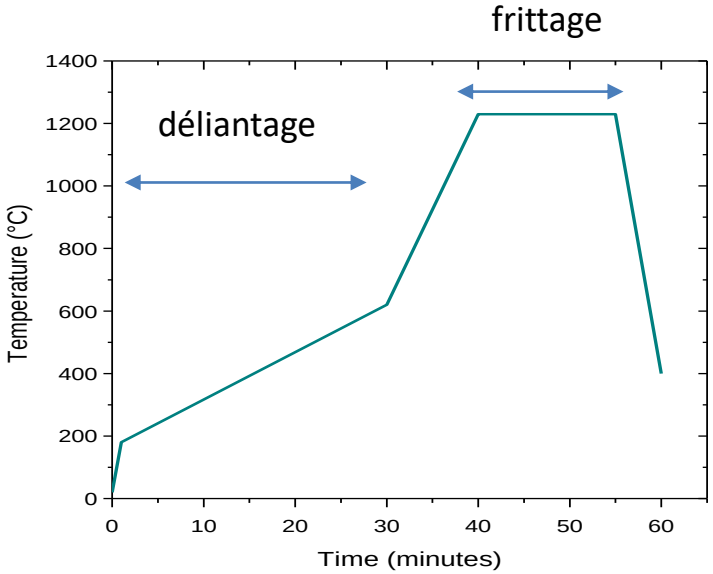
→ Resin polymerization → Green ceramic piece

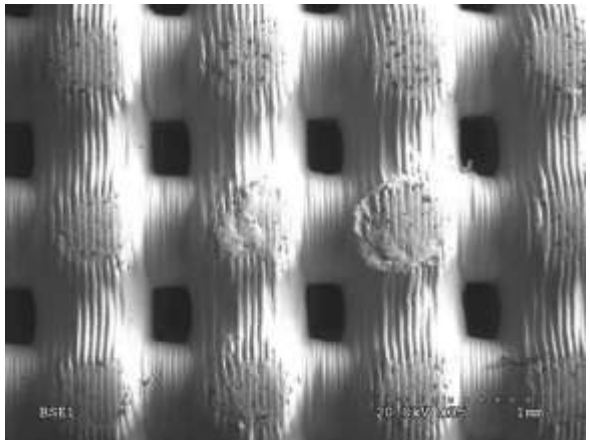
8 mm

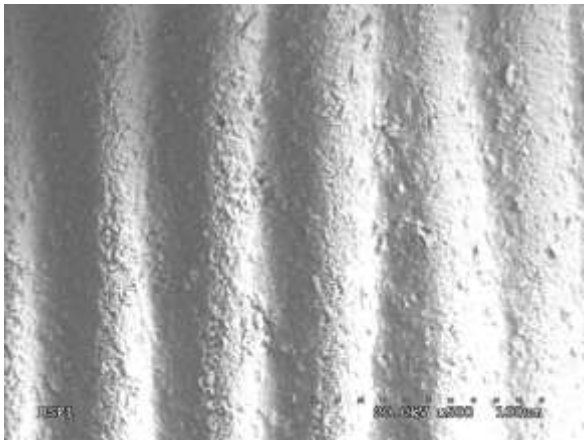
Frittage MO

Frittage par micro-ondes de pièces de formes complexes

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







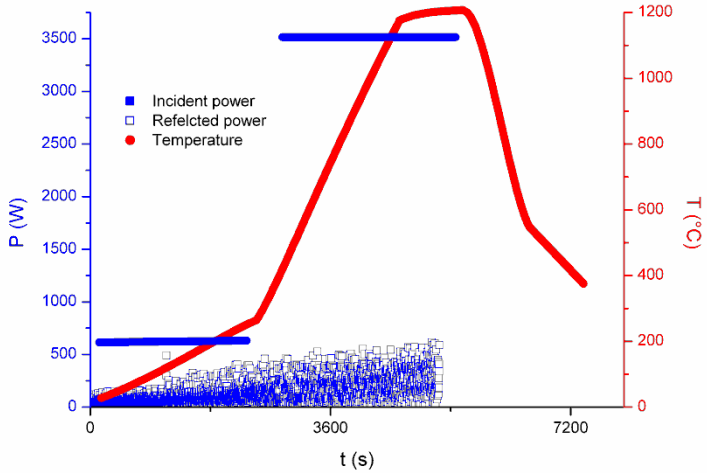
- Densité des parois 98,2 %

CHANGEMENT D'ÉCHELLE: HYDROXYAPATITE

Frittage MO

➢ A step forward:

