Les Technologies innovantes
dans le traitement de surface sur matériaux
Métalliques - Céramiques – Polymères

8 NOVEMBRE 2018

TechnoCampus- Forem PIGMENTS

Quai du pont Canal 5, 7110 Strépy-Bracquegnies (B)

Inscription gratuite mais obligatoire via ce LIEN

Interreg France-Wallonie-Vlaanderen — UNION EUROPÉENNE EUROPESE UNIE

TECH2FAB

MATINEE : 9h-12h30

9H00 - 9H30	***Accueil et Inscriptions***
9H30 - 9H50	• Mot d'accueil et présentation générale de la journée TECHNOCAMPUS – M. VERMEIREN / Forem PIGMENTS – Mme H.DE BOECK. • Présentation administrative des Programmes INTERREG ETI INTERREG – M. DELECOSSE Présentation Programme Interreg TECH2FAB MATERIA NOVA (M. DERUE) UPHF - CRITT MDTS - CRIBC
9H50 - 10H10	• La préparation de surface, un passage obligatoire pour de bonnes performances (voie humide) -corps creux / aéronautique / médical / mécanique /électronique - luxe : Une Innovation : BluCr, Chromage Dur Trivalent ATOTECH - M. ANTOINE – J.L.WINSBACK
10H10 - 10H30	• Enjeux et perspectives du nettoyage en phase vapeur de pièces industrielles de différents secteurs industriels (Dégraissage simple / Départiculage (3D) / Préparation avant dépôt PVD). INVENTEC - M. LEVASSEUR – Avec démonstration atelier par M.CHEVALLIER - KLN
10H30 - 11H00	• « Les exigences et règles élémentaires des bonnes pratiques dans les domaines de la préparation de surface ». FOREM-PIGMENTS –M. HANNAERT
11H00 - 11H15	***Pause***
11H15 - 11H45	• Les traitements plasma, une solution versatile pour adapter les surfaces à l'utilisation finale. MATERIA NOVA - M. GODFROID / CRITT MDTS – Mme RIOU *Avec démonstration et atelier*
11H45 - 12H05	• Application de revêtements organiques innovants. Ste PROTECH /OXYPLAST NV – N.VANHOUTTE *Avec démonstration et atelier*
12H05 - 12H25	• Contrôle d'épaisseur de revêtement Innovant sans contact. Ste ENOVASENSE, Monsieur GEOFFREY Bruno *Avec démonstration et atelier*
12H25 - 13H30	***Pause Repas – discussions informelles***

Interreg France-Wallonie-Vlaanderen TECH2FAB	**APRES-MIDI : 14h-17h**
13H30 - 14H15	• Visite des installations de FOREM-PIGMENTS et démonstrations en atelier.
14H15 - 14H35	• Exigences et limites du contrôle de propreté par comptage particulaire. INVENTEC –M. DEHON
14H35 - 15H05	• Exemple d'une technique de post-traitement-nettoyage-décapage innovante avec le CO2 Haute Vitesse, à l'azote et les dépôts par « Cool Spray ». M.GODEFERT – CRITT TJFU
15H05 - 15H25	• Exemples d'analyses et d'expertises de pièces ayant subi différentes préparations et revêtements de surface avec des problématiques de décollement, de défauts d'aspects, de corrosion-vieillissement artificiel ou autres (exemple : tribologie). CRITT MDTS - Mme DEFONTAINE
15H25 - 15H40	***Pause***
15H40- 16H00	• Exemple d'une technique de post-traitement-finition innovante avec le polissage électro-chimique par un fabriquant de machines industrielles. PEMTEC - M. GRAS
16H00 - 16H20	• Etat des lieux de la fabrication de pièces par les technologies POUDRES. Zoom sur la technologie Powder Injection Molding et sur l'impression 3D polymère, céramique, métal. CRITT MDTS – Mme AUZENE
16H20 - 16H40	• Développement innovant en fabrication Additive – Soustractive - Hybride (Céramique – Composite - Métal). CRIBC – M. DESCHUYTENEER
16H40 - 17H10	• Présentation et exemple d'impression 3D par stéréolithographie - UPHF – M. HORNEZ • Présentation des technologies de densifications, de consolidations par FRITTAGE (micro-ondes, sous-vide, …). UPHF – M. THUAULT • Présentation des technologies de densifications, de consolidations par FRITTAGE (Flash, SPS, …). CRIBC – M. BISTER
17H10 - 17H30	***Conclusion : Questionnement – Débat***

Les partenaires du projet

Projet soutenu par Interreg France-Wallonie-Vlaanderen
Recherche et Innovation
Plus d'infos www.interreg-fwvl.eu
Avec le soutien du Fonds européen de développement régional

ATOTECH

BluCr®

Chromage Dur Trivalent

Technology for tomorrow's solutions

Chrome Dur Cr(III)

Exigences et principes clés

Réglementation environnementale, REACh, sensibilisation de la population, ...

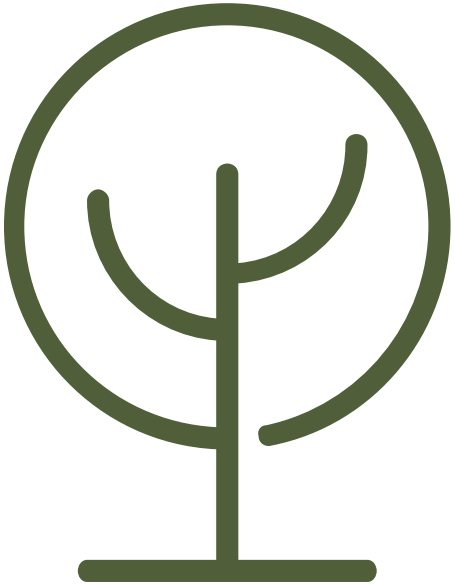
Propriétés fonctionnelles

© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018
ATOTECH

Pourquoi des alternatives au Chrome Dur Cr(VI) ?

Supprimer les substances toxiques

- Les produits à base de Cr(VI) sont sous pression au niveau réglementaire en raison de leur nature toxique
- Des restrictions d'utilisation des substances contenant du Cr(VI) sont à prévoir dans le futur.
- Les solutions alternatives au Cr (VI) doivent offrir les mêmes avantages à minima.
- Un procédé de Chromage Dur à base de Cr(III) est l'alternative la plus recherché.
- Faire du Chromage Dur, mais avec des substances inoffensives.



ATOTECH est le pionnier dans le développement de solutions de traitement de surfaces écoresponsables pour des applications fonctionnelles et décoratives, et ceci depuis des décennies .

© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018

Pourquoi des alternatives au Chrome Dur Cr(VI) ?

Toxicologie, Substances SVHC

L'Agence Européenne des produits chimiques rapport I. 05.16 mentionne dans son rapport I. 05.16, un grand nombre d'effets négatifs sur la santé pour les substances contenant du CR (VI)

- Toxicité aigue
- Irritations des voies respiratoires, de la peau, des yeux.
- Sensibilisation de la peau
- Asthme professionnel
- Toxicité CMR (cancérogène, mutagène, reprotoxique)

Le rapport de l'ECHA SVHC du 2 Déc. 2010 classe le Trioxyde de Chrome comme Cancérigène Cat. 1A, et Mutagène Cat. 1B.

ECHA
European Chemicals Agency

EUROPEAN COMMISSION
DIRECTORATE-GENERAL
Joint Research Centre

© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018

Legislation

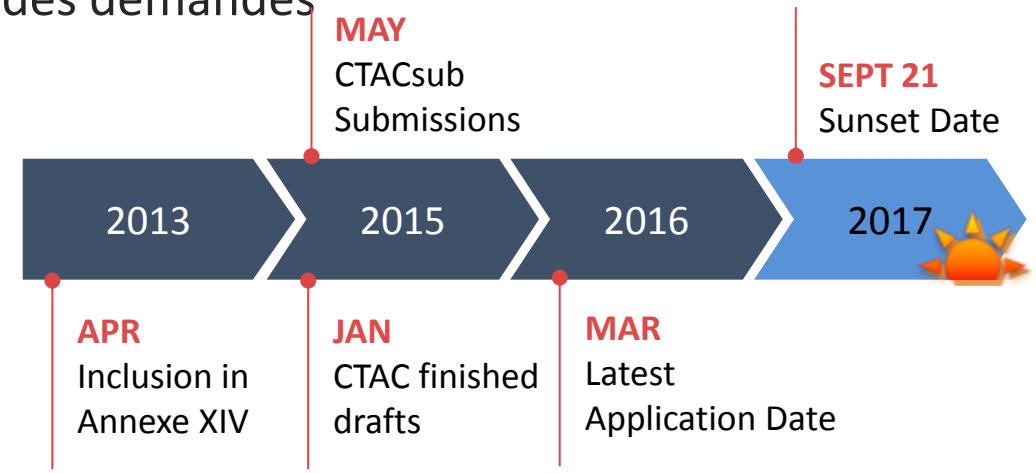
REACH

Name	CAS Number
Chromium trioxide	1333-82-0
Chromic acid	7738-94-5
Dichromic acid	13530-68-2
Sodium chromate	7775-11-3
Sodium dichromate	10588-01-9
Sodium dichromate dihydrate	7798-12-0
Potassium chromate	7789-00-6
Potassium dichromate	7778-50-9
Ammonium dichromate	7789-09-5

Cette législation impose des autorisations pour utiliser des substances Cr(VI).

La Sunset date pour les autorisations était fixée au 21 Septembre 2017.

Des Consortiums ainsi que des sociétés individuelles ont déposé des demandes d'autorisations.



© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018
ATOTECH

Pourquoi le Chromage Dur ?

Des propriétés uniques !

Les dépôts de chrome dur sont très populaires en raison des propriétés uniques qu'ils donnent aux substrats standards, leur permettant de travailler plus, mieux et dans des conditions plus sévères qu'ils auraient pu le faire normalement.

Les dépôts de Chrome Dur ont de nombreux avantages :

- Très Dur
- Propriétés tribologiques supérieures
- Résistance Chimique
- Résistance à la Corrosion.

© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018

Pourquoi le Chromage Dur ?

Une robustesse et une simplicité unique

Les procédés de Chromage Dur sont très populaires en raison de leur simplicité et de leur robustesse

- Bon marché
- Rapide
- Simple

Le Chromage Dur est un processus des plus simples et des moins chers en Galvanoplastie, donnant un dépôt avec d'excellentes propriétés physiques.

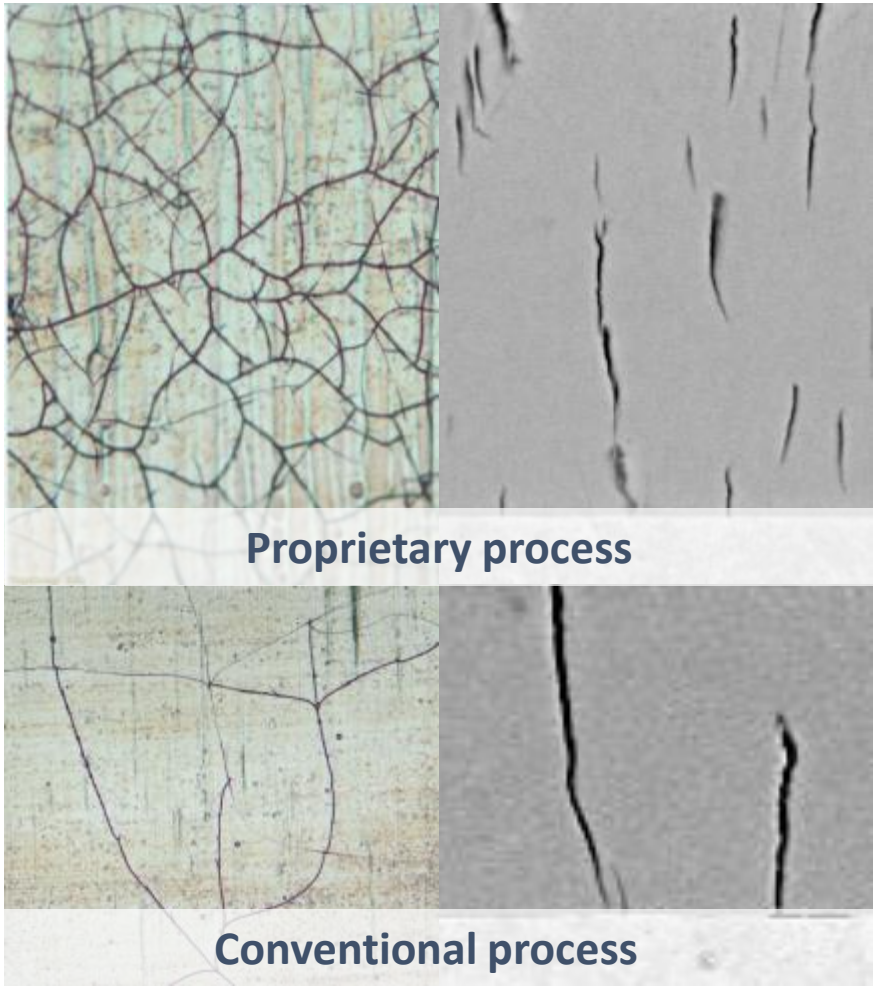
© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018

Pourquoi le Chromage Dur ?

Des propriétés uniques

Bien que les revêtements de chrome dur sont généralement lisses et brillants en apparence, ils sont généralement micro fissurés dû à un rétrécissement dans la structure cristalline pendant et juste après le chromage.

- Haute dureté 800 – 1,100 HV 0.05
- Epaisseur standard 8 – 40 µm (5 – 1,000 µm)
- Structure Micro-fissurée
- Excellente adhésion sur les substrats métalliques



Micro-section and surface pictures after etching

© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018
ATOTECH

Chrome Dur Cr(III)

Exigences et principes clés

Réglementation environnementale, REACh, sensibilisation de la population, ...

BluCr® remplit toutes ces exigences !

Propriétés fonctionnelles

© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018
ATOTECH

BluCr®

Défis

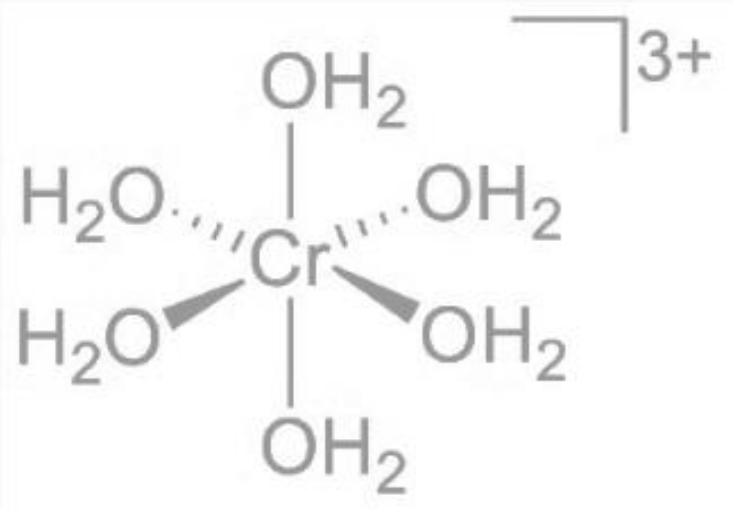
Présentation du Procédé

Le Défis du Cr(III)

Difficultés à Chromer

Le Chromage directement à partir de solution de Cr(III) n'est pas possible :

- Nécessité d'avoir des agents complexant
- Attaque anodique impossible
  - Un préparation différente est nécessaire
- Génération de Cr(VI) aux anodes
  - Mise en place de solutions techniques
- Durée de vie courte
- Dépôt Macro-fissuré



© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018
ATOTECH

Le Défis du Cr(III)

Passer de CMR à CMR-free

Composition du bain de Chromage Dur	
Hexavalent	**BluCr®**
Acide Chromique	Sel de Cr(III)
Acide Sulfurique	Agent Complexant
(2eme Catalyseur)	Tampon
	Additifs

Plus de produits mis en œuvre **MAIS**...

- Réduction importante des matières dangereuses utilisées

Anodes en Pb

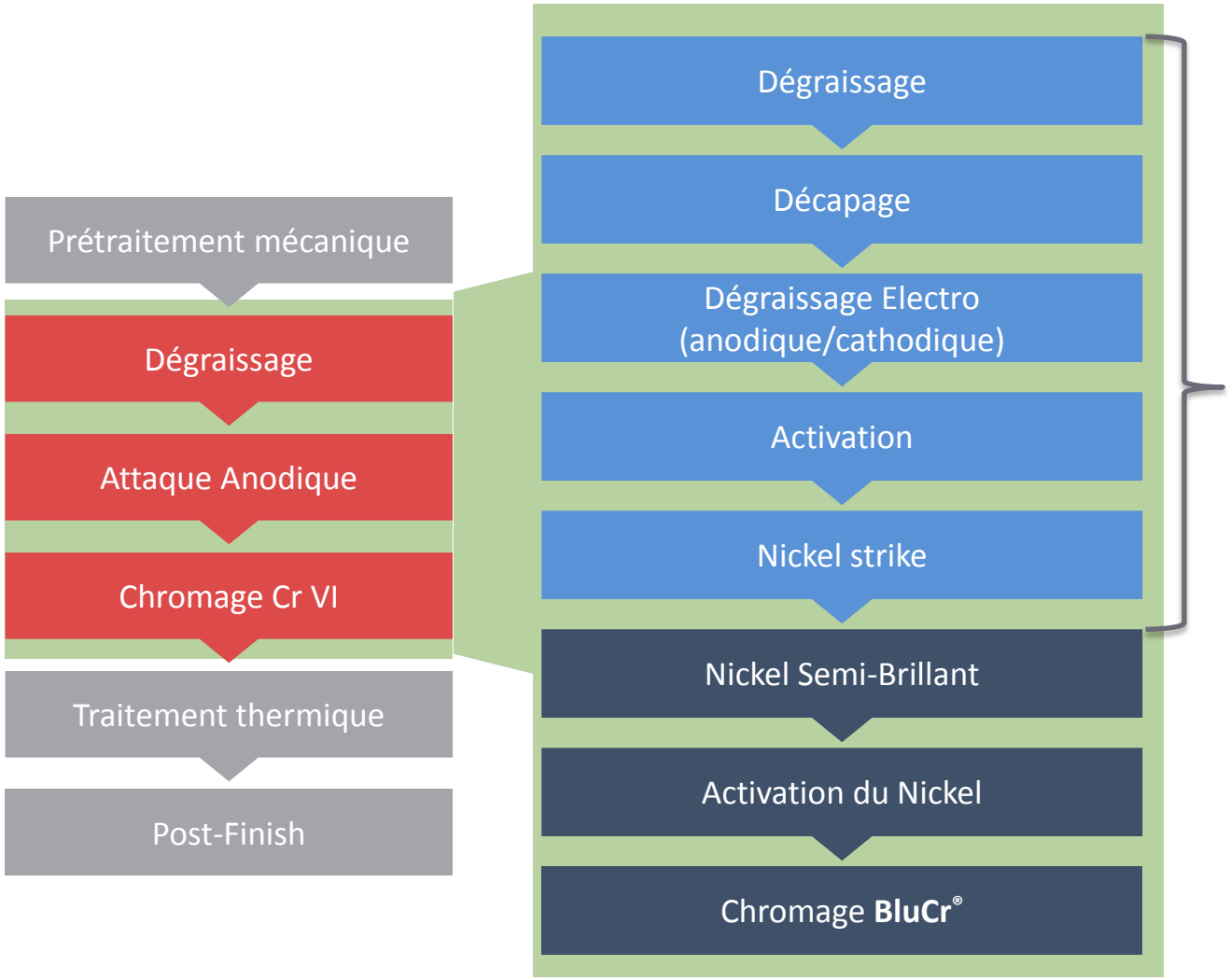
Anodes inertes

© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018

ATOTECH

Chrome Dur Trivalent

Comparaison gammes Cr(VI) et Cr(III)



Il y a plus d'étapes mais cette gamme est standard, c'est celle du Nickelage sur acier.

Défis :
En raison de la longue histoire du chromage directement sur acier, avec une excellente adhérence et sans Ni, une expérience nouvelle a besoin d'être acquise.
Chaque acier est différent!

© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018
ATOTECH

BluCr® Chrome Dur Trivalent

Différence des Paramètres de fonctionnement

Paramètres	Procédé Cr(VI)	Procédé Cr(III)
Concentration en Cr	100 – 150 g/l	15 – 30 g/l
Sulfate	2 – 5 g/l	27 – 55 g/l
2nd Catalyseur	100%	-
Agent Complexant	-	100 – 300 g/l
Tampon	-	100%
Additifs	-	100%
pH	< 1	3.5 – 6.5
DDC	20 – 90 A/dm²	20 – 60 A/dm²
Température	50 – 65 °C	45 – 60°C
Vitesse	0.6 – 1.6 µm/min	0.5 – 1.0 µm/min

Le procédé de Chromage Dur à base de Cr(III) a des quantités d'additifs supérieures par rapport au Cr(VI)

© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018

BluCr® Chrome Dur Trivalent

Equipement nécessaire

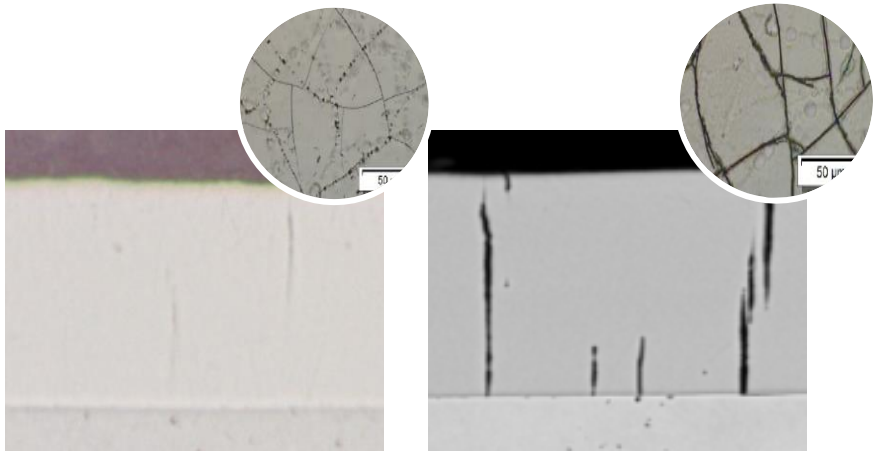
Cuve		Equipment auxiliaire	
Cuve	PP	Compteur Ah	Nécessaire
Anodes	Inertes MMO / Graphite	Aspiration	Nécessaire
Support	Cuivre revetu Ti	Filtration	Nécessaire
Chauffage	Ceramic PTFE	Agitation	Nécessaire
Refroidisseur	Nécessaire	Contrôle du pH	Nécessaire
Redresseur	12 – 16 V	Dosage	Nécessaire (pompes doseuses recommandées)

© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018

BluCr® Chrome Dur Trivalent

Apparence

- Le dépôt de Cr(III) est brillant et lumineux
- Epaisseur du dépôt 1 – 300µm
- Le dépôt peut être rectifié
- Apparence comparable à un dépôt de Cr(VI)
- D'avantage de Macro-Fissures



A la Sortie de bain

Après Attaque

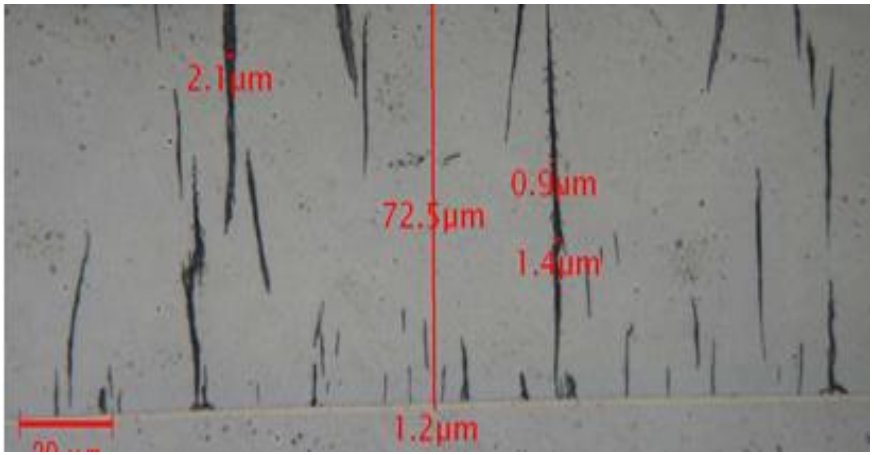
© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018

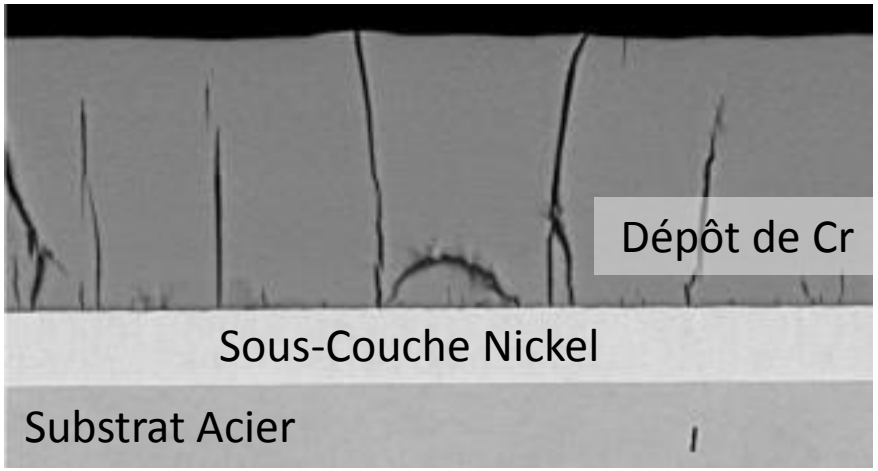
ATOTECH

BluCr® Chrome Dur Trivalent

Résistance à la Corrosion

- La présence de Macro-fissures implique une résistance à la corrosion modeste.
- Afin d'améliorer la résistance à la corrosion des pièces, une sous-couche résistant à la corrosion est nécessaire :
  - Le Nickel est le meilleur choix
- Cela donne un changement radical dans la résistance à la corrosion
  - Plusieurs centaines d'heures au BS, au lieu de 24 – 72 heures
- Le procédé est un peu plus long en raison des étapes supplémentaires





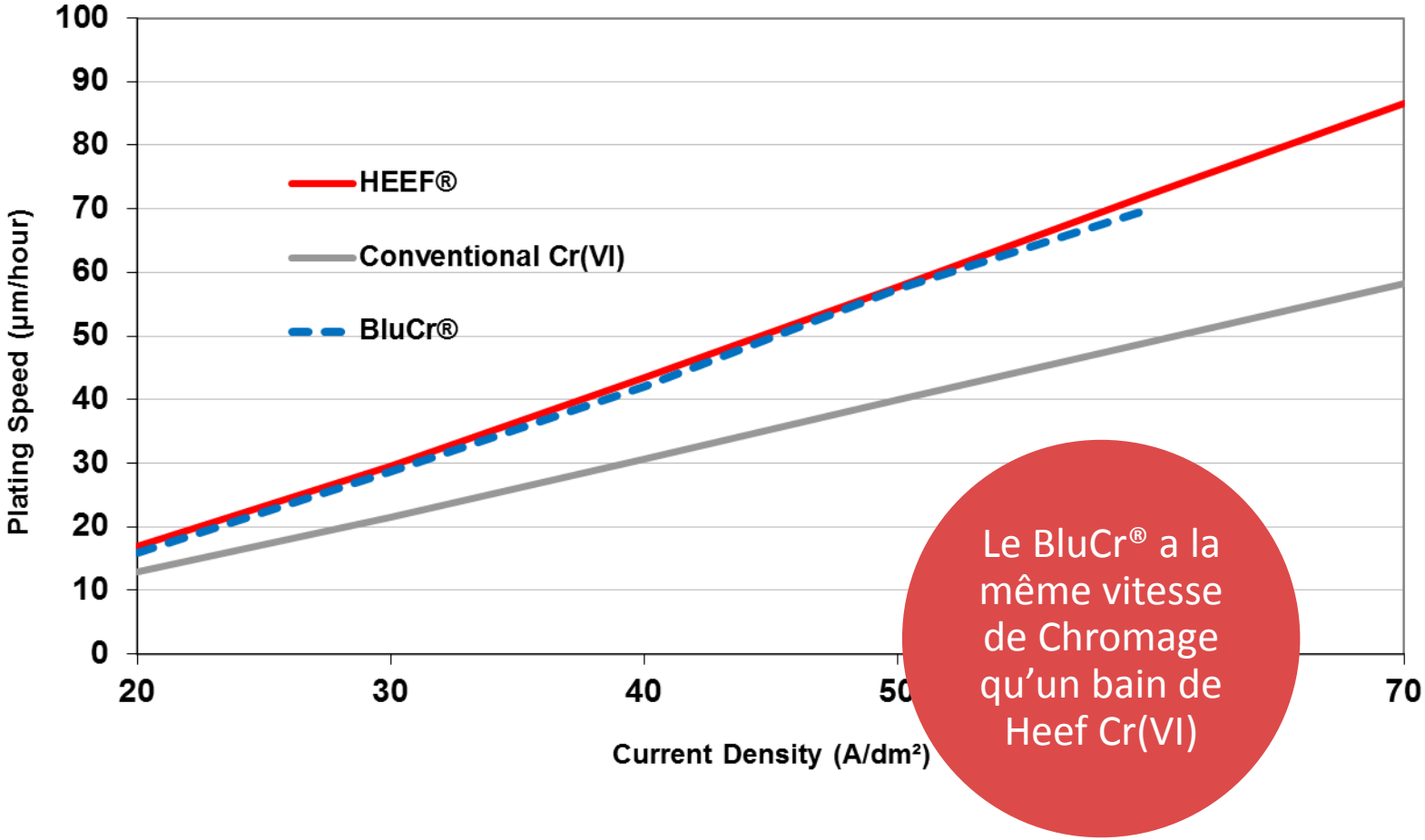
© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018
ATOTECH

BluCr® Chrome Dur Trivalent

Performances

BluCr® Chrome Dur Trivalent

Vitesse de Chromage



© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018
ATOTECH

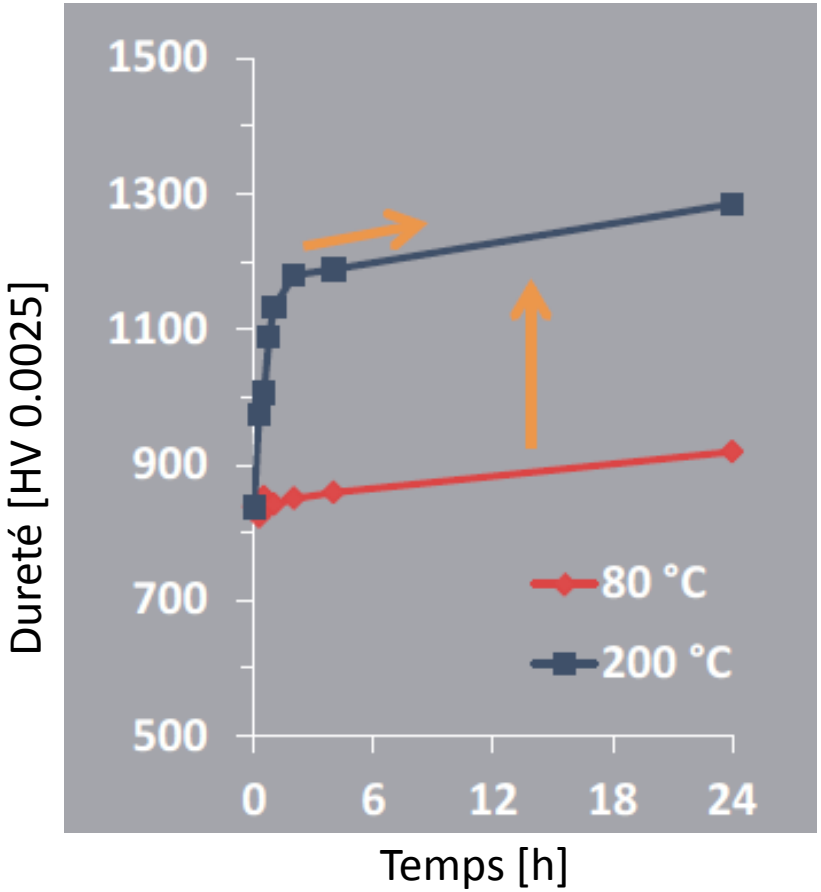
BluCr® Chrome Dur Trivalent

Dureté

Le dépôt de BluCr® possède une dureté similaire à celle d'un chrome dur classique Cr (VI), mais moins qu'un dépôt de chrome dur HEEF® :

- **BluCr® à la sortie du bain** **700 – 850 HV 0.05**
- **Bain classique Cr (VI)** **800 – 1,000 HV 0.05**
- **HEEF® Cr (VI)** **900 – 1,100 HV 0.05**

Influence du traitement thermique



© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018
ATOTECH

BluCr® Chrome Dur Trivalent

Comparaison avec le Cr(VI) sur tige d'amortisseur

Epaisseur

10-14 µm Nickel

15-18 µm Chrome (Cr(III))

Traitement thermique

Température modérée 110°C, 2 h

Température Standard 220 °C, 2 h

Traitement mécanique

Polissage au TechCenter

Tige d'amortisseur avec BluCr® (sans post traitement)

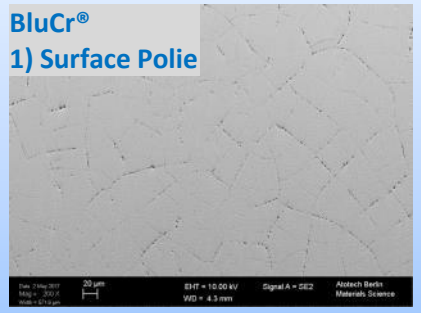
© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018

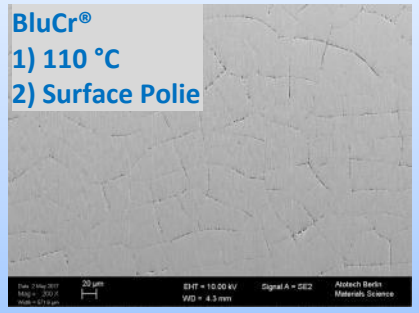
BluCr® Chrome Dur Trivalent

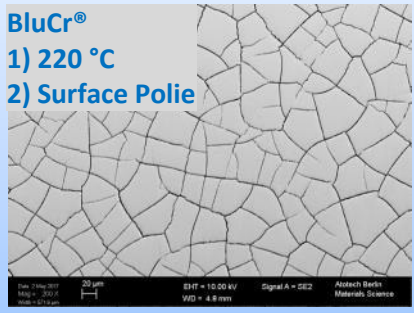
Traitements de finition

Rectification

- Les dépôts de BluCr® sont un peu plus rugueux que les dépôts issus de HEEF® 25
- Des Macro-fissures sont visibles après Chromage



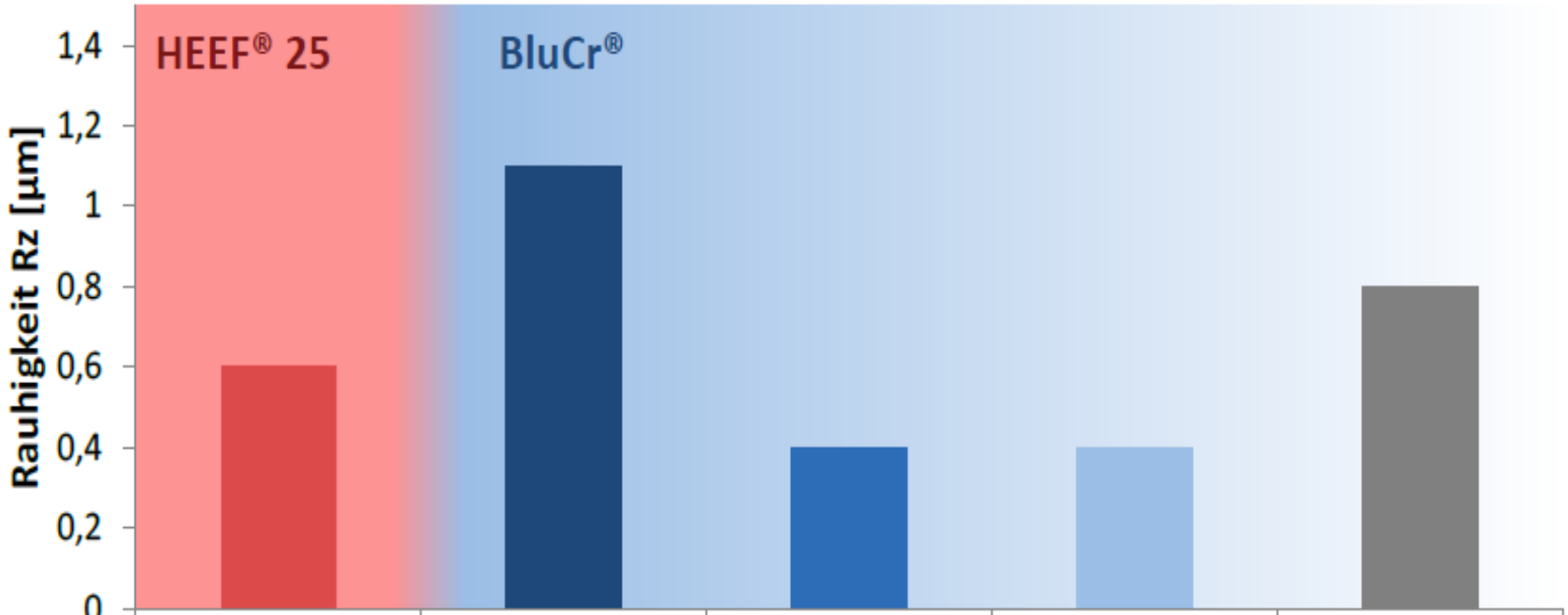




© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018

BluCr® Chrome Dur Trivalent

Rugosité

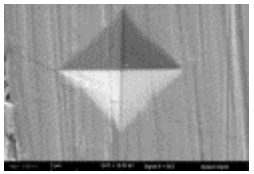


	Cr(VI) Referenz aus der Produktion 1) 200-240°C 2) geschliffen	Cr(III) direkt nach der Beschichtung	Nachbehandelt 1) poliert	Nachbehandelt 1) 110°C 2h) poliert	Nachbehandelt 1) 220°C 2h) poliert
Rz	0,6	1,1	0,4	0,4	0,8

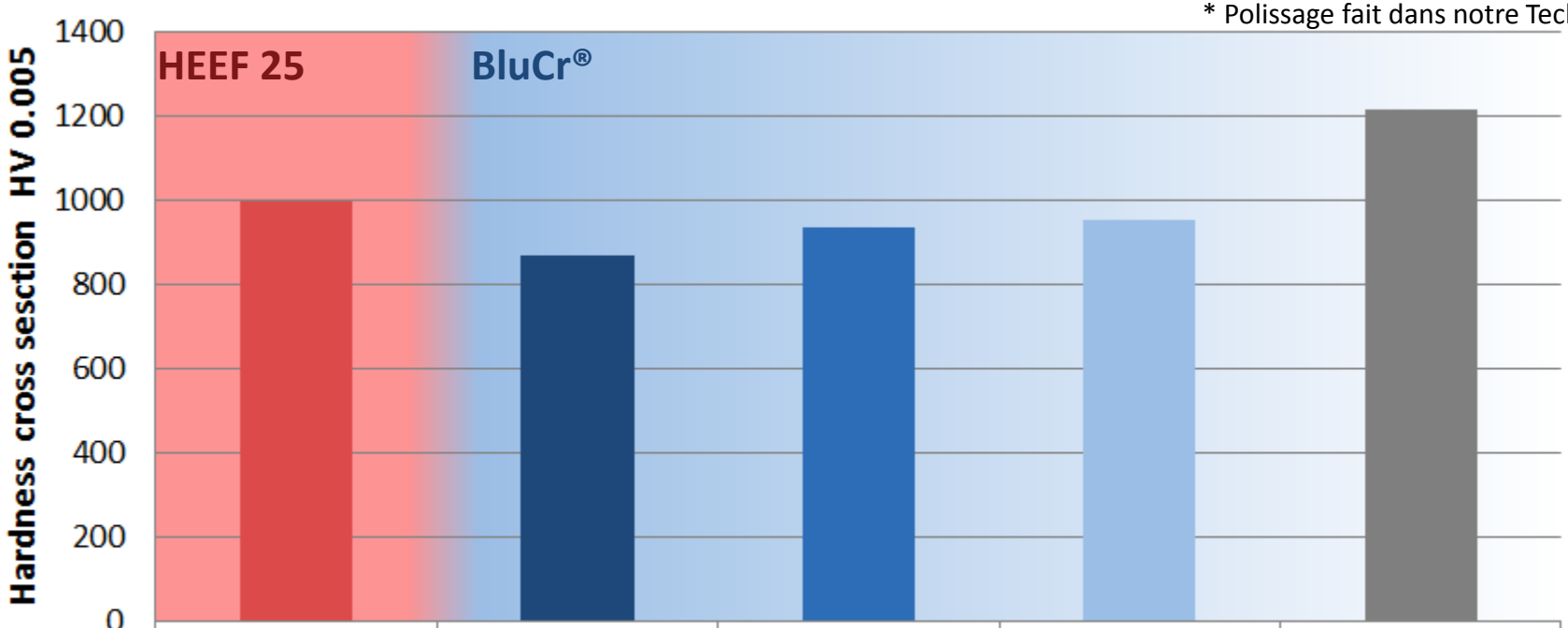
© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018
ATOTECH