➢ To densified larger sized samples: microwave multimode cavity at 2.45 GHz



✓Hybrid heating (SiC susceptors)

✓Cavity volume : ~ 96 L

✓90 mm diameter samples

✓3 sintering temperatures tested: 1210, 1230, 1250°C

✓2 dwell times tested : 15 and 60 minutes

✓P=600W to remove the organic parts (T<300°C)

✓P=3500W to reach the sintering temperature (~ 30 minutes)

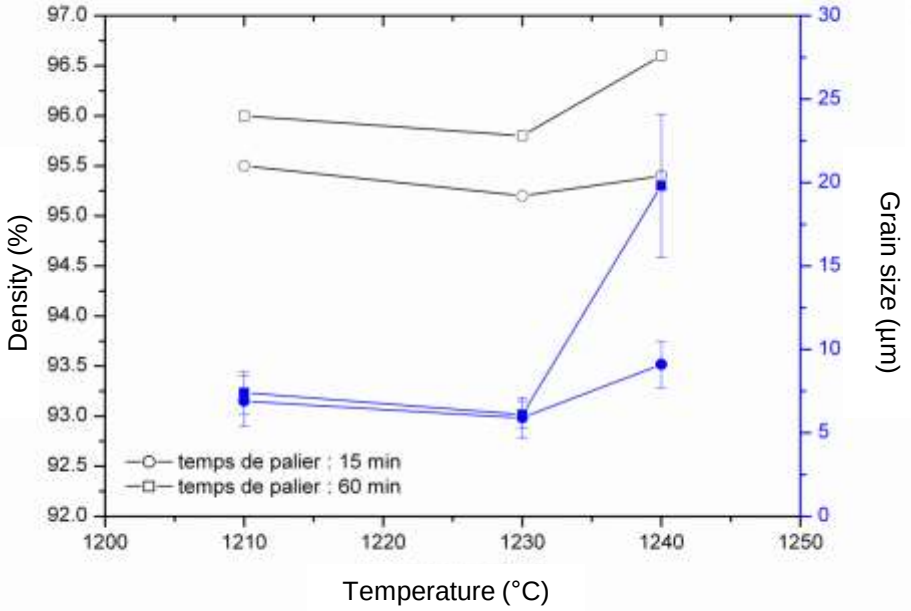
✓Stop of the microwave irradiation after the dwell time, cooling in ~ 30 minutes

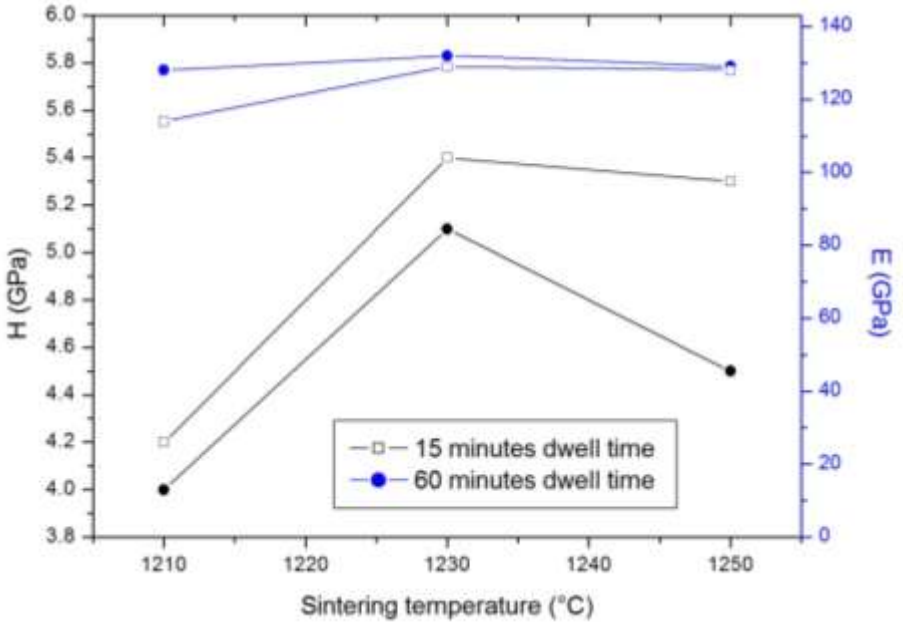
A. Leriche, E. Savary, A. Thuault, J-C. Hornez, M. Descamps, S. Marinel, « Comparison of conventional and microwaves sintering of bioceramics », in *Advanced Processing and Manufacturing Technologies for Nanostructured and Multifunctional Materials: A Collection of Papers Presented at the 38th International Conference on Advanced Ceramics and Composites January 27-31, 2014 Daytona Beach, Florida*, Published 02/10/2015, Editor John Wiley & Sons, Inc. pages 23-32, ISBN 9781119040354

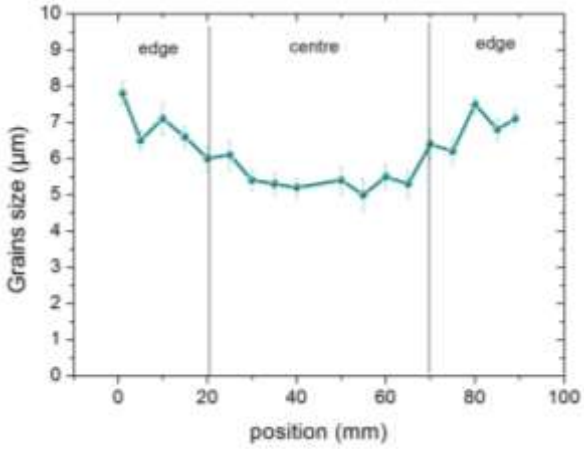
Frittage MO

➢ A step forward:

➢ Samples characterizations:







Mainly indirect heating due to less intense electromagnetic fields

Frittage MO

Comparaison des techniques

Propriété	Conventionnel	2,45GHz mono	2,45GHz multi
Densité relative (%)	97,3	99,6	96,5
Taille de grain (µm)	2,6	1,0	5
Module d'élasticité (GPa)	122	143	130
Dureté (GPa)	6,1	9,6	5,2
Durée traitement thermique (h)	15	0,5	2

- Propriétés comparables après traitements micro-ondes et conventionnels pour des pièces de grandes dimensions

CONCLUSIONS

Frittage MO

Conclusions

- Intérêts
  - Réduction du temps d'élaboration
  - Diminution de l'énergie consommée
  - Amélioration des propriétés mécaniques
  - Déliantage possible
  - Possibilité de densifier des pièces de formes complexes
  - Pièces de grandes dimensions

- Limitations
  - Cadence de production (batch)

Vers des procédés continus (300°C)

Sairem Lyon,

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

UPHF-LMCPA

www.uphf.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

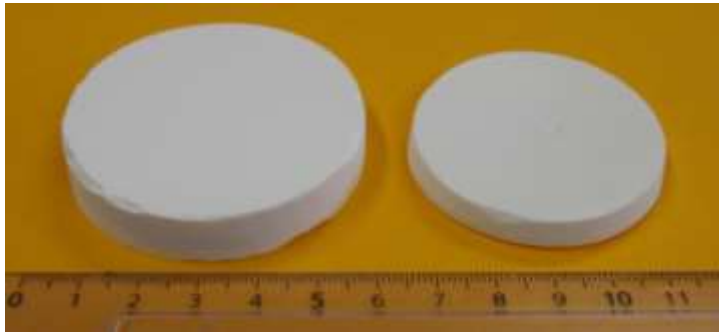
POM Oost-Vlaanderen

Gent
+32 (0) 9 267 86 33

Frittage MO

➢ Shaping optimization:

- ✓ Slip casting shaping
- ✓ Green density: ~ 60 %
- ✓ Same thermal cycle as previously



➢ Samples characterizations:

	Slip casting	Uniaxial pressing
Grain size	0.9 ± 0.1 µm	0.9 ± 0.1 µm
Density	99.1 ± 0.5 %	95.6 ± 0.6 %
Young's modulus	139.8 ± 2.4 GPa	132.3 ± 1.5 GPa
Hardness	7.0 ± 0.3 GPa	6.0 ± 0.2 GPa
Fracture toughness (K_1C)	1.04 ± 0.03 MPa.$m^{1/2}$	1.00 ± 0.02 MPa.$m^{1/2}$

Higher mechanical properties due to the shaping process optimization

Frittage MO

➢ 2,45GHz single mode microwave cavity:

☺ Elaboration of HA samples with high mechanical properties: E=148,5 GPa and H=9,6GPa

☹ Results obtained on small pellets: 7 mm diameter

Development of a microwave process for the sintering of larger samples (50 mm diameter and 13 mm thickness pellets)

➢ 915 MHz single mode microwave cavity:

E. Savary, A. Thuault, J-C. Hornez, A. Leriche, S. Marinel “Sacling-up of the single mode microwave sintering process: Example of the 915MHz sintering of hydroxyapatite”, submitted, june 2015

Frittage MO

➢ Why using a 915 MHz microwave furnace to sinter large-sized pellets ?