BluCr® Chrome Dur Trivalent

Dureté



* Polissage fait dans notre TechCenter



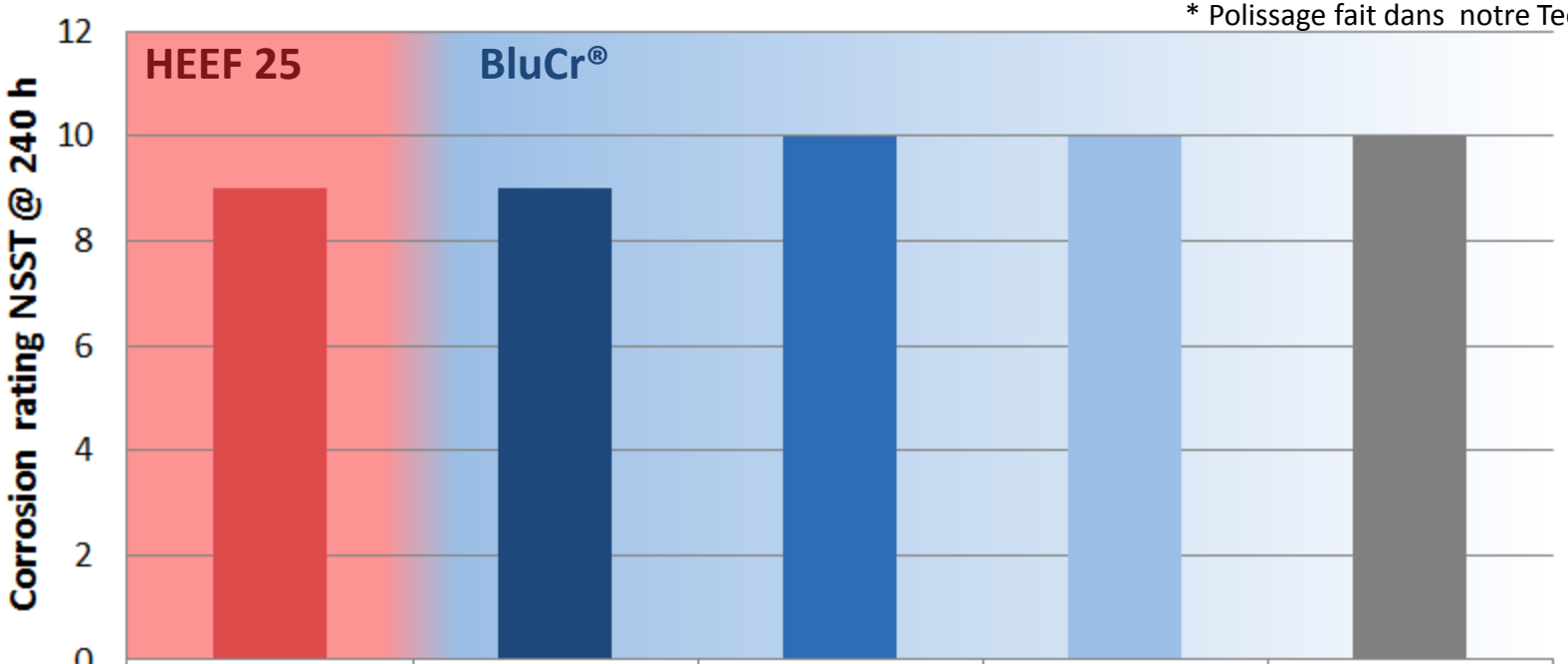
	Standard part from Production 1) 200-240°C 2) ground	no Posttreatment	Posttreatment 1) polished*	Posttreatment 1) 110°C 2) polished*	Posttreatment 1) 220°C 2) polished*
HV 0.005	995	867	932	950	1214

© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018
ATOTECH

BluCr® Chrome Dur Trivalent

Corrosion

* Polissage fait dans notre TechCenter

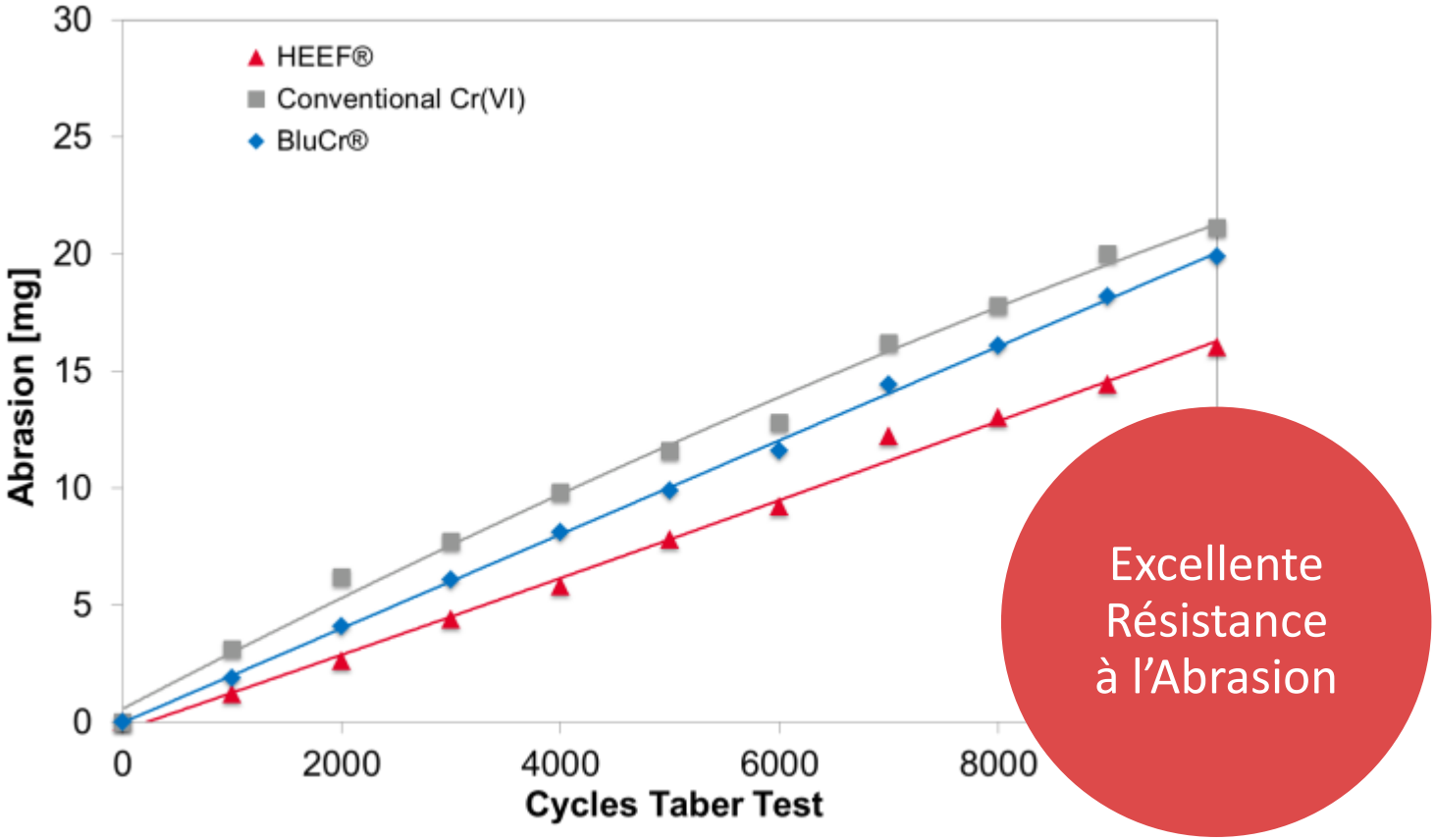


	HEEF 25	BluCr®	BluCr®	BluCr®	BluCr®
	Cr 14-18 µm Standard part from Production 1) 200-240°C 2) ground	Cr 14-19 µm Ni 9-14 µm no Posttreatment	Cr 15-16 µm Ni 9-11 µm Posttreatment 1) polished*	Cr 14-17 µm Ni 9-11 µm Posttreatment 1) 110°C 2) polished*	Cr 19-23 µm Ni 11-14 µm Posttreatment 1) 220°C 2) polished*
Rating	9	9	10	10	10

© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018
ATOTECH

BluCr® Chrome Dur Trivalent

Résistance à l'Abrasion : Taber test



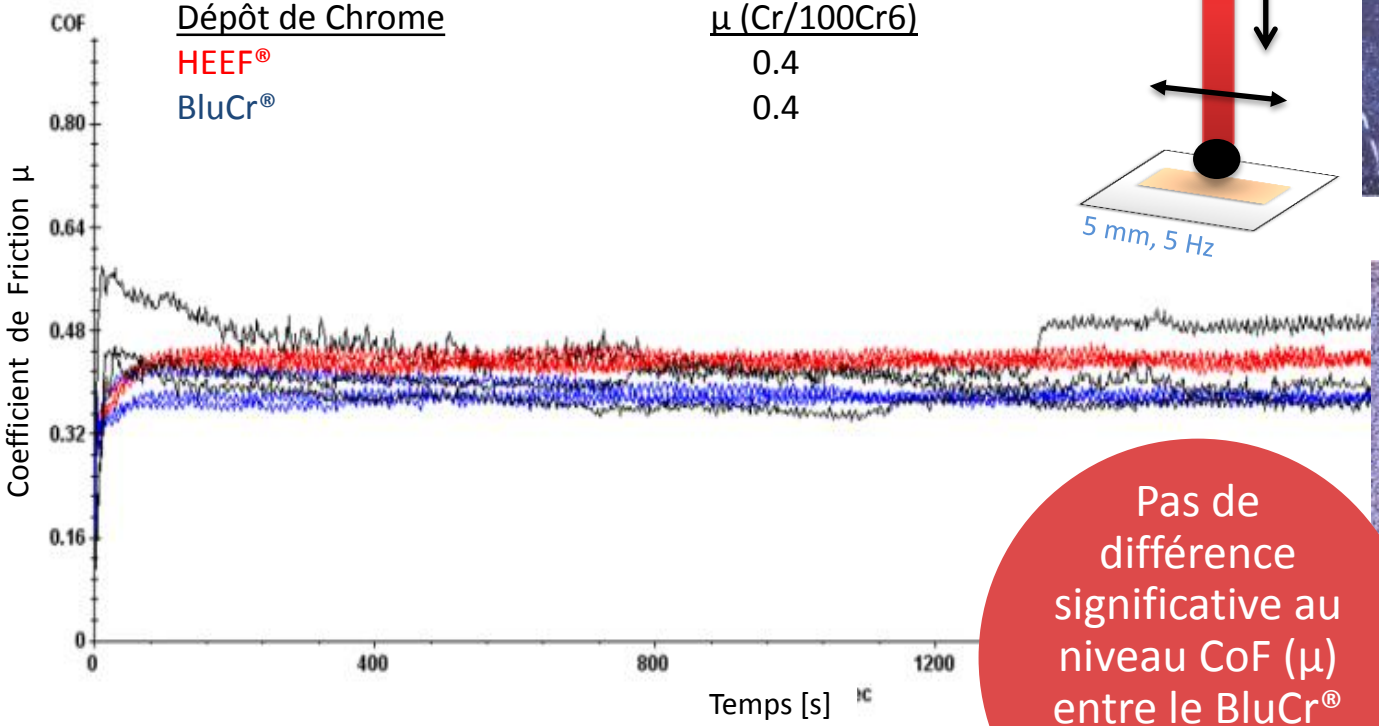
La Résistance à l'Abrasion de la couche fonctionnelle de BluCr® se situe entre celle du dépôt conventionnel et celle issue de l'électrolyte HEEF®

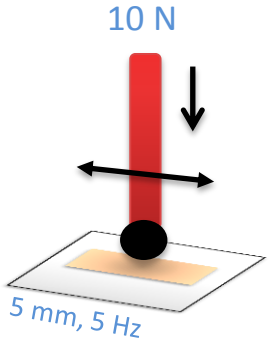
© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018

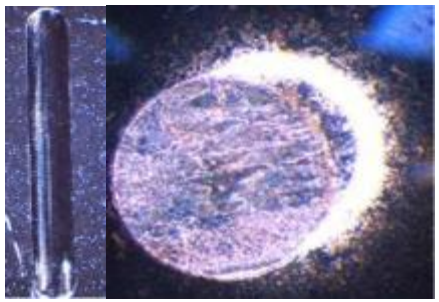
BluCr® Chrome Dur Trivalent

Coefficient de Friction

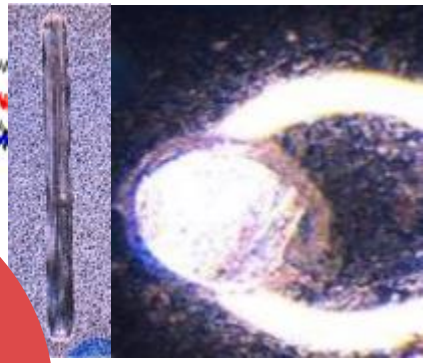
Dépôt de Chrome	µ (Cr/100Cr6)
HEEF®	0.4
BluCr®	0.4







Dépôt de HEEF®



Dépôt de BluCr®

Pas de différence significative au niveau CoF (µ) entre le BluCr® comparé au Cr(VI)

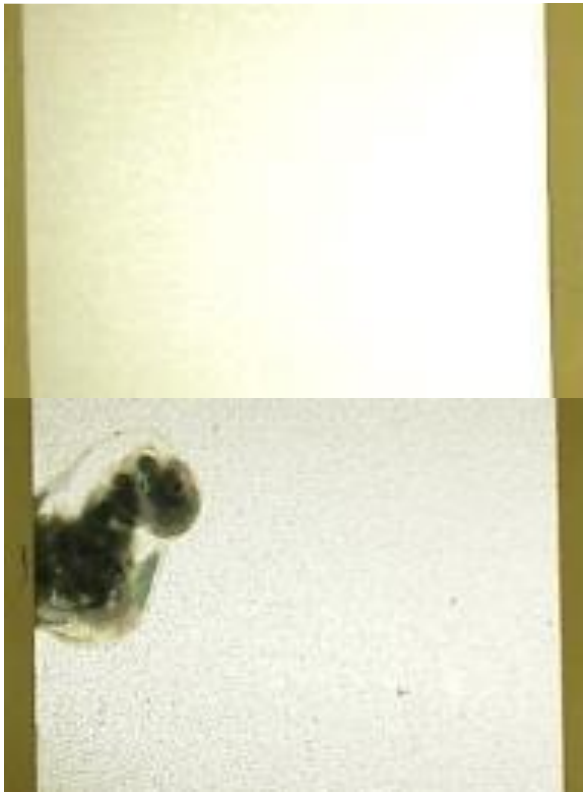
© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018
ATOTECH

BluCr® Chrome Dur Trivalent

Résistance à la Corrosion, Meilleure résistance aux Chlorures

- Le dépôt de BluCr® contient une petite quantité de carbone. Cela permet au dépôt d'avoir une meilleure résistance aux chlorures par rapport aux dépôts issus de Cr (VI)
- En combinaison avec une sous-couche Ni, le dépôt de BluCr® offre une bien meilleure résistance à la corrosion

Dépôt de BluCr® après 240 hrs au contact de Chlorure de Ca



Dépôt de Cr(VI) / Ni après 240 hrs au contact de Chlorure de Ca

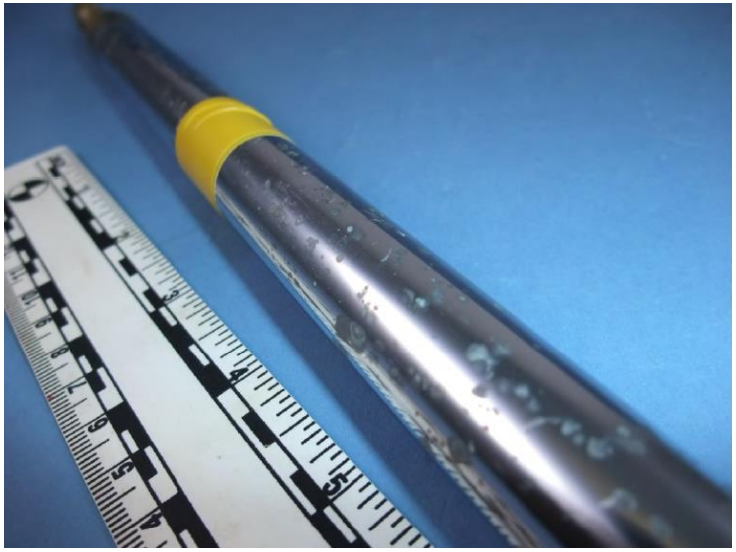
© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018

BluCr® Chrome Dur Trivalent

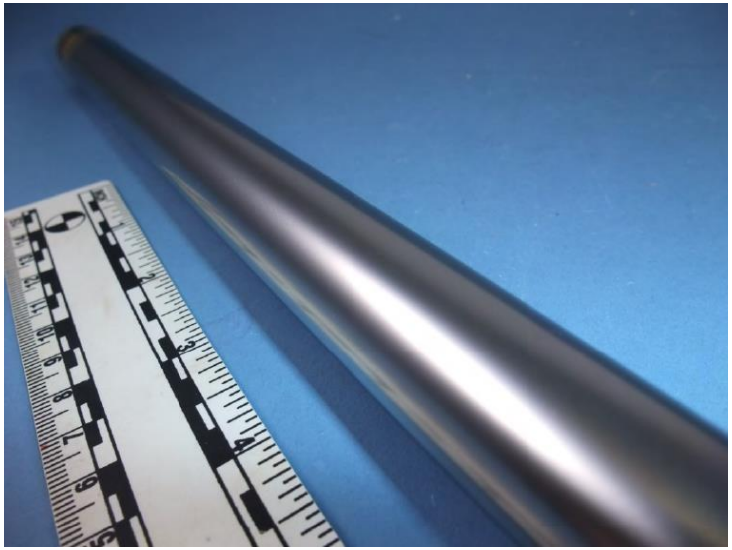
Meilleure résistance aux Chlorures

- Tiges d'amortisseur traitées en BluCr®, testées dans la boue Russe pour une durée de 96 hrs
- Spécifications du client : 96 hrs
- Inspection chaque 24 hrs

Solution de $CaCl_2$ à 720g/l
Ajout de 30g de Kaolin à la solution
Conditions du test : 60°C, 3-8% d'humidité, 96 hrs



Cr(VI), après 96 hrs, Cotation k3



BluCr , après 96 hrs, Cotation o10

Rating	Area of defects		
10	0%		
9	> 0 % - 0,1 %	4	> 2,5 % - 5,0 %
8	> 0,1 % - 0,25 %	3	> 5,0 % - 10 %
7	> 0,25 % - 0,5 %	2	> 10 % - 25 %
6	> 0,5 % - 1,0 %	1	> 25 % - 50 %
5	> 1,0 % - 2,5 %	0	> 50 %

© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018
ATOTECH

BluCr® Chrome Dur Trivalent

Comparaison

Procédés	Chrome Conventionnel	HEEF® Cr(VI)	BluCr® Cr(III) (+ sous-couche Ni)	Nickel Chimique
Vitesse (µm/h)	17 - 20	40 - 90	40 - 60	10 – 25
Dureté (à la sortie du bain)	800 – 1,000 HV0.05	900 – 1,100 HV0.05	700 – 850 HV0.05	520 – 750 HV0.1
Dureté (traitement thermique 2h@200°C)	750 - 1,000 HV0.05	850 - 1,100 HV0.05	920 - 1,100 HV0.05	930 - 1,080* HV0.1
Résistance à l'Abrasion (Taber Test)	Bon	Excellent	≈ HEEF	10 – 20% du HEEF
Résistance à la Corrosion (NSST)	Acceptable	Bon	Très Bon (dû à la sous-couche Ni)	Très Bon
Maitrise du Procédé	Facile	Facile	Moyen	Moyen

*: 400°c

© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018
ATOTECH

BluCr® Chrome Dur Trivalent

Résumé

BluCr® Chrome Dur Trivalent

Résumé

BluCr® est le premier électrolyte à base de Cr(III)

pour le Chromage Dur sur le marché...

- Rempli toutes les exigences clés du Chromage Dur
- Stable avec une longue durée de vie
- Offre une meilleure résistance à la corrosion que les procédés à base de Cr (VI)
- Comprend plus d'étapes et réclame un suivi plus important qu'un procédé Cr (VI) actuel.
- Fonctionne déjà dans des conditions industrielles

© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018

BluCr® Chrome Dur Trivalent

Résumé

Des bains de BluCr® sont disponibles pour réaliser des pièces / échantillons d'évaluation de nos clients, dans nos différents TechCenters à travers le monde.

Ligne de BluCr® entièrement automatisé de notre TechCenter de Bangalore, Inde.

© Atotech | BluCr – CRITT – NOV-2018

ATOTECH

Merci

Pour votre attention!

Contact

Atotech France
29, Av de l'Eiguillette
95310 St Ouen l'Aumône – France

+ 33 (0)1 34 30 20 60
info@atotech.com
www.atotech.com

Technology for tomorrow's solutions

Journée Tech2Fab

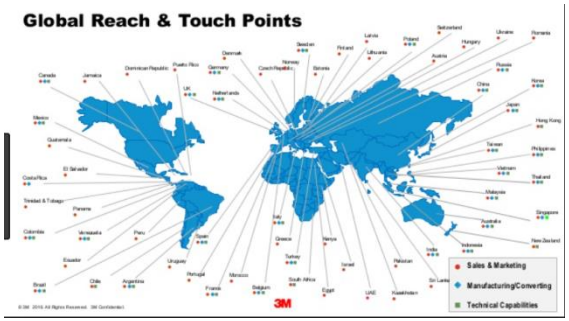
8 novembre 2018

Inventec / Laurent Levasseur

Enjeux et perspectives du nettoyage en phase vapeur

Présentation des sociétés

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



Santé

Sécurité & Signalétique

Industrie

Electronique & Energie

Grand Public

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

Semiconductor

Automotive

Industrial

Telecom

Energy

Aerospace

Enjeux et méthodologie

De nos jours, il est de plus en plus difficile pour toute société industrielle désirant intégrer dans ses lignes de production, un process de nettoyage optimal, de le faire selon les meilleurs critères disponibles.

- Evolution de la réglementation : Reach, COV, Fgaz2…
- Nouvelles technologies et process
- Normalisation
- Contraintes économiques de plus en plus fortes
- Enjeux environnementaux…

S'y retrouver est possible en tenant compte des 3 facteurs fondamentaux :

- La technique
- L'économie
- Le cadre légal

METHODOLOGIE D' EVALUATION

Evaluation Réglementaire*	LESSIVE	PHASE VAPEUR	SOUS VIDE
GENERAL	REACH		
SELON LE PROCESS, LE PRODUIT, OU L'IMPLANTATION			
INSTALLATION CLASSEES ICPE	N° 2563	N° 2564	N° 2564
ÉMISSIONS	-	COV	COV
DIRECTIVES	648	FGAZ	FGAZ
AUTRES REGLEMENTATIONS	Rejet d'eaux	-	-

**Des législations locales plus restrictives peuvent être en vigueur*

CRITERES TECHNIQUES

	+	-
PHASE VAPEUR	• Mise en œuvre simple • Cycle modulable • Fort niveau de nettoyabilité des polluants organiques • Finition • Suivi du process simple	• Polluants minéraux • Pouvoir solvant HFE pur faible: besoin d'un produit en co-solvant • Compatibilité plastiques
LESSIVIEL	• Nombre important de pièces nettoyées par cycle • Forte amplitude de nettoyage des polluants organiques et minéraux • Finition • Compatibilité avec les plastiques	• Choix complexe du produit • Gestion des consommables • Maintien des paramètres de fonctionnement du process • Compatibilité avec les métaux (pile) • Suivi du process
SOUS VIDE	• Mise en œuvre simple • Niveau constant de qualité de nettoyage : distillation en continu.	• Nettoyabilité restreinte → co-distillation, uniquement huile entière • Maîtrise des polluants minéraux • Additifs des huiles perturbant le process →acidité, corrosion • Résiduel non volatil (40ppm à 400ppm)

Méthodologie d'évaluation

Evaluation Technique	BESOIN TECHNIQUE	Niveau de propreté : Contrôle particulaire, RNV…
	EVALUATION DES POLLUANTS	Natures de polluants, par rapport aux produits et process possibles
	EVALUATION DES SUBSTRATS	Géométrie, taille des pièces et comptabilité des matériaux
	REALISATION DES ESSAIS	Validation du besoin technique sur pièces représentatives : faisabilité
	MISE EN OUVRE DE L'IMPLANTATION	Démarrage du process : Industrialisation + Suivi des bains par Analyse

- Variabilité des exigences de propreté
- Qu'est ce qu'une pièce propre ?
  →Normes
  →Besoin (taux de rebus)
  →Renvoi à la présentation de C.Dehon

CRITERES ECONOMIQUES

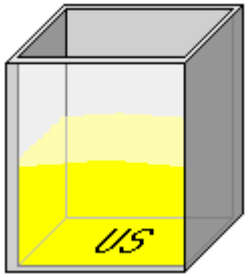
	+	-
PHASE VAPEUR	• Faible consommation produit : Machine carénée • Energie • Cycle court : gain de temps • Recyclabilité du solvant	• Coût produit au montage de la machine (charge initiale) • Contraintes des réglementations COV, FGas II...
LESSIVIEL	• Faible coût produit • Faible coût machine • Faible consommation produit : dilution	• Energie • Consommables : Eau DI... • Traitement effluents : si pas d'évaporation sous vide • Cycle long : séchage + air chaud • Saturation
SOUS VIDE	• Faible coût produit • Faible consommation produit • Cycle court : gain de temps • Faible saturation : distillation continue	• Coût machine • Entretien de la machine

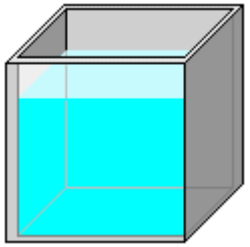
Méthodologie d'évaluation

Evaluation Economique	Investissement Machine : Amortissement
	Consommables : produit de nettoyage, filtres, résines, eau de rinçage … (selon process envisagé)
	Saturation du produit : qui dépend des polluants
	Cadence de production : Temps de cycle
	Energie : Electricité, eau
	Traitement et/ou destruction du produit de nettoyage

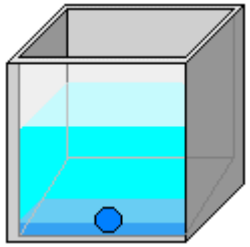
Ce qui coute cher c'est d'avoir mal défini son process
Ramener à un cout/pièce

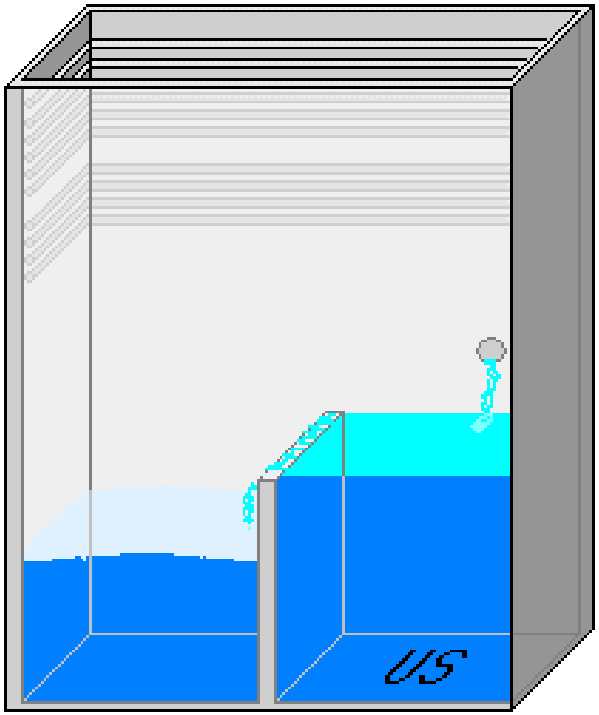
Les process en phase vapeur

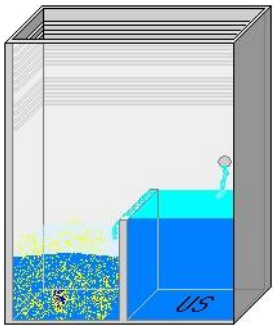


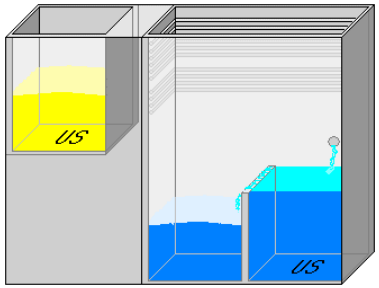


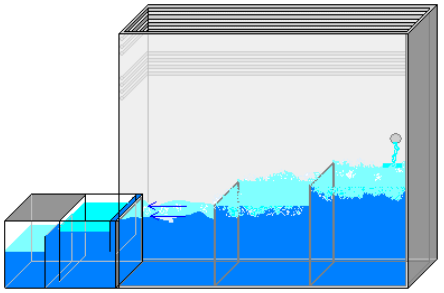
-Fonctionnement : la distillation
-Assemblage adapté en fonction de l'objectif
-Construire son process autour de la phase vapeur











I) Process de nettoyage monosolvant et azéotrope en phase vapeur

Sur base HFE : hydrofluoroether

Ininflammable

Choix de solvatation (TDE)

Process simple et court

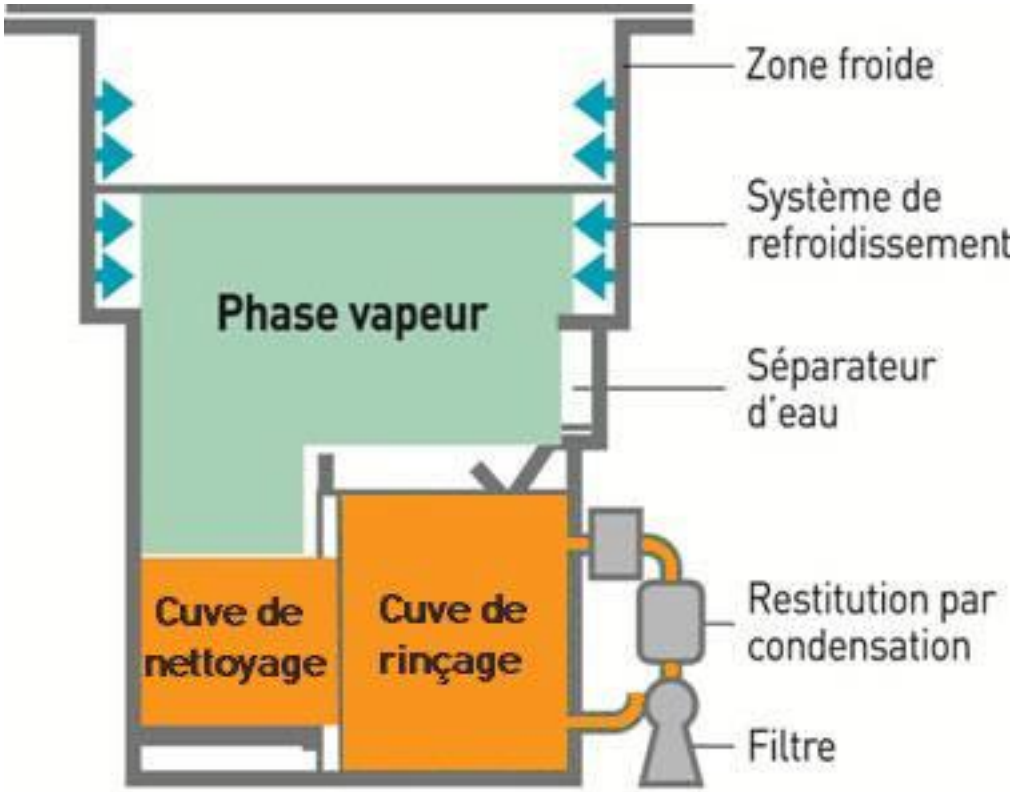
Compatibilité

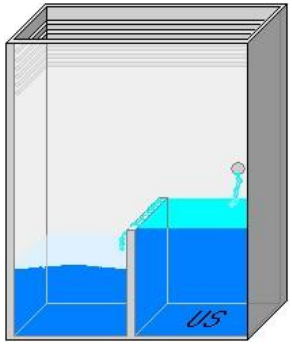
Non toxique

ODP nulle

GWP faible

Point d'ébullition bas : 41°C à 47°C





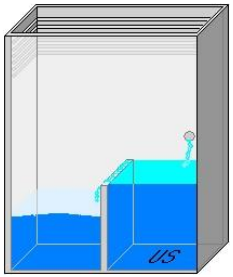
CAS 1 : déshuilage de pièces mécaniques

Pollution : huile entière

Critères de propreté : Pas de norme, Aspect visuel, test au chiffon blanc

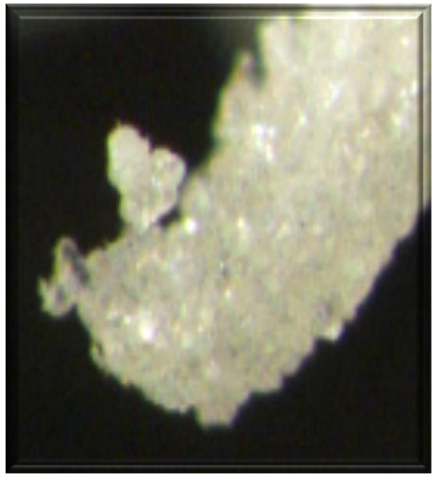
Produit : **Promosolv 70**

Cycle : 6 minutes
Cuve 1 : Température 43°C – US – 2 minutes
Cuve 2 : Température 37°C – US – 2 minutes
Phase vapeur : Température 43°C – 2 minutes



Cas 2 : Nettoyage pièces fabrication additive

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



Type de pièces : écouvillons en matière plastique.

Pollution : résidus de poudre issus de la fabrication additive.

Critères de propreté : Comptage particulaire, Aspect visuel

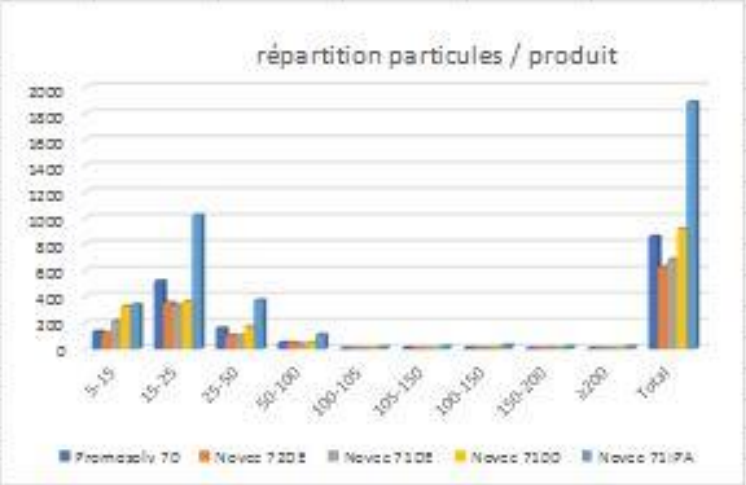
Produit : **Novec 72 DE**

Cycle : 6 minutes
Cuve 1 : Température 43°C – US – 2 minutes
Cuve 2 : Température 37°C – US – 2 minutes
Phase vapeur : Température 43°C – 2 minutes

Choix de la solution process/produit sur solvant base HFE

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

Taille	Promosolv 70	Novec 72DE	Novec 71DE	Novec 7100	Novec 71IPA
5-15	130	120	211	324	336
15-25	516	350	330	361	1019
25-50	155	101	98	170	369
50-100	46	44	35	45	108
100-105	1	1	1	3	11
105-150	4	2	2	1	14
100-150	5	3	3	4	25
150-200	2	2	4	4	13
≥200	2	2	2	3	14
Total	856	625	683	915	1884
TS (dynes/cm2	19	19	16,6	13,6	14,5
TDE	70	70	50	0	0
Alcool	0	0	0	0	5



INVENTEC PERFORMANCE CHEMICALS

2) Process de nettoyage en process co-solvant

Mixte Solvant HC / HFE

Ininflammable

Choix de solvatation : hydrocarbone

Process simple et court

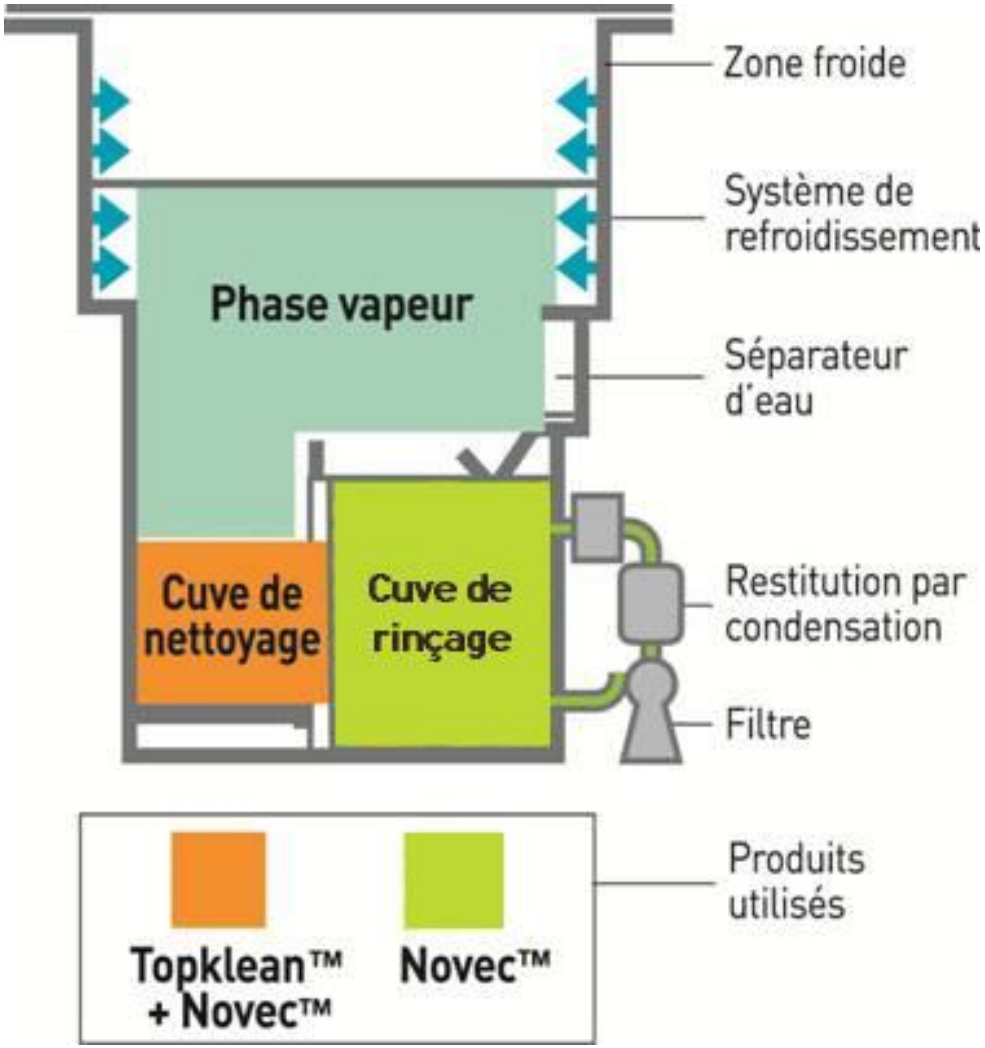
Compatibilité matériaux

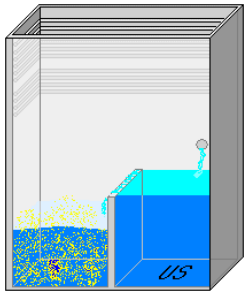
Non toxique

ODP nulle

GWP faible

Point d'ébullition élevé : 66°C





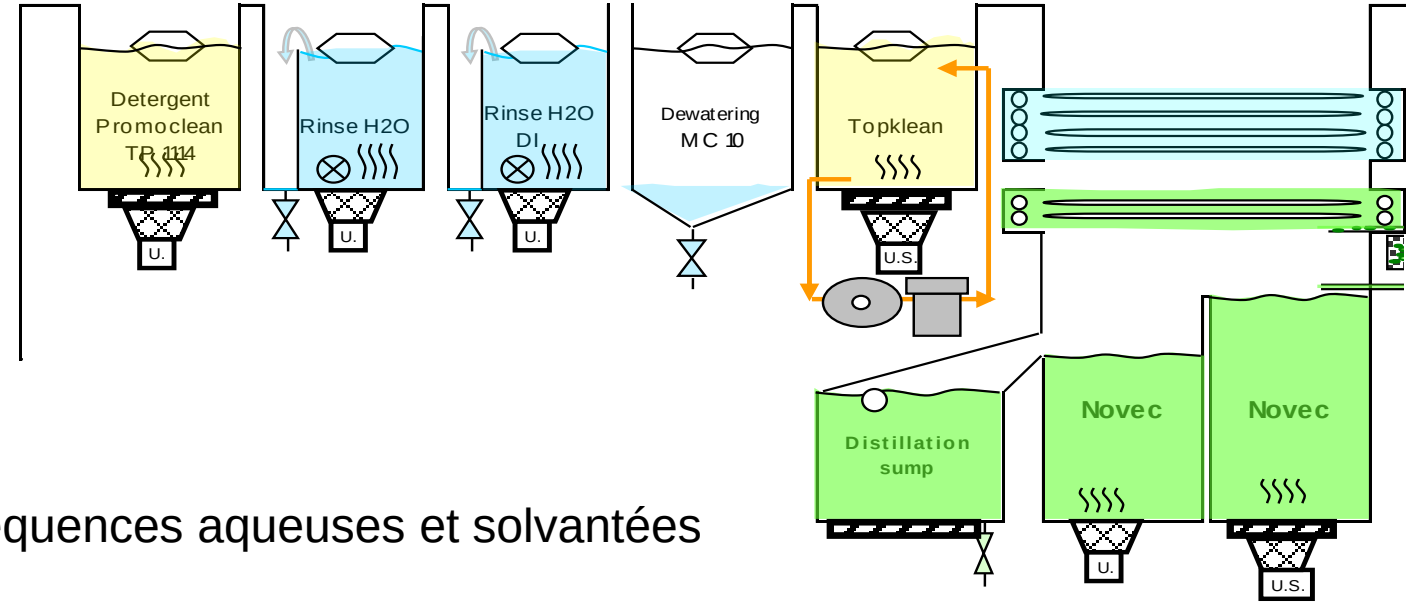
CAS 3 : Nettoyage de pièces mécaniques à géométrie complexe

Pollution : huile entière, graisses, copeaux
Critères de propreté : Aspect visuel, normes aéronautiques,

Produit : **Topklean MC 20A / Novec 71 IPA**

Cycle : 6 minutes
Cuve 1 : Température 43°C – US – 2 minutes
Cuve 2 : Température 37°C – US – 2 minutes
Phase vapeur : Température 43°C – 2 minutes

2) Process de nettoyage en Hybride



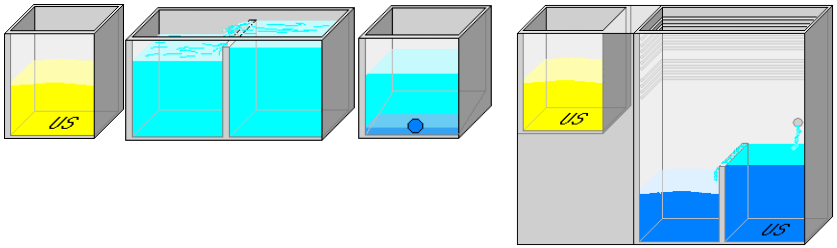
- Multi séquences aqueuses et solvantées

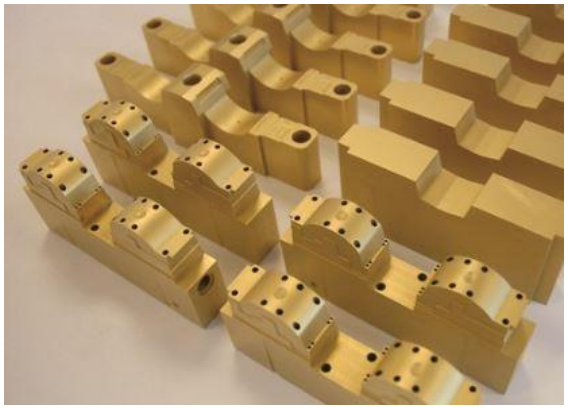
- Tous types de pollution : Minérales et organiques

- Finition par séchage en phase vapeur

- Destiné au finitions haut de gamme : préparations de surface avant Pvd, traitement thermique, horlogerie, nécessitant un résidu de surface nul.