✓ Microwave penetration depth D_p :

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

When the frequency decreases, the penetration depth increases

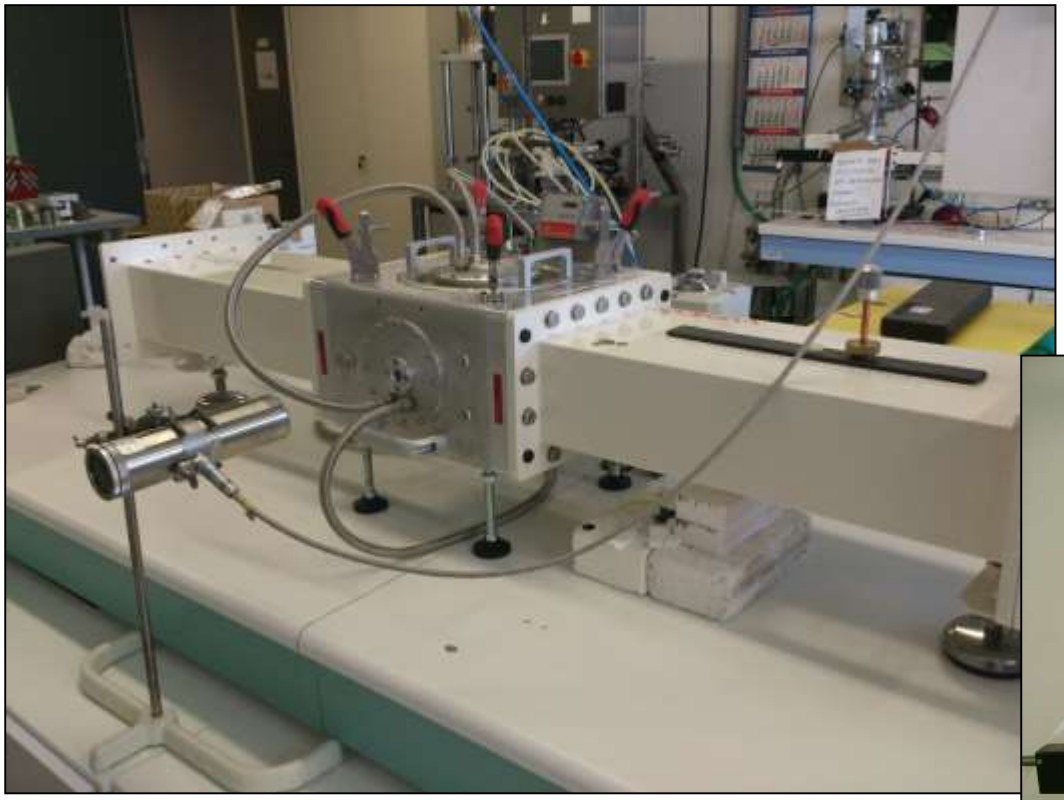
✓ Dimensions of the resonant cavity:

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

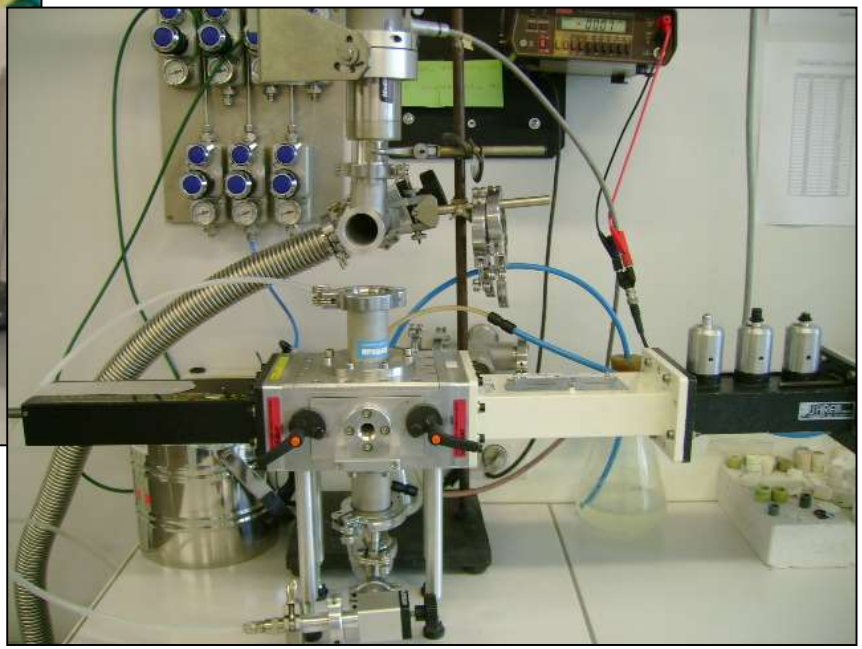
When the frequency decreases, the dimensions of the resonant cavity (a, b, L) increase