Cas 4 : préparation de surface avant PVD



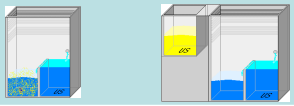
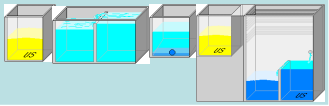


Type de pièces : Métal géométrie complexe

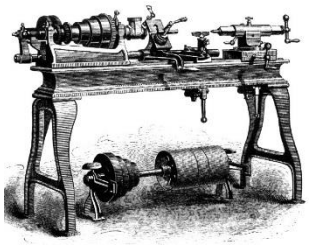
Pollution : matières organiques et minérales.
Critères de propreté : % de rebus après traitement PVD.
Produits :
Lessiviel : **Promoclean TP 1114**
Dewatering : **Topklean MC 105**
Solvants : **Topklean MC 20A** et **Novec 71 IPA**

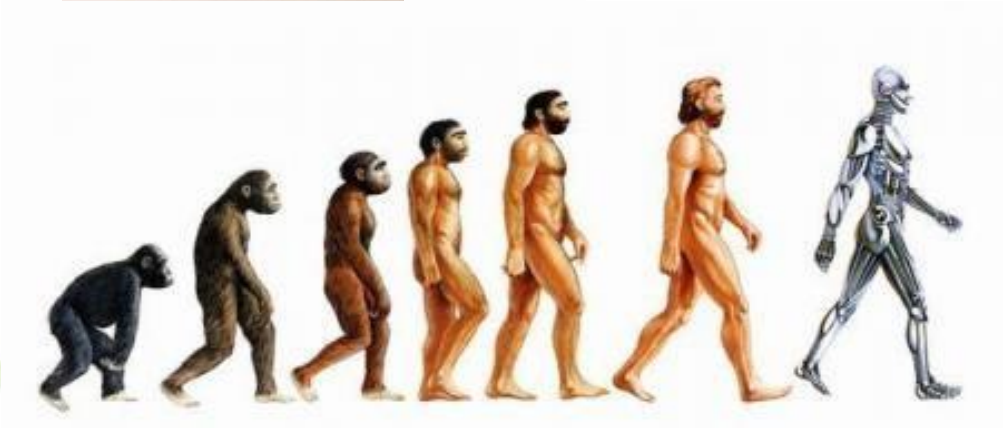
Cycle : 16 minutes
Cuve 1 : Lessiviel - 5% - Température 60°C – US – 2 minutes
Cuve 2 et 3 :rinçage eau de ville : 2+2 minutes
Cuve 4 : Dewatering Température ambiante – US – 2 minutes
Cuve 5 : Cosolvant – Température 47°C – US- 2 minutes
Cuve 6 et 7 : rinçages en HFE : 2 + 2 minutes
Phase vapeur : Température 43°C – 2 minutes

Des process constructifs à la carte à partir d'une molécule : HFE

	Mono-solvant	Azéotrope	Co-solvant	Hybride
				
Contaminants	- Huiles légères - Composés halogénés - Particules	- Tous types d'huiles entières - Tous types de graisse	- Huiles et graisses en grande quantité - Paraffine - Pate à polir - Résidus de soudure	- Minéraux et organiques - Pâtes à polir
Type de pièces nettoyées	- Matériel médical - Tubes Oxygène - Gyroscopes…	- Tous types de pièces métalliques	- PCBs - Connecteurs électriques - Roulements à bille - Pièces aéronautiques et spatiales	Préparation de surface avant traitements thermique sous vide et PVD

Perspectives et enjeux, le poids des mots, le choc des photos…

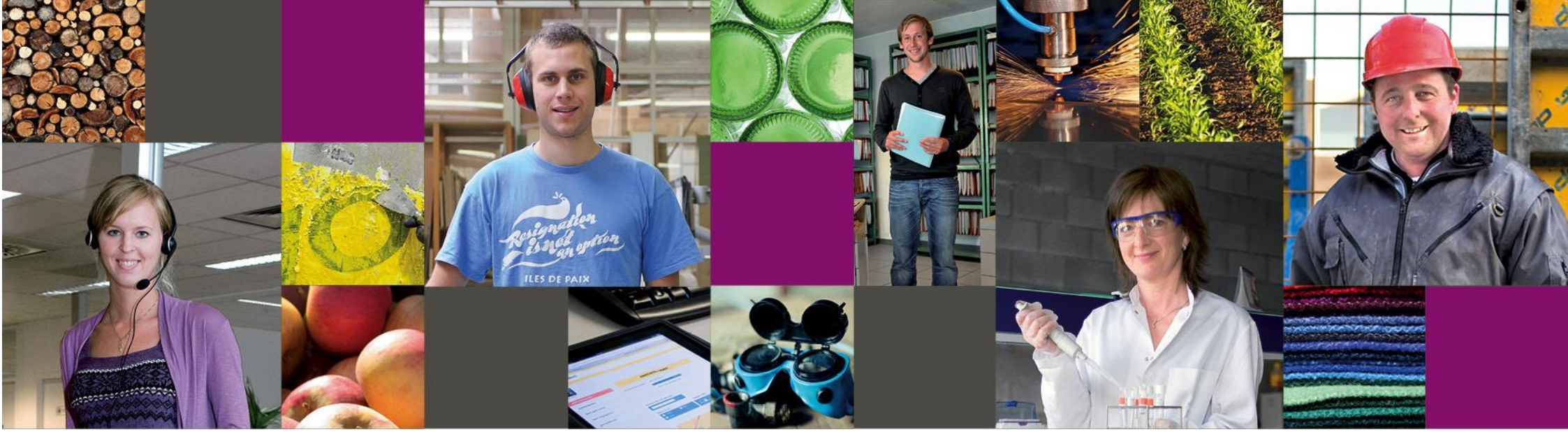




Expérience,
Efficacité,
Innovation…

Merci de votre attention,

Rendez vous autour de la machine phase vapeur de notre partenaire KLN pour une démonstration



Les exigences et règles élémentaires des bonnes pratiques dans la préparation de surfaces

8 novembre 2018

Centre de Compétence FOREM PIGMENTS

LE FOREM PIGMENTS
Centre de compétence

FSE
Wallonie
FÉDÉRA
LE FONDS SOCIAL EUROPÉEN, LA WALLONIE ET LA FÉDÉRATION WALLONIE-BRUX
INVESTISSENT DANS VOTRE AVENIR

Missions des Centres de Compétence au sein du FOREM :

- Faire se rencontrer l'offre et la demande d'emploi
- Garantir une main d'oeuvre de qualité via la formation et les certifications
- Assurer une veille métier continue en tenant compte :
  - Du contexte économique
  - Du contexte environnemental
  - De l'évolution technologique
  - De l'évolution des compétences
- Appui au développement économique des entreprises

Etat des lieux de la main d'oeuvre wallonne disponible en traitement de surfaces au 31/08/18

485 demandeurs d'emploi inscrits au FOREM

- Peintres industriels (construction, industrie, aeronautique) +- 80%
- Agents de traitements de surfaces par procédés mécaniques +-15%
- Agents de traitement de surfaces par procédés électrochimiques +- 5%

50% des candidats sans expérience ni formation

Etat des lieux de l'offre d'emploi wallonne en TTS gérée par le FOREM en 2017

246 offres (niveau opérateur)

- +- 40% territoire Liège/Huy, Verviers
- +- 40% Hainaut
- +- 20% Brabant Wallon, Namur, Luxembourg

NB représente environ 10% des offres du marché

Tendances déterminantes sur l'évolution des métiers du traitement de surfaces

- Evolution des supports
- Évolution des produits
- Évolution des procédés
- Augmentation des normes de qualité
- Augmentation des normes environnementales

=> Impact sur le niveau de compétences de l'opérateur

Compétences à développer pour l'opérateur

- Compréhension des fiches techniques
- Connaissance des réglementations
- Utilisation adéquate des équipements
- Maintenance des équipements
- Connaissance et application adéquate des produits
- Contrôles qualité
- Application des règles de sécurité
- Adaptation aux changements (outils numériques …)
- Polyvalence et flexibilité
- Capacité de communication

=> EFFICIENCE ET RENTABILITE

Impact des évolutions sur les marchés

- Exigences accrues des donneurs d'ordre en qualité et durabilité
- Augmentation des procédures qualité dans les entreprises
- Augmentation des labels et certifications (produits, process)
- besoin d'identification des compétences des opérateurs
- Intérêt grandissant pour les certifications de personnes
- Mise en place de procedures d'examens
- Mise en place de formations préparatoires

=> **Rôle du centre de compétence : centre de formation et examen**

Politique d'investissement

- Analyse des tendances du marché avec les partenaires du comité d'orientation

  Fédérations, clusters, centres de recherches, secteurs , donneurs d'ordre…

- Achats d'équipements programmés suivant période de Cofinancement Wallonie-Europe (FEDER)
  - Fonction de leur représentativité actuelle ou prévisible en entreprises
  - Fonction de leur niveau d'utilisation par des opérateurs
  - Fonction du besoin de formation des opérateurs
- Appui à l'expérimentation en pré-industrialisation (collaboration avec centres de recherches et entreprises)

Formations proposées par PIGMENTS

- Formations pour demandeurs d'emploi
  - Formation « métier » en peinture industrielle
  - Modules de base en galvanoplastie
  - CECAF : Epreuves de **CE**rtification des **C**ompétences **A**cquises en **F**ormation
  - Modules de spécialisation suivant compétences acquises
- Formation pour travailleurs :
  - Modules spécifiques adaptés aux besoins
  - Modules préparatoires aux certifications
  - Anticorrosion et efficacité en atelier pour encadrants
- Formation pour l'enseignement :
  - À la carte (sur supports métalliques, bois et composites)
  - Galvanoplastie et traitement des effluents

NB Un site de formation complémentaire à Liège depuis 2017

Certification des opérateurs en peinture industrielle

- Actuellement, Certifications par le BCCA (Belgian Construction Certification Association)
- 4 Compétences disponibles pour l'opérateur
  - Base : dérouillage/application manuelle primaire époxy
  - Sablage/grenaillage
  - Pistolage (Haute pression)
  - Métallisation à la flamme
- Accessibles aux travailleurs des entreprises de la CP 124 et autres CP par extension (Cout du certificat imputé à l'entreprise)
- Validité de 5 ans (renouvelable par examen complémentaire)
- PIGMENTS est centre d'examen et de formation préparatoire en Fédération Wallonie-Bruxelles

Validation des compétences

- Certifications par le CVDC (Consortium de Validation des Compétences – Fédération Wallonie-Bruxelles)
- 6 Compétences disponibles (pas de limite de validité)
  - Base : dérouillage/application manuelle primaire époxy
  - Sablage/grenaillage
  - Pistolage pneumatique
  - Pistolage haute pression
  - Métallisation à la flamme
  - Thermo laquage
- Accessibles gratuitement aux travailleurs occupés et aux demandeurs d'emploi (cofinancement européen)
- PIGMENTS est centre d'examen et de formation préparatoire

MERCI DE VOTRE ATTENTION

Des questions ?

Quai du Pont Canal 5 7110 STREPY-BRACQUEGNIES

Tél: 064 31 20 50 Fax: 064 31 20 85

www.formation-pigments.be

Hilda.deboeck@forem.be

Interreg
France-Wallonie-Vlaanderen
UNION EUROPÉENNE
EUROPESE UNIE

TECH2FAB

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

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

Journée thématique du 08/11/2018

CRIBC member of EMRA

UVHC UNIVERSITE DE VALENCIENNES ET DU HAINAUT - CAMBRESIS

MateriaNova MATERIALS R&D CENTRE

CRITT Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

matikem DE L'IDÉE AU MARCHÉ

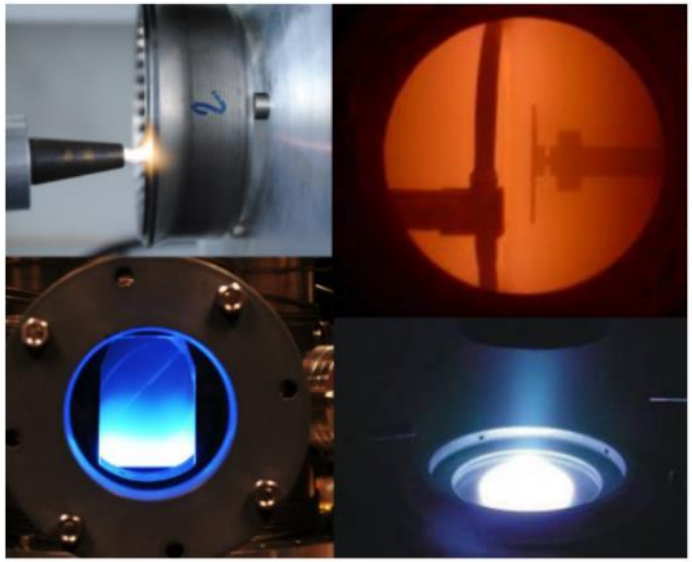
POM Provinciale Ontwikkelingsmaatschappij Oost-Vlaanderen

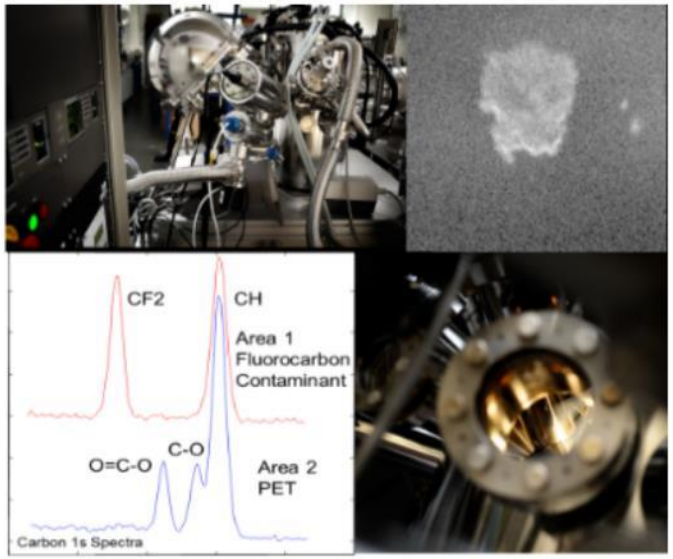
Grand Est ALSACE CHAMPAGNE-ARDENNE LORRAINE

ARDENNES Conseil Départemental

Wallonie

Unité de Démonstration 1
Traitement de surfaces par voie sèche

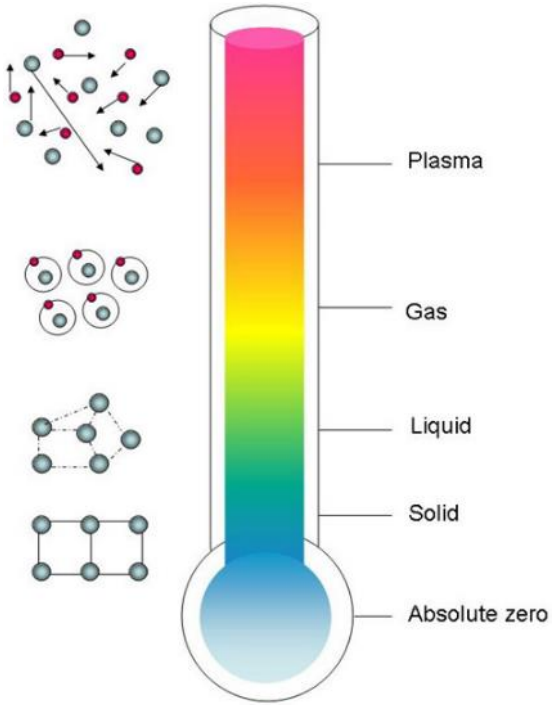


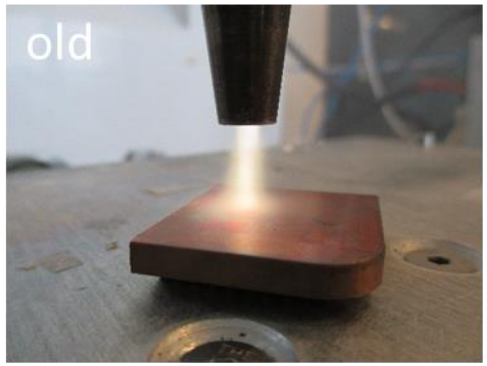


- ✓ Plasma atmosphérique
- ✓ Plasma sous vide
- ✓ Implantation ionique

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

Nettoyage de surface par plasma : principe

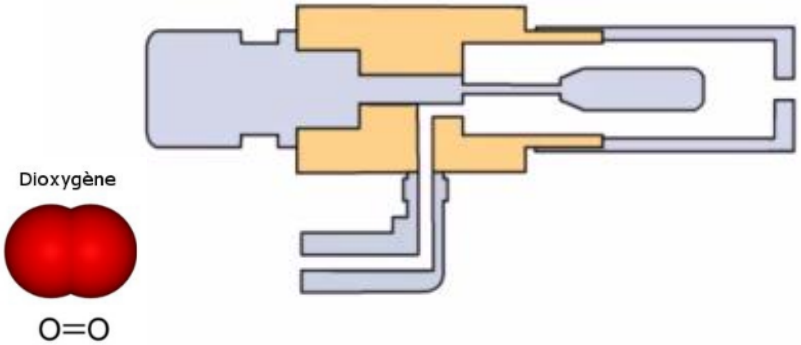


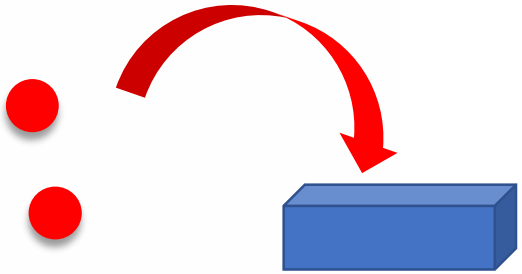


Cleaning
Activation /Grafting

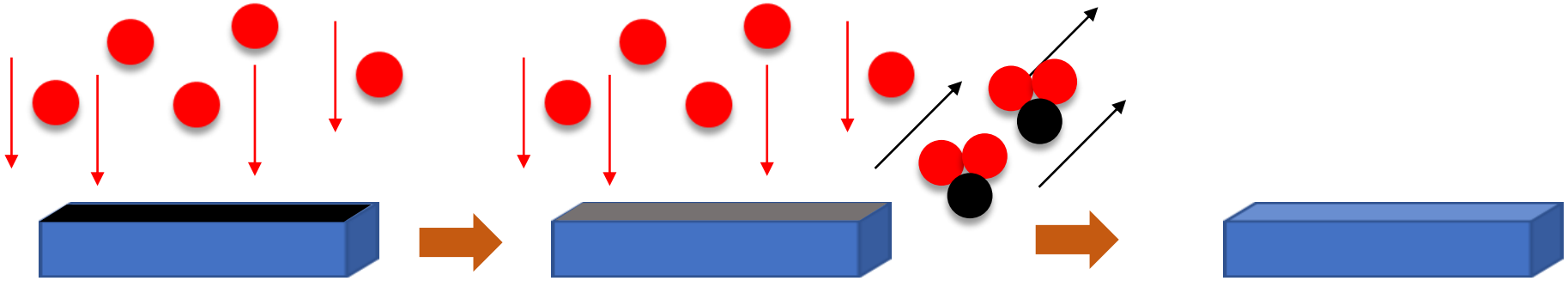
6 bar
60 slm
700 W

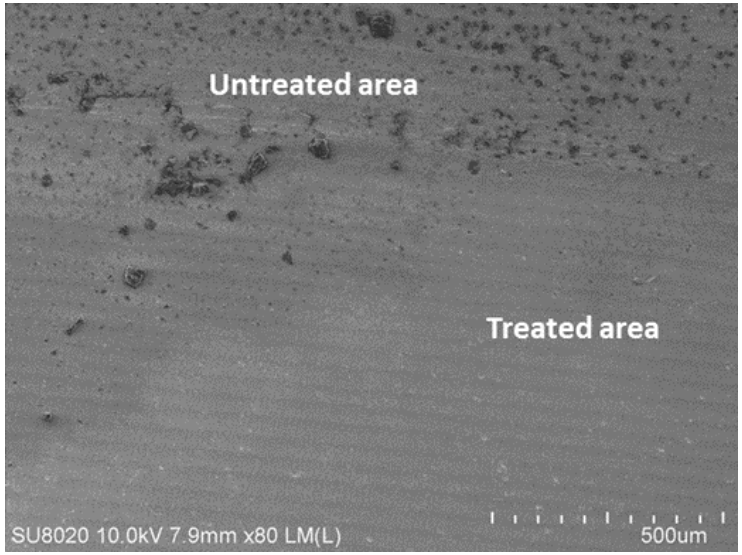
- Dissociation de l'oxygène de l'air
- Création de radicaux oxygènes
- Utilisations des radicaux pour nettoyer la surface





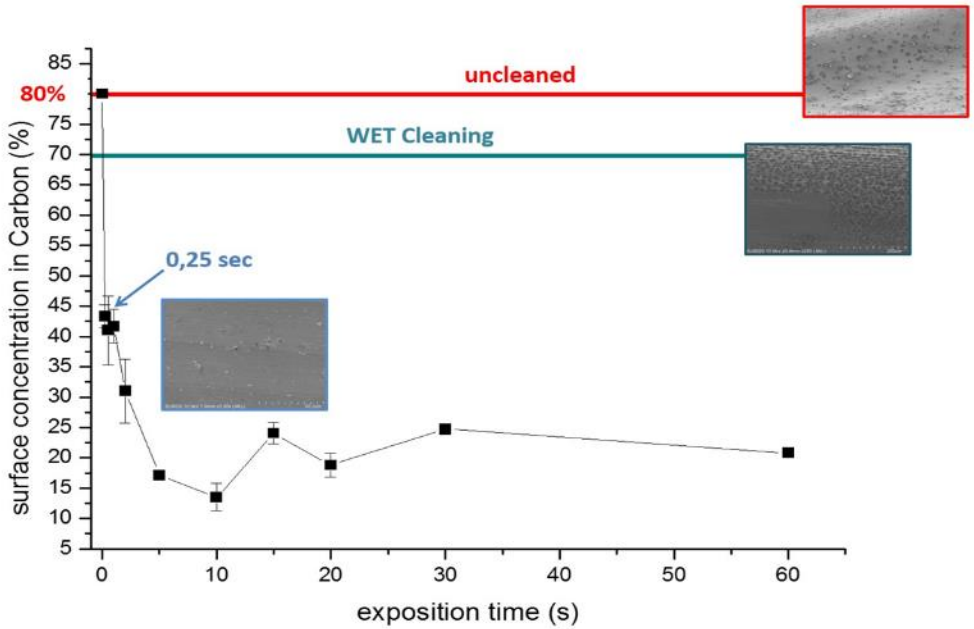
Nettoyage de surface par plasma : mécanisme





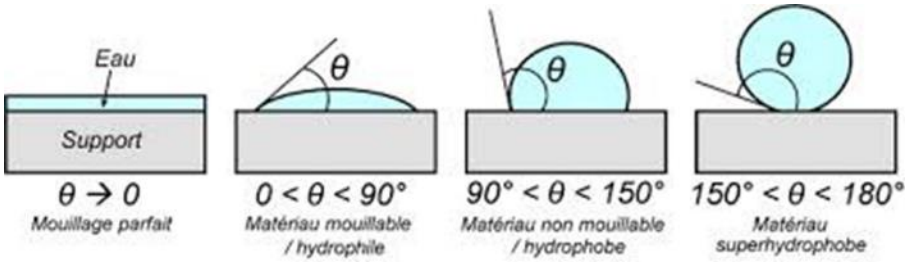
- Bombardement de la surface par radicaux oxygène
- Réaction entre oxygène et carbone
- Formation d'espèce volatile (CO, CO_2)
- Désorption des espèces depuis la surface

Nettoyage de surface par plasma : effet

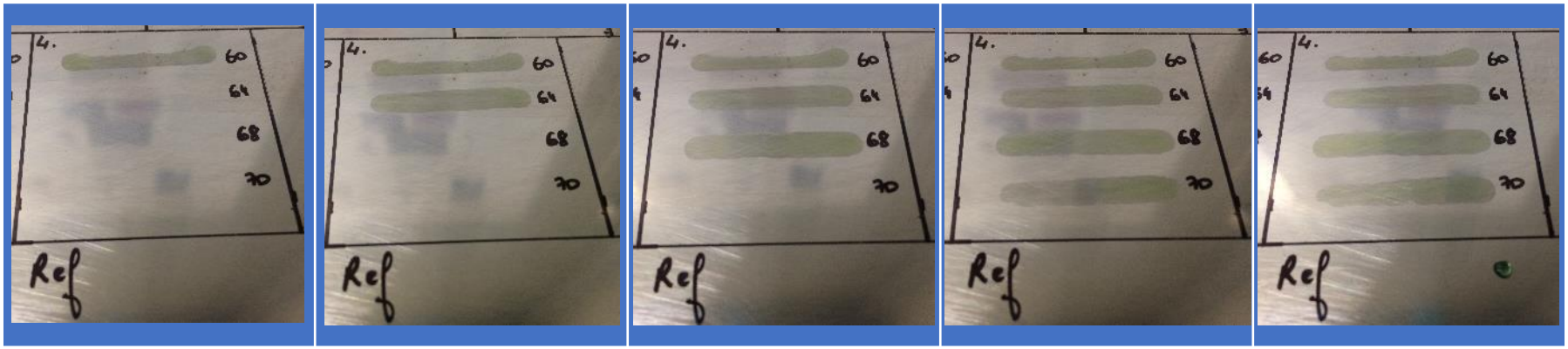


- Procédé rapide
- Pas de solvant utilisé
- Procédé à sec
- Utilisation exclusivement d'air
- contrôle taux de carbone en surface

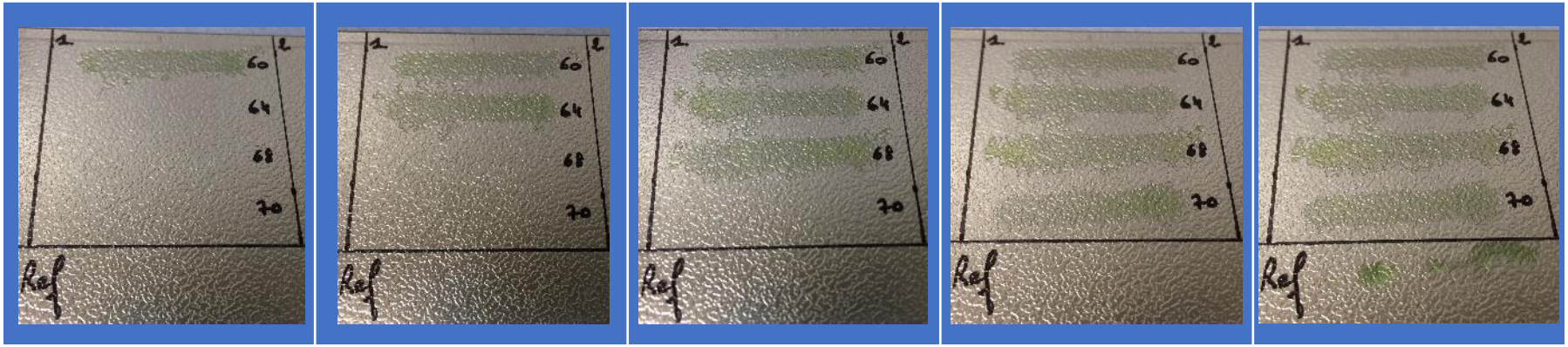
Possibilité de contrôler l'énergie de surface



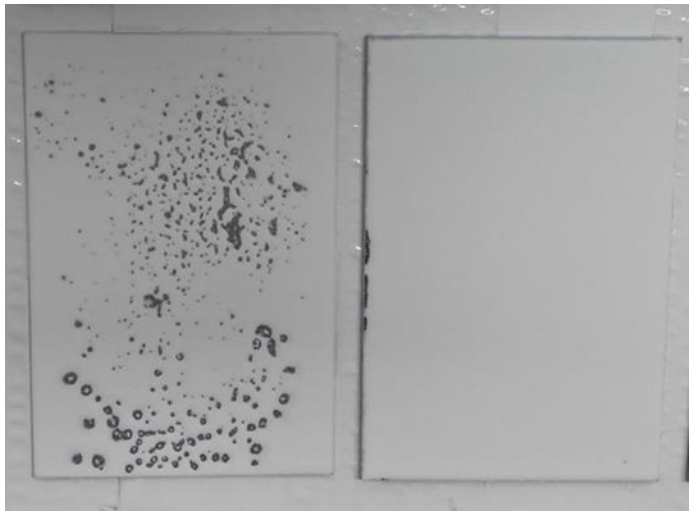
Nettoyage de surface par plasma : énergie de surface



Ink (Plasmatreat)
mN/m



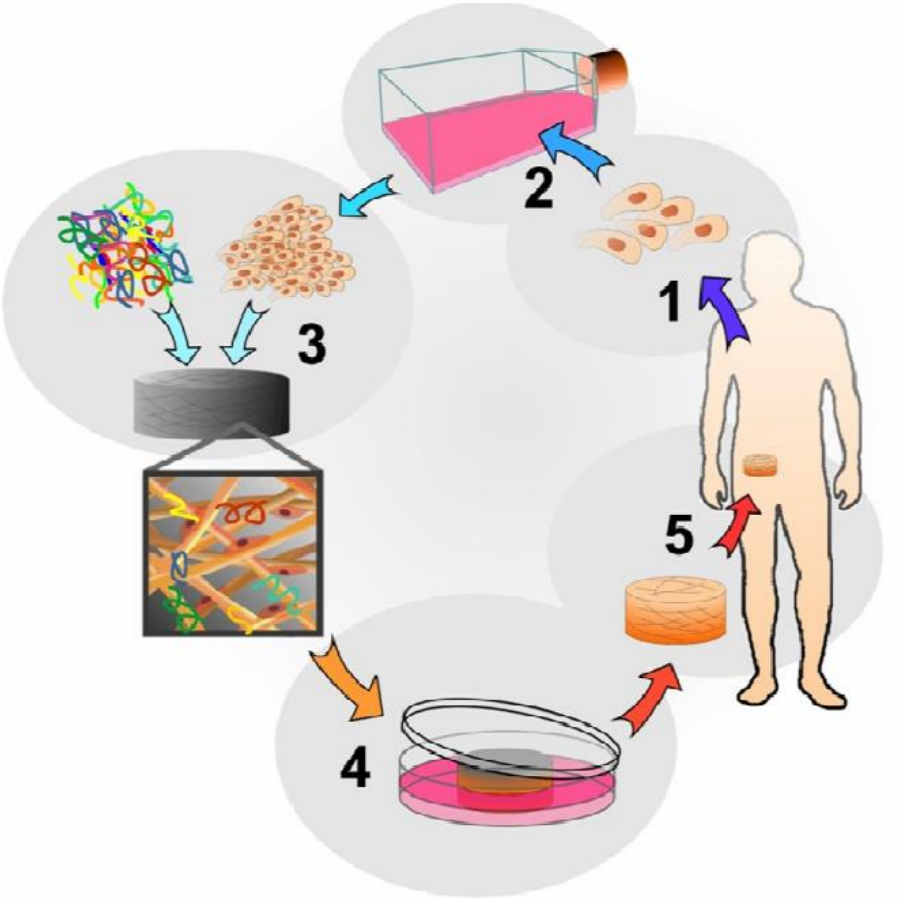
Nettoyage de surface par plasma : chimie de surface



- Nettoyage facilitant l'étalement
- Greffage de fonctions chimiques
- Amélioration de l'adhérence par création de liens covalents

TEXTOS :
Développement d'une matrice bifonctionnelle pour la régénération tissulaire

Régénération tissulaire



(1) les cellules sont extraites du patient,

(2) amplifiées in vitro,

(3) déposées sur une matrice tridimensionnelle fonctionnelle

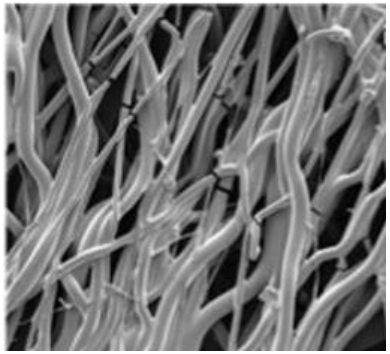
(4) Mise en culture et maturation

(5) Réimplantation chez le patient

Consortium

Elaboration d'une Matrice tridimensionnelle fonctionnelle

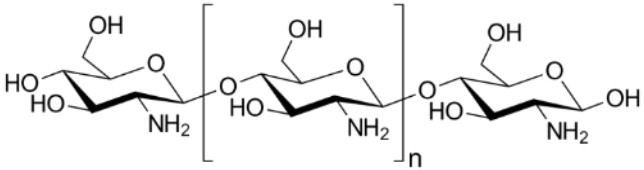
Mis au point des fils de PLGA (poly(lactic-co-glycolic acid))



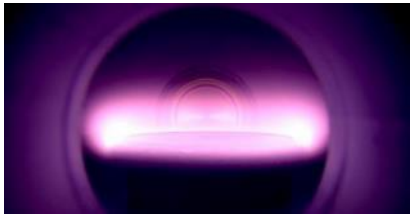
Biocompatible
Biodégradable
Médical

Le Service de Matériaux Polymères et Composites (*SMPC*)

Fonctionnalisation avec du chitosan



Biopolymère
Bioactivité de surface
Antimicrobien



Plasma atmosphérique

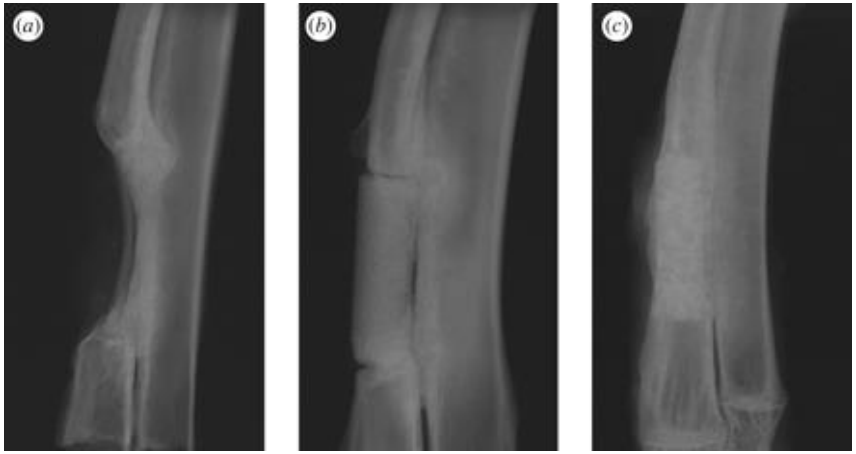
Consortium

Elaboration d'une Matrice tridimensionnelle fonctionnelle

Tricotage d'une matrice textile 3D

Propriétés :
Structurales
Mécaniques

Reconstruction osseuse



Hideki Yoshikawa et al. J. R. Soc. Interface 2008;rsif.2008.0425.focus

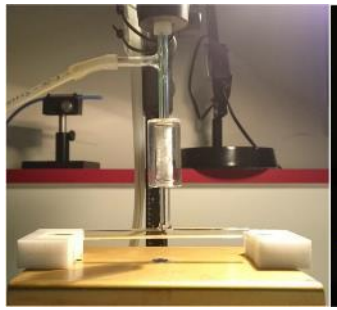
Potentiel ostéo-régénérateur
Biocompatibilité des polymères

Biomatériaux et inflammation en site osseux (BIOS)

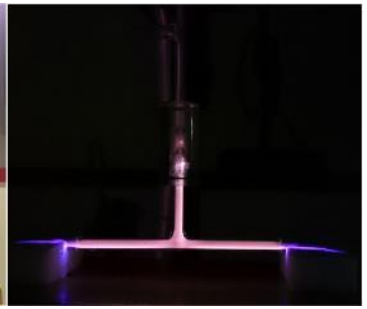
Fonctionnalisation du polymère

Procédé plasma et fonctionnalisation

Générateur



Tube en T

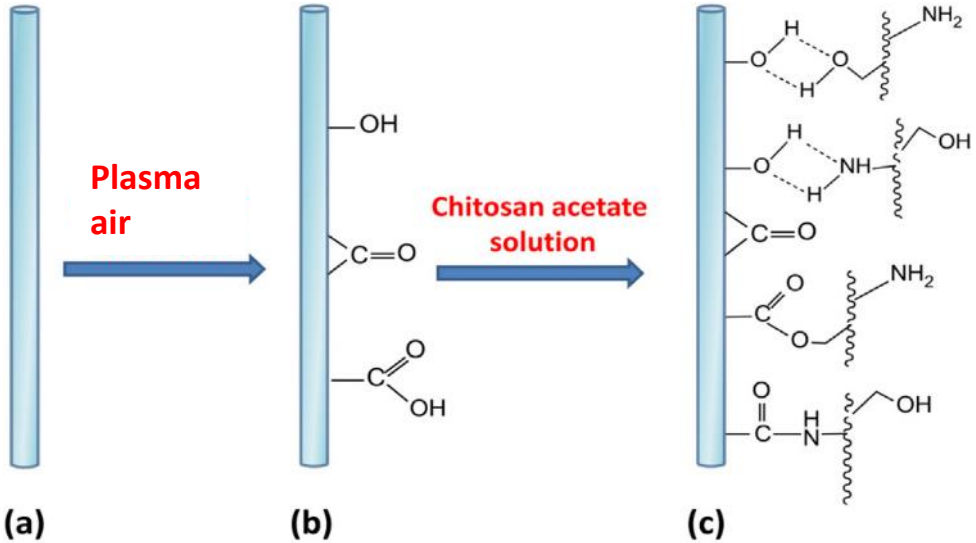


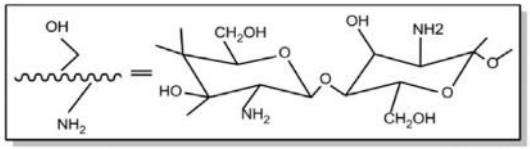
Gaz: He + air (N_2+ O_2)

↓ Température amb

↓ Espèces réactives

Mécanismes possibles du revêtement du chitosan sur les fibres :



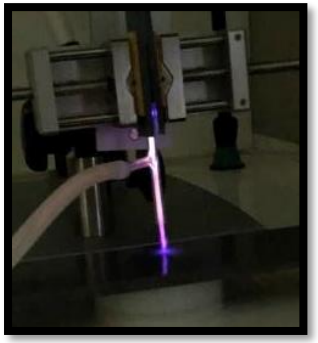


Y. Ren, et al., Influence of DBD plasma pretreatment on the deposition of chitosan onto UHMWPE fiber surfaces for improvement of adhesion and dyeing properties, Appl. Surf. Sci. (2016)

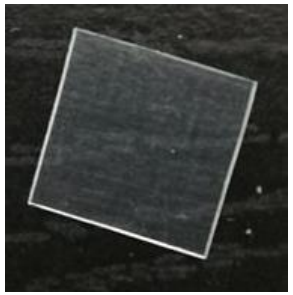
Mouillabilité du polymère

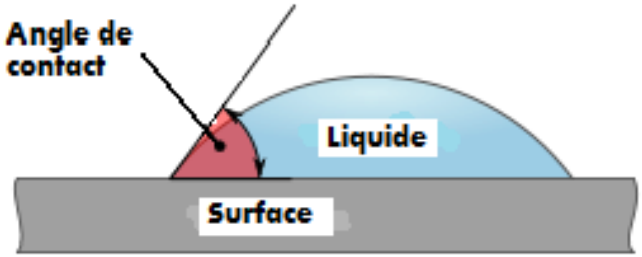
Après traitement plasma :

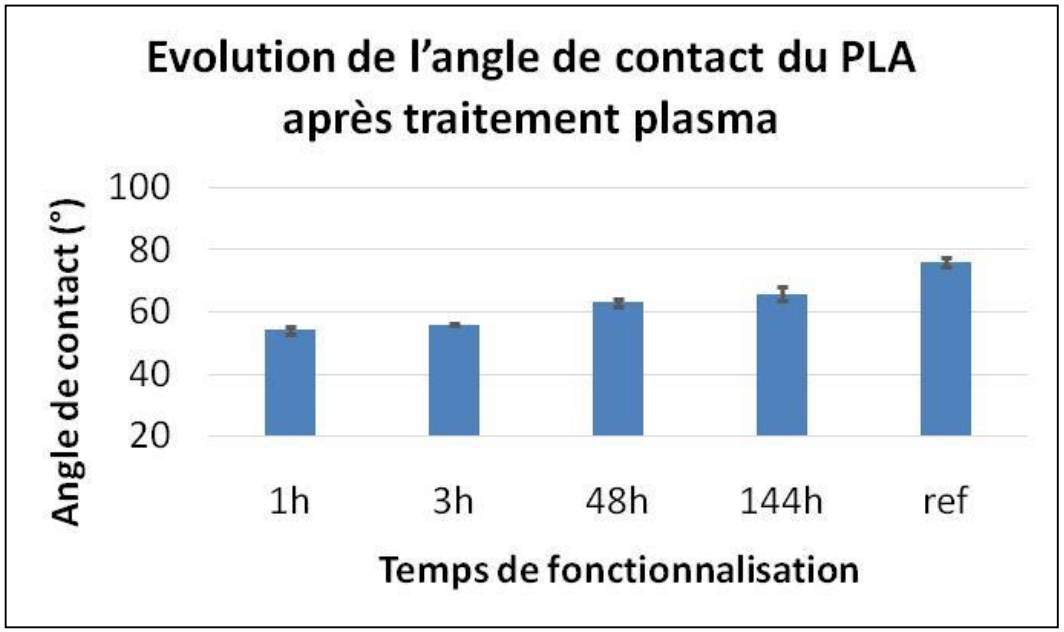
- Diminution de l'angle de contact (30°)
- L'angle de contact revient à sa valeur d'origine après environ une semaine