Frittage MO

➢ Experimental device:



915 MHz :
Cavity section dimensions:
123.8 mm x 247.6 mm
Volume : ~10 L



2.45 GHz :
Cavity section dimensions:
86.36 mm x 43.18 mm
Volume : ~0.3 L

Frittage MO

➢ Experimental device:

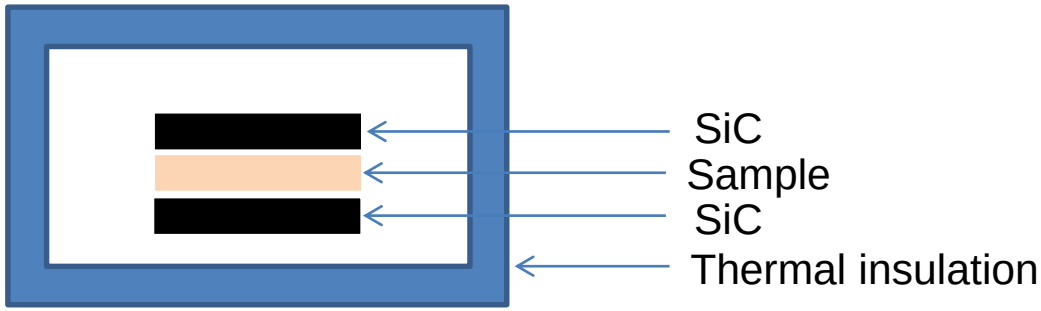
However…

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

When the frequency decreases, the power dissipated within the sample decreases

➡ Higher power levels and SiC susceptors are required to reach the sintering temperature