Plaque PLA

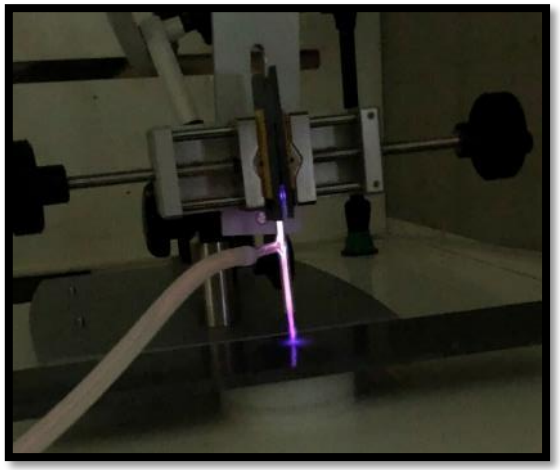




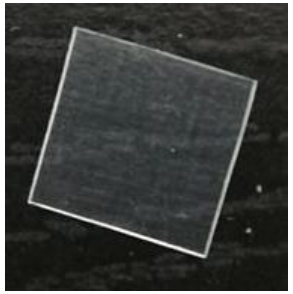


Cohésion polymère / chitosan

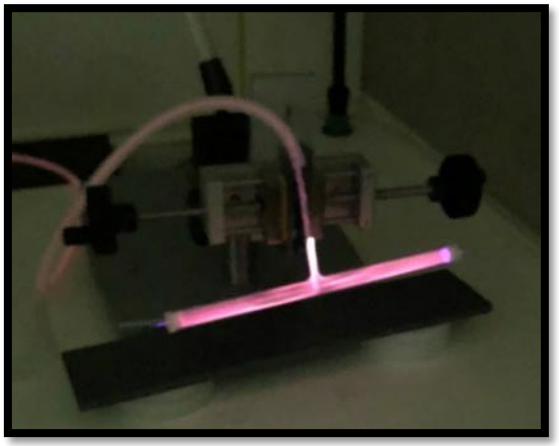
Torche classique



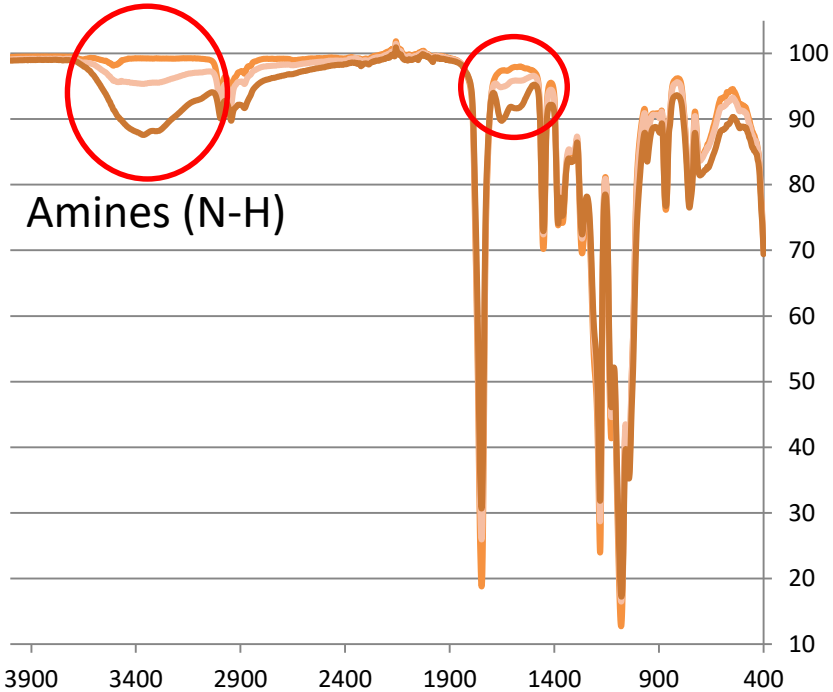
Plaque PLA

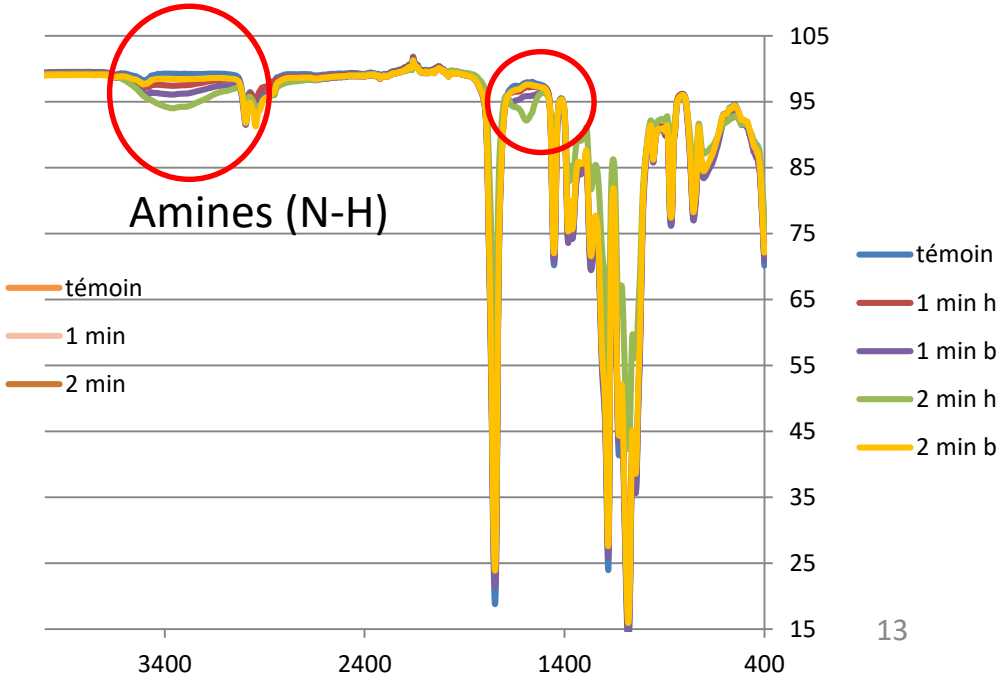


Torche tubulaire

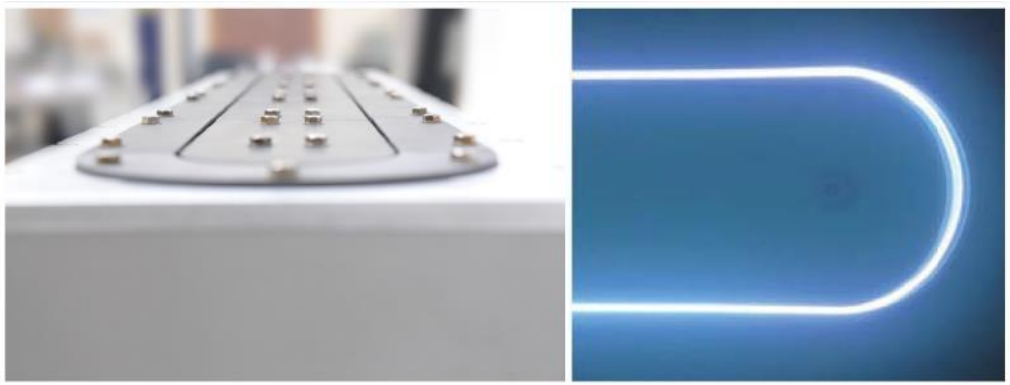


Spectres Infrarouge





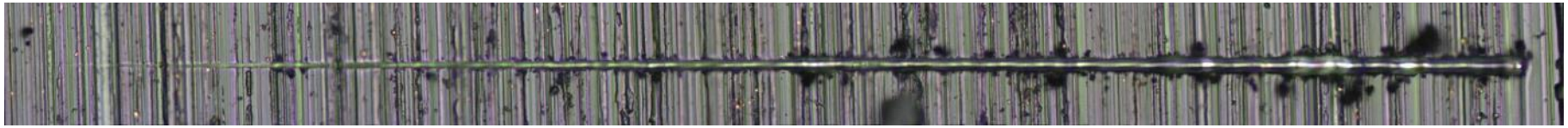
Préparation de surface avant traitement sous-vide

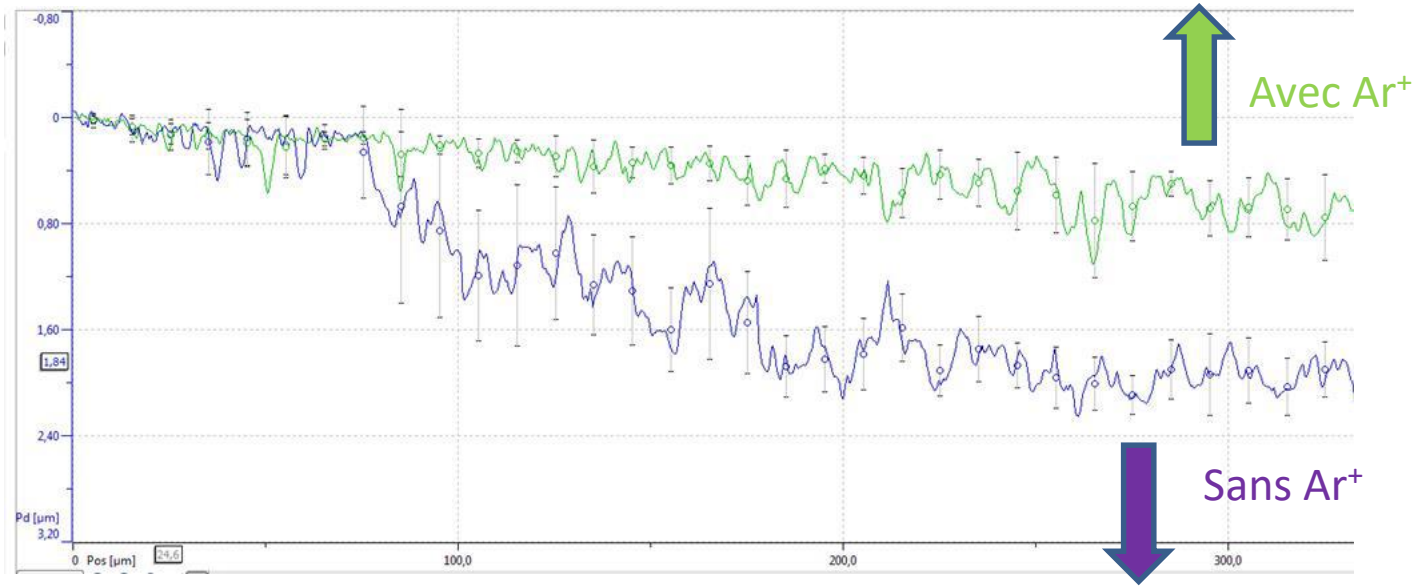


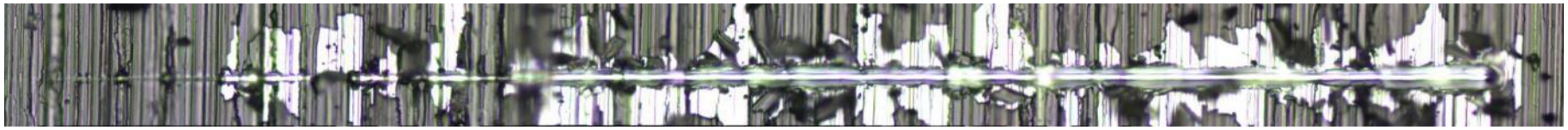
- Source d'ions basse énergie (2 kV)
- Bombardement de la surface
- Gravure de la surface
- Modification chimique et physique du substrat

Adhérence des dépôts par scratch test

Dépôt Ti:CH 5% avec et sans préparation de surface in-situ par Ar^+ :





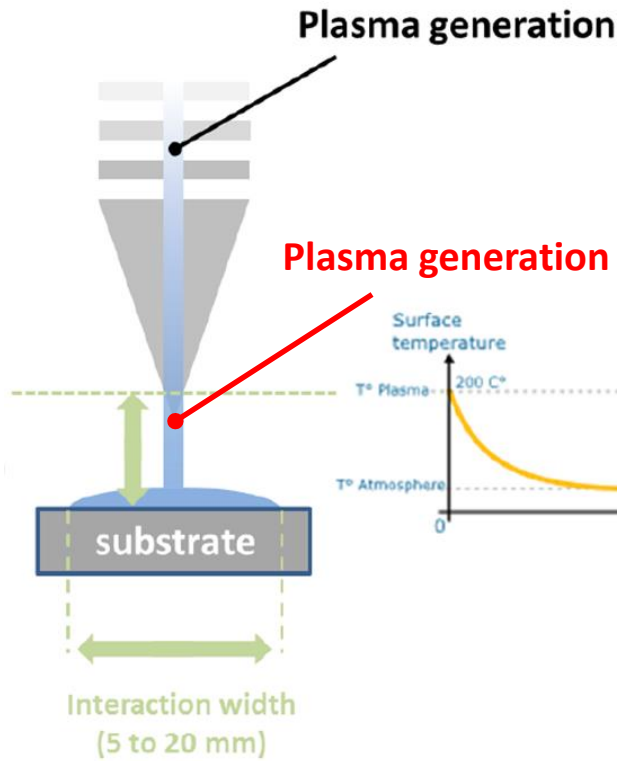


=> Importance de la préparation de surface

Préparation de surface par bombardement d'ion à la PA

Cleaning
Activation /Grafting
Etching
Cutting
Deposition

1bar
1 slm
150 W



PTFE surface

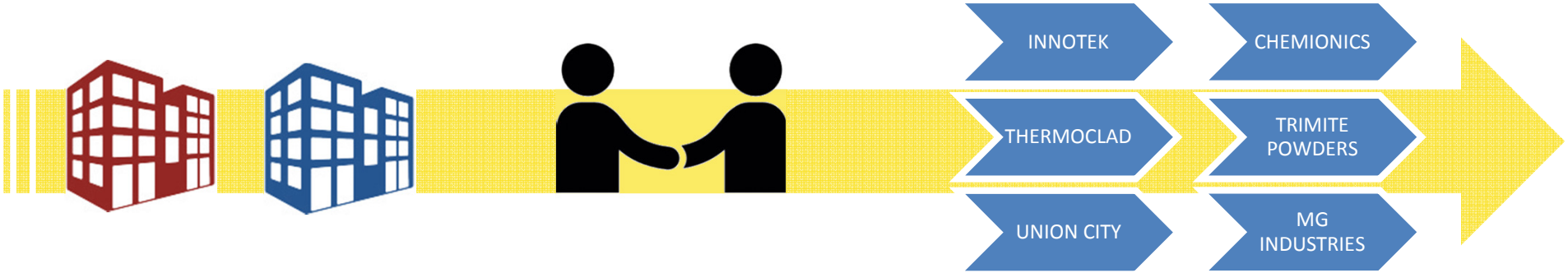
! En démonstration !

Merci pour votre attention

LE GROUPE PROTECH-OXYPLAST

HISTOIRE

1964	1977	2004	2012 - …
DÉBUT OXYPLAST	DÉBUT PROTECH	**PROTECH + OXYPLAST!**	PROTECH-OXYPLAST GROUP ACQUISITIONS



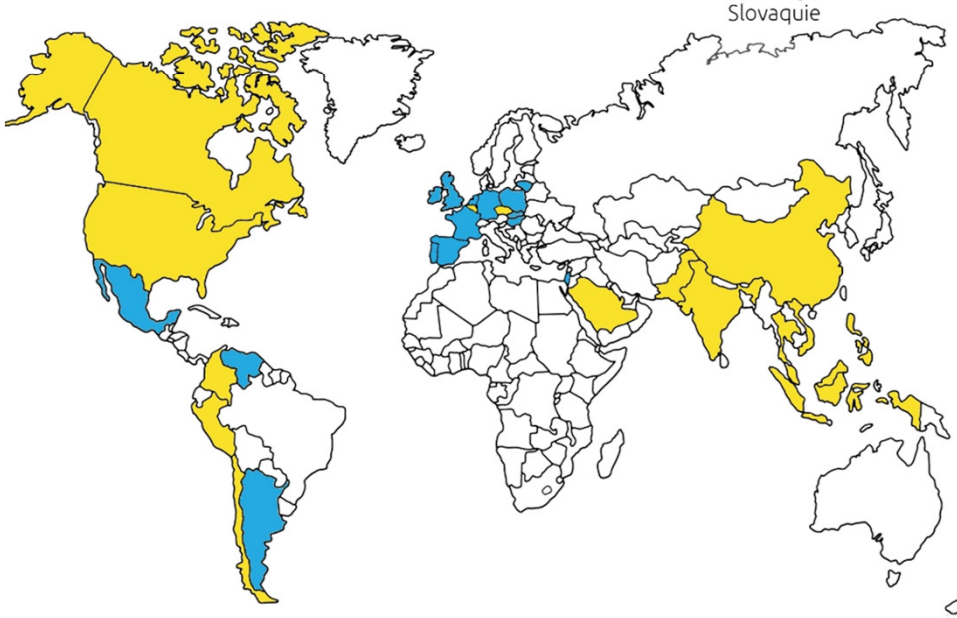
NOTRE RÉSEAU MONDIAL

RÉSEAU MANUFACTURIER & VENTES

Amérique	Europe/ Moyen-Orient/ Afrique	Asie/ États du Pacifique
Canada	Belgique	Chine
États-Unis	République Tchèque	Indonésie
Chili	Arabie Saoudite	Malaisie
Colombie		Pakistan
Pérou		Philippines
		Singapour
		Thaïlande
		Vietnam

RÉSEAU DE DISTRIBUTION

Amérique	Europe/ Moyen-Orient/ Afrique
Argentine	Grande-Bretagne
Mexique	Hongrie
Venezuela	Irlande
	Israël
	Lituanie
	Pologne
	France
	Espagne
	Portugal
	Pays-Bas
	Allemagne
	Slovaquie



LE GROUPE PROTECH-OXYPLAST EN CHIFFRES

650 produits de STOCK
disponibles dans **24 heures**

USINES:

2 # CANADA
6 # ETATS-UNIS
2 # EUROPE

10 # SOCIÉTÉS DE PRODUCTION

+

RÉSEAU MONDIAL DE TITULAIRES DE LICENCES

Usine AUTOMOBILE
qui opérait selon la norme
ISO TS 16949

Usines spécifiquement pour **REVÊTEMENTS THERMOPLASTIQUES**

2 **CENTRES R&D:**

- **MONTRÉAL** (Canada)
- **GAND** (Belgique)

Produits PAR AN:
40.000 TONNES DANS L'ENSEMBLE
7.000 tonnes en Europe

Chaque année nous produisons **3.000 à 4.000 FORMULATIONS thermoset dans chaque usine** de notre réseau manufacturier.

26 gammes de PRODUITS SPÉCIFIQUES, disponibles rapidement (durcissement UV, fluorpolymères, propriétés antimicrobiennes...)

NOS SITES EN EUROPE

SITE DE PRODUCTION – GAND (BELGIQUE)

Revêtements en peinture poudre innovants

1) Ag-Kote: peinture en poudre multi-métal.

2) Thermolam: application sur MDF.

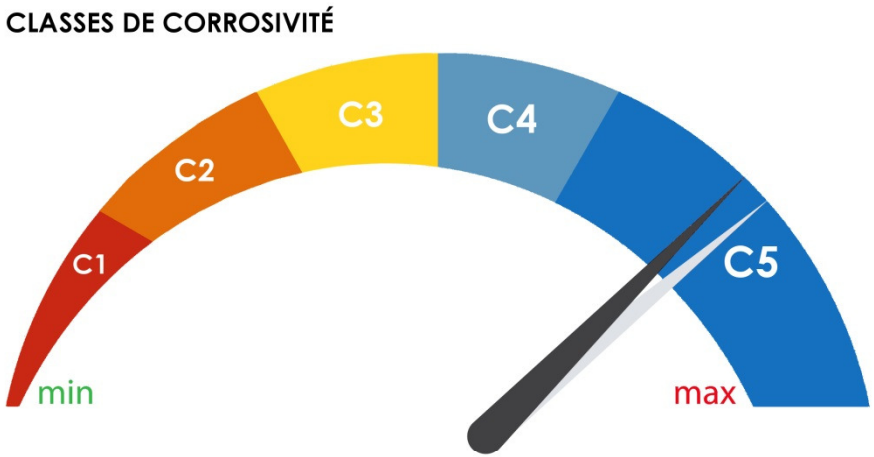
3) HD-Coat: peinture en poudre haute performance + dry-on-dry.

4) EF-Series: époxydes fonctionnels sur verre.

5) Anti-Slip: anti-glissante en finition lisse et sablé.

1) Ag-Kote: peinture en poudre multi-métal.

1) Ag-Kote: peinture en poudre multi-métal.



CLASSES DE CORROSIVITÉ	EXEMPLES DES MODALITÉS AMBIANTES DANS UN CLIMAT TEMPÉRÉ	
	INTÉRIEUR	EXTÉRIEUR
C1	Bâtiments chauffés à atmosphère propre > bureaux, magasins, écoles, hôtels, etc.	/
C2	Bâtiments non chauffés où de la condensation peut se produire. > entrepôts, salles de sport, etc..	Atmosphères avec un faible niveau de pollution. Surtout zones rurales.
C3	Unités de production avec humidité élevée et air pollué. > usines agroalimentaires, blanchisseries, brasseries, laiteries, etc.	Atmosphères urbaines et industrielles. Pollution modérée en SO^2. Zones côtières avec faible salinité.
C4	Usines chimiques, piscines, chantiers navals côtiers,....	Zones industrielles et zones côtières avec salinité modérée.
C5-I (industriel)	Bâtiments ou zones avec une condensation permanente et avec une pollution élevée.	Zones industrielles avec une humidité élevée et une atmosphère agressive.
C5-M (marine)	Bâtiments ou zones avec une condensation permanente et avec une pollution élevée.	Zones côtières et maritimes à salinité élevée Structures en haute mer (off shore).

1) Ag-Kote: peinture en poudre multi-métal.

LES SOLUTIONS MULTI-MÉTAL:
PRÉPARATION & TRAITEMENT DE SURFACE DE DIFFÉRENTS SUPPORTS

Pour garantir une bonne adhérence et une protection optimale contre la corrosion, un prétraitement adéquat doit être mis en œuvre. Le choix de cette préparation dépend de la nature du substrat, du type de subjectile à traiter, de son état général, de la durée de protection souhaitée et de la destination finale.