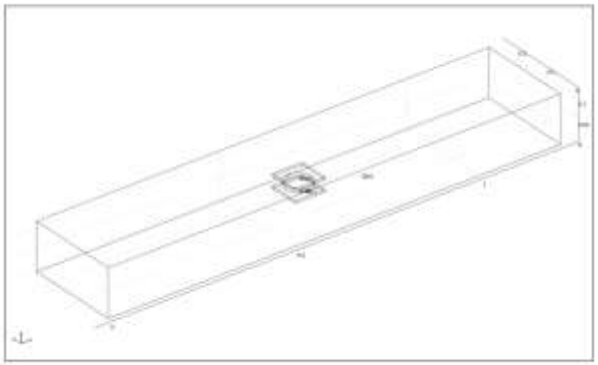
➡ Hybrid heating

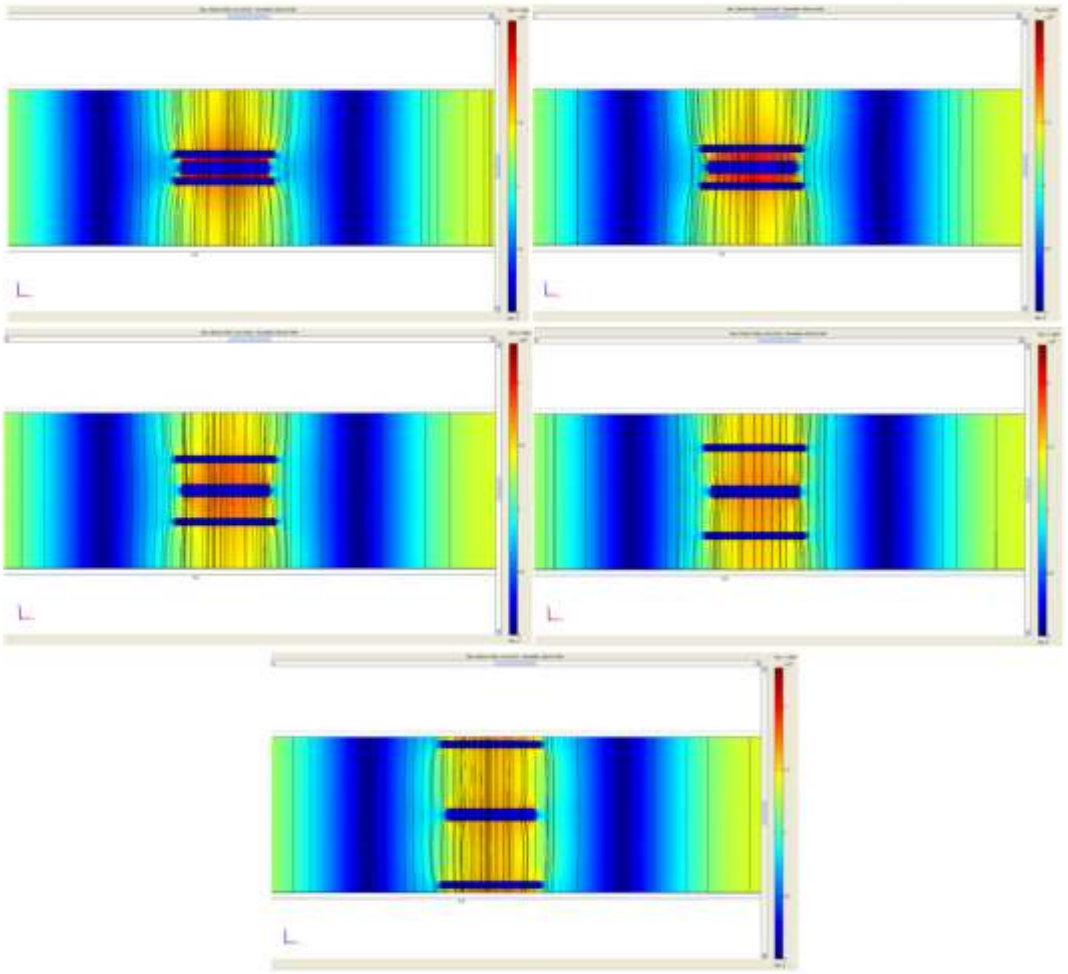


Frittage MO

➢ Experimental device:

➢ Numerical simulation





➢ No significant influence electrical conductiviy

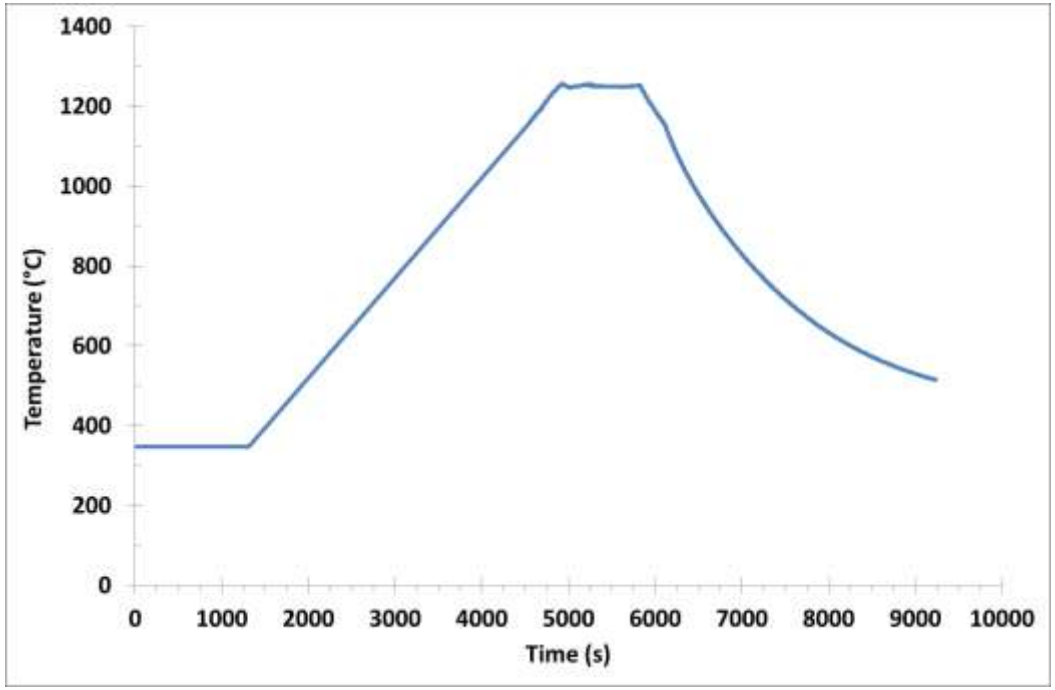
➢ Weak influence of the dielectric properties

The weaker the distance between the susceptors and the sample, the higher the electric field norm

Frittage MO

➢ Samples shaping & sintering:

- ✓ HA nanometric powder (75nm)
- ✓ 50mm diameter pellets shaped by uniaxial pressing (50 kN)
- ✓ Green density: ~ 51%
- ✓ TE105 mode (sample in a maximum of E field)
- ✓ Sintering conditions : T = 1230°C dwell time = 15 min

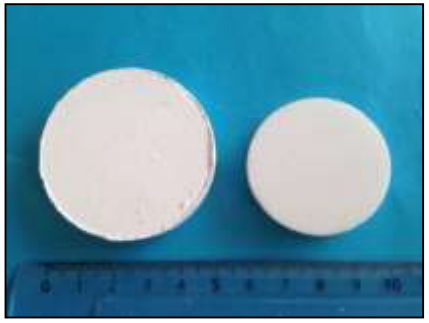


- ✓ P = 400 W to set up the heating, debinding, to reach 350° C
- ✓ P = 800 W to reach the sintering temperature in 30 minutes
- ✓ Cut-off of the microwave at the end of the dwell time

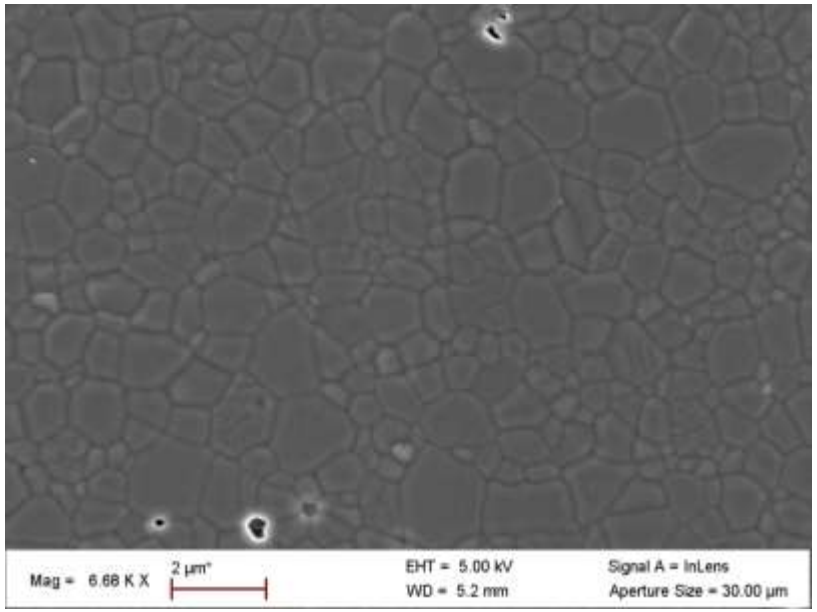
Thermal cycles are still short ~ 2h

Frittage MO

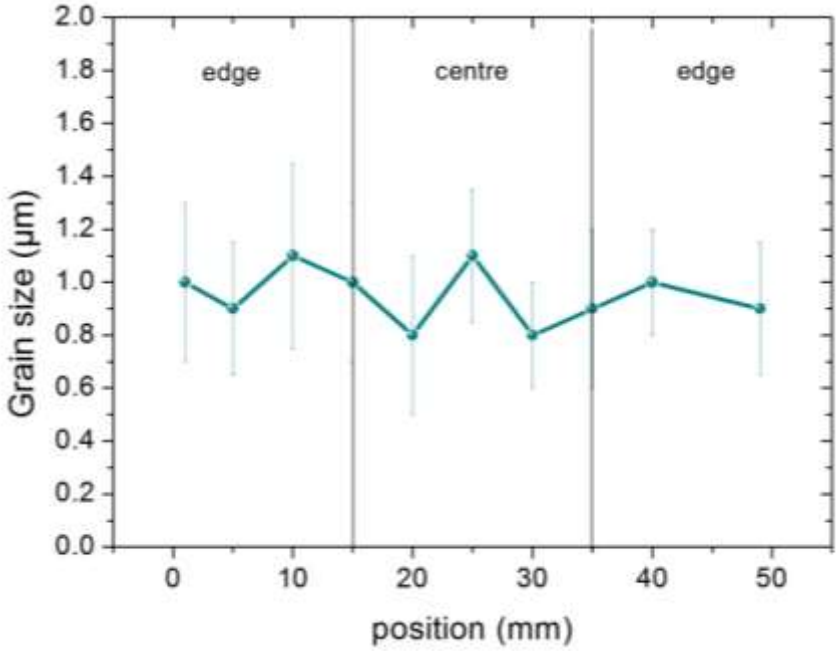
➢ Microstructural characterizations:



- ✓ Relative density (Archimedes' method): 95.6 ± 0.6 %
- ✓ Grain size (intercepts method on SEM micrographs): 0,9 ± 0.1 µm



Microstructure of a sample sintered at 1230°C during 15 minutes

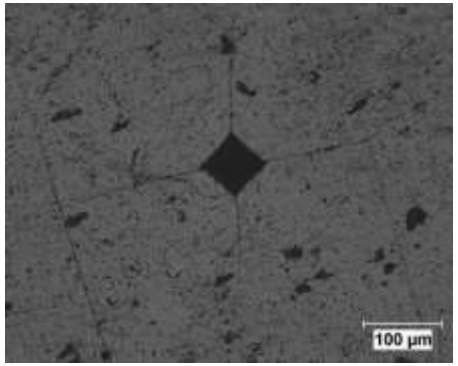


Dense samples with controlled grain growth

Frittage MO

➢ Mechanical characterizations:

- ✓ Young's modulus (indentation): 132.3 ± 1.5 GPa
- ✓ Hardness (Vickers): 6.0 ± 0.2 GPa
- ✓ Fracture toughness (K_1C): 1.00 ± 0.02 MPa.$m^{1/2}$



☺ Functional properties equivalent to those reported in the literature

☺ Good hardness values because of the small grain size

😐 A slightly higher density could improve the mechanical properties

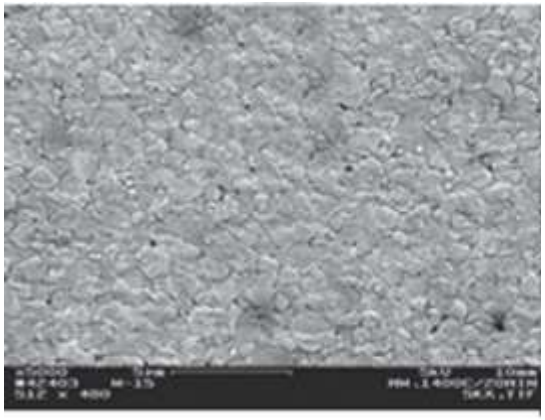
Optimisation of the shaping could permit to improve the mechanical properties

APPLICATIONS AUX METAUX

Frittage MO

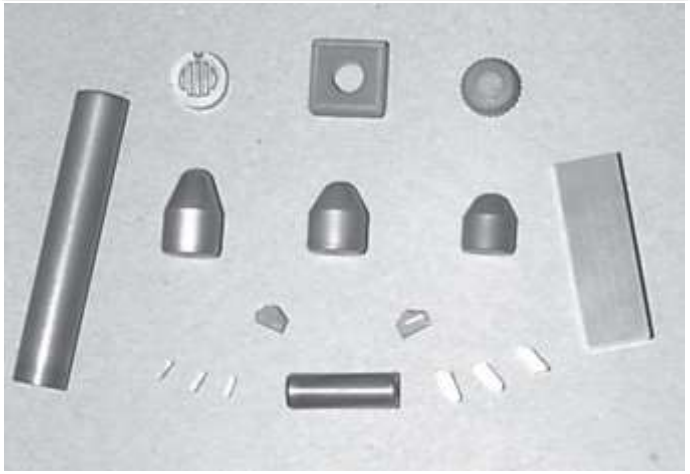
➢ Métaux :

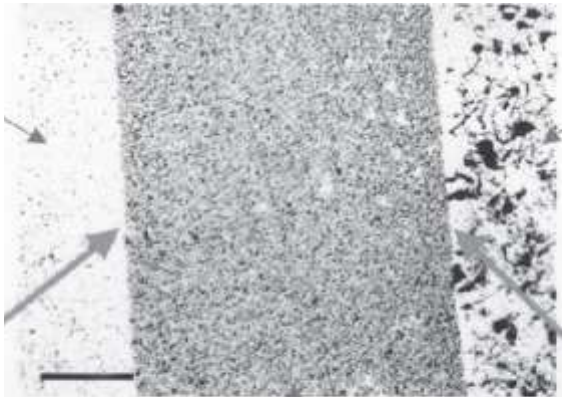
➢ Application to metals:



W, 1400°C, 20 minutes

WC-Co, 1320°C, 10 minutes





Brasure acier inoxydable / fonte

D. Agrawal, « Microwave sintering of metal powders », Advances in Powder Metallurgy; Properties, Processing and Applications; Woodhead Publishing Series in Metals and Surface Engineering; 2013, Pages 361-379