Le tableau ci-après est représentatif des préparations de surfaces pour les systèmes anti-corrosion homologués par QUALISTEELCOAT et QUALICOAT. *

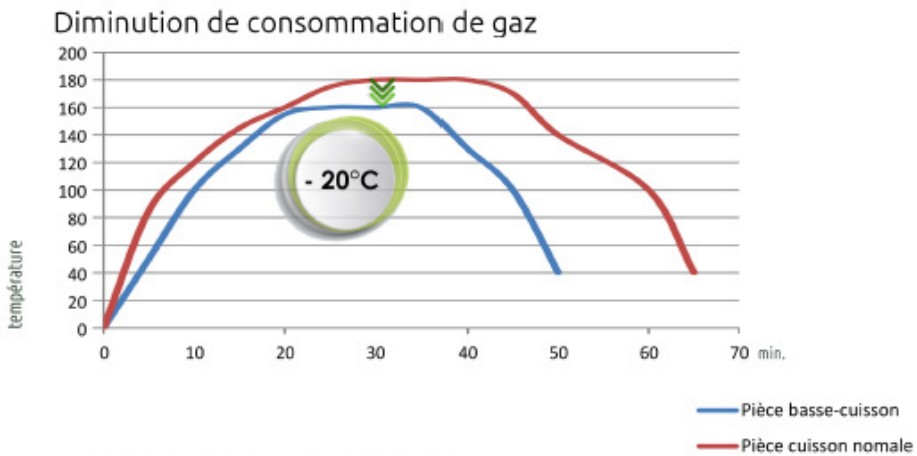
	ALUMINIUM	Chromatation (DIN 50939) ou prétraitement exempts de chrome.
	ACIER	
	Acier intérieur	Phosphatation au fer amorphe.
	Acier extérieur	
		sendzimir
	SZ2	Phosphatation selon NF P 24351 + passivation ou traitement alternatif suivant recommandations fournisseur.
		métallisation
	MS1	Grenaillage de l'acier revêtu de zinc selon ISO 8501. Sa3.
	MS2 - 100	Grenaillage de l'acier revêtu de zinc selon ISO 8501. Sa3. Métallisation 100µm.
		galvanisation
	HD1	Phosphatation selon NF P 24351 + passivation ou traitement alternatif suivant recommandations fournisseur ou grenaillage de l'acier revêtu de zinc selon NF 15773.
	HD2	Grenaillage de l'acier revêtu de zinc selon NF 15773.

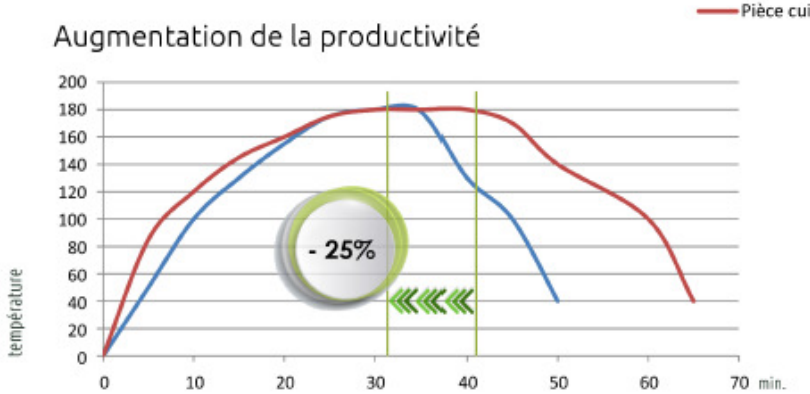
International Quality Label for Coated Steel

* Aux pages 6-7, vous trouverez un tableau sur les catégories de corrosivité accessibles avec nos produits.

1) Ag-Kote: peinture en poudre multi-métal.

AVANTAGES





1) Ag-Kote: peinture en poudre multi-métal.

CERTIFICATS DISPONIBLES | CERTIFICAT ISO

P-1030 PE40
P-1237 PE42 Sandtex
P-0081 PE50 TGIC-free
P-1258 PE52
P-1325 PE57

PE-0043 HD2 (cat. de corrosivité C5H)
PE-0058 MS2-100 (cat. de corrosivité C5M/C5I)
PE-0057 MS1-101 (cat. de corrosivité C4H)
PE-0042 HD1 (cat. de corrosivité C4H)
PE-0030 SZ2 (cat. de corrosivité C4)

Aluminium:

140f PE40
140c PE50

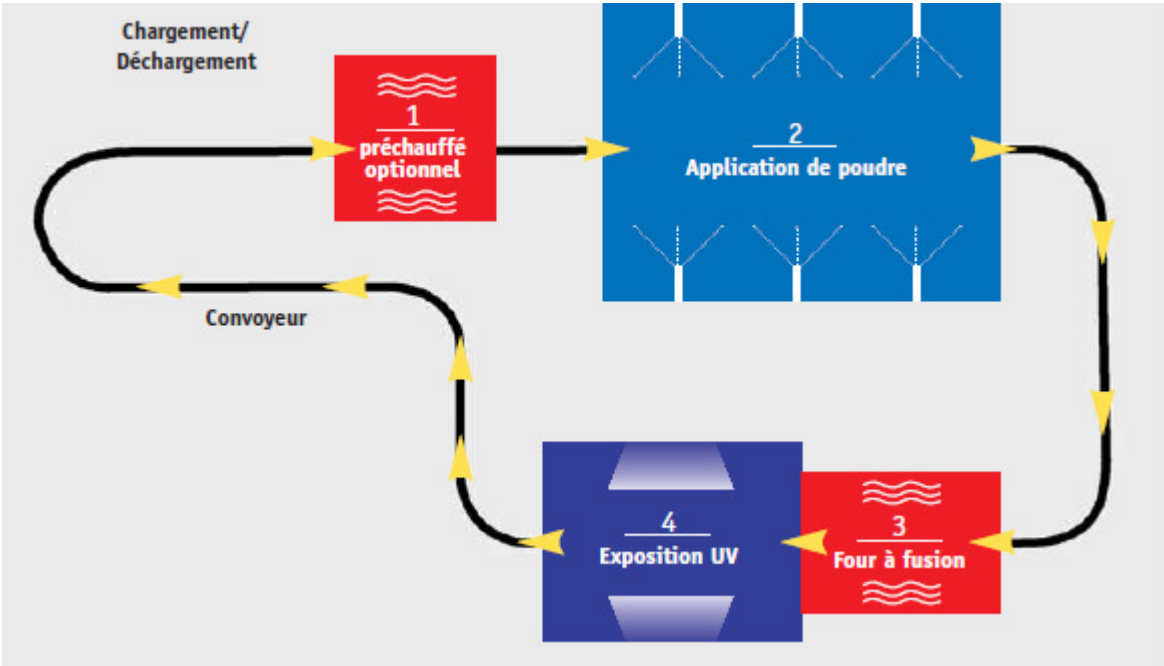
Acier:

914a PE40 / FE
914b PE40 + primer EF36
913a PE65 / FE

ISO 9001 : 2008

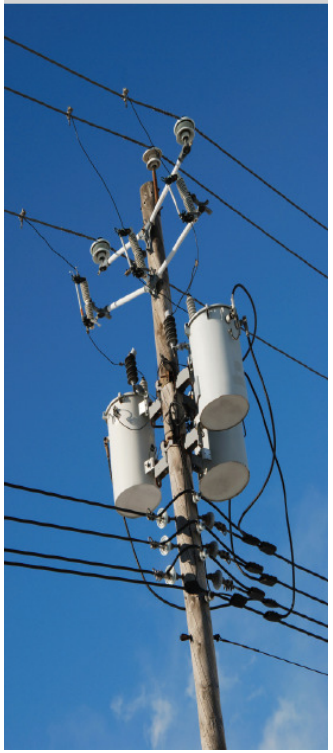
Durée de vie garantie selon les labels de qualité.

2) Thermolam: application sur MDF.



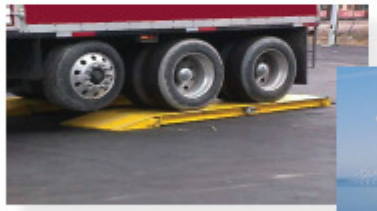
3) HD-Coat: peinture en poudre haute performance

Revêtements en poudre polyesters (HD) en une couche à résistance élevée à la corrosion



UTILISATIONS

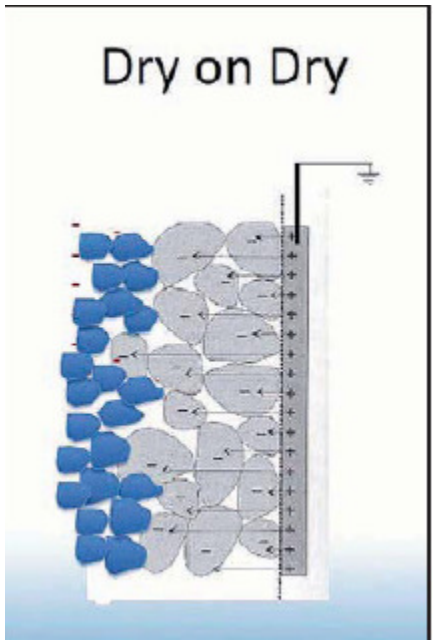
- Balances pour camions
- Transformateurs montés sur poteau ou sur socle
- Éoliennes et ventilateurs industriels
- Meubles d'extérieur
- Matériel agricole et autres équipements d'usage extérieur



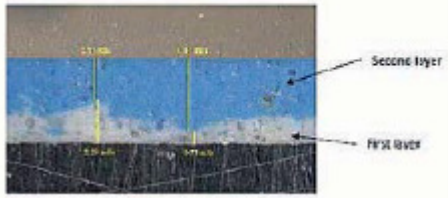
3) HD-Coat: peinture en poudre dry-on-dry

DEMO

Dry-on-Dry



Powder Dry on Dry "Dust on Dust"
- 2 Coat Application One Cure
  - Apply First Layer
  - Apply Second Layer
  - Cure First and Second Layer Concurrently

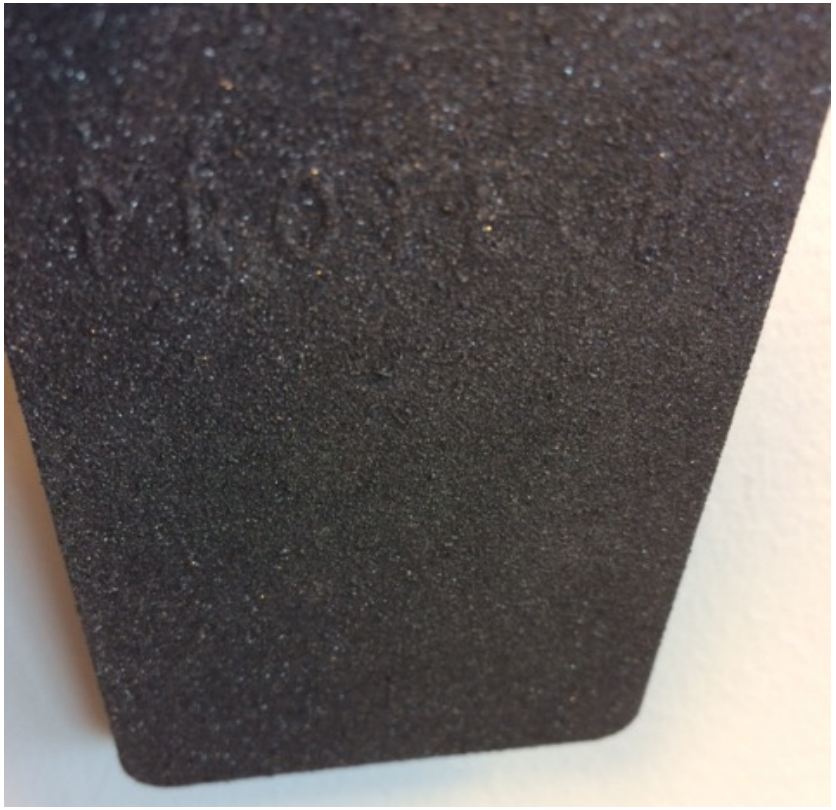


4) EF-Series: époxydes fonctionnels sur verre.

DEMO

4) EF-Series: époxydes fonctionnels sur verre.

5) Anti-Slip: anti-glissante en finition lisse et sablé.



5) Anti-Slip: anti-glissante en finition lisse et sablé.

Testresultaten:

Maximale hellingshoek in graden:	
Testloper 1	Testloper 2
29.7 28.8 29.1	30.4 30.0 30.1
Gemiddelde 29.2	30.2
Gemiddelde maximale hellingshoek: Klasse beoordeling DIN 51130:	29.7 (29 volgens CEN/TS 16165) R12

Beoordelingstabel slipweerstands-eigenschappen DIN 51130:

Gemiddelde hellingshoek	Slipweerstandsklasse
6° tot 10°	R9
meer dan 10° tot 19°	R10
meer dan 19° tot 27°	R11
meer dan 27° tot 35°	R12
meer dan 35°	R13

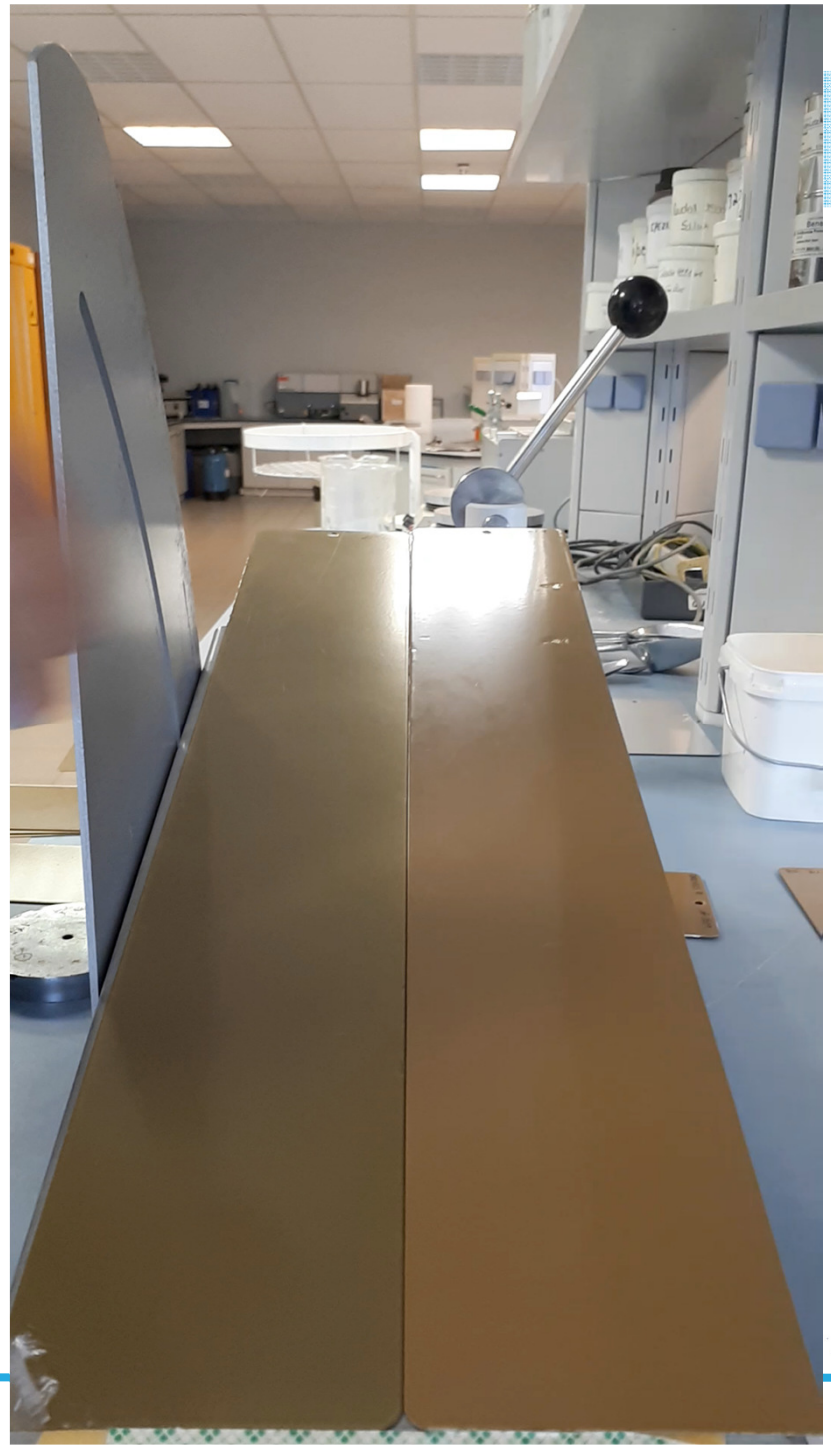
5) Anti-Slip: finition lisse.

Différence

peinture polyester lisse normal

et

peinture poudre lisse anti-glissante



Revêtements en peinture poudre innovants

z-series™

SUPER DURABLE Powder Coatings

Revêtements en peinture poudre innovants

sol-ar

ARCHITECTURAL
FLUOROPOLYMER Powder Coatings

Revêtements en peinture poudre innovants

clonecoat™

IN MOLD Powder Coatings

Revêtements en peinture poudre innovants

Revêtements en peinture poudre innovants

heliocoat®

HEAT-RESISTANT Powder Coatings

Revêtements en peinture poudre innovants

perma slip®

LOW-FRICTION Powder Coatings

Revêtements en peinture poudre innovants

sterilcoat AM™

ANTIMICROBIAL Powder Coatings

Revêtements en peinture poudre innovants

Velvacoat

SOFT TOUCH Powder Coatings

Revêtements en peinture poudre innovants

PROTECH

OXYPLAST

CONTACT: +32 9 326 79 20
info@oxyplast.be

SITE WEB: www.protechpowder.com

MÉDIAS SOCIAUX:

PARTNERS IN POWDER

enovasense
BEHIND THE INVISIBLE

LE CONTRÔLE DES REVÊTEMENTS
NOUVELLE GÉNÉRATION

SANS CONTACT

NON DESTRUCTIF

TEMPS RÉEL

COMPACT

CONTRÔLER SOUS LA SURFACE DES PIECES PRODUITES
DANS LE FLUX DE PRODUCTION

Mesure d'épaisseur des revêtements ou traitements de surface
Détection de présence de revêtement ou traitement de surface

Mesure d'épaisseur de matériau fin

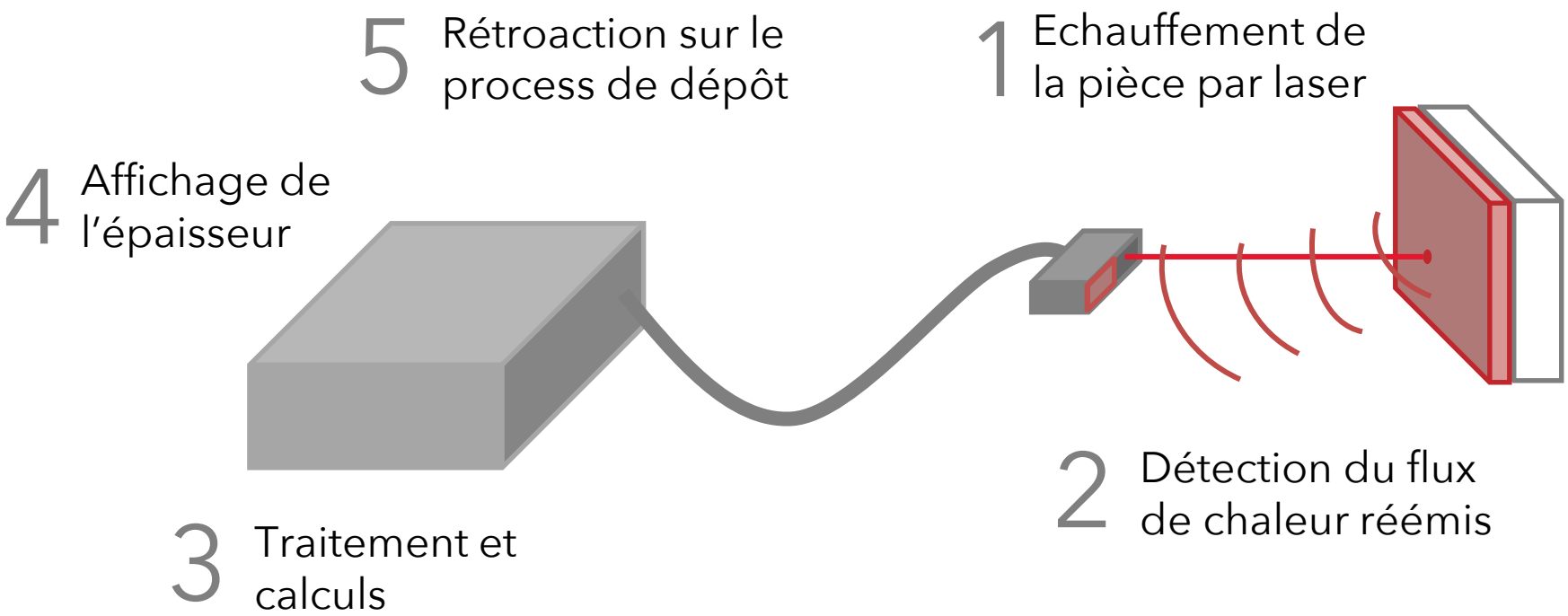
Détection d'un défaut de composition en surface

Détection de porosités non débouchantes

Détection de problème d'adhérence d'un revêtement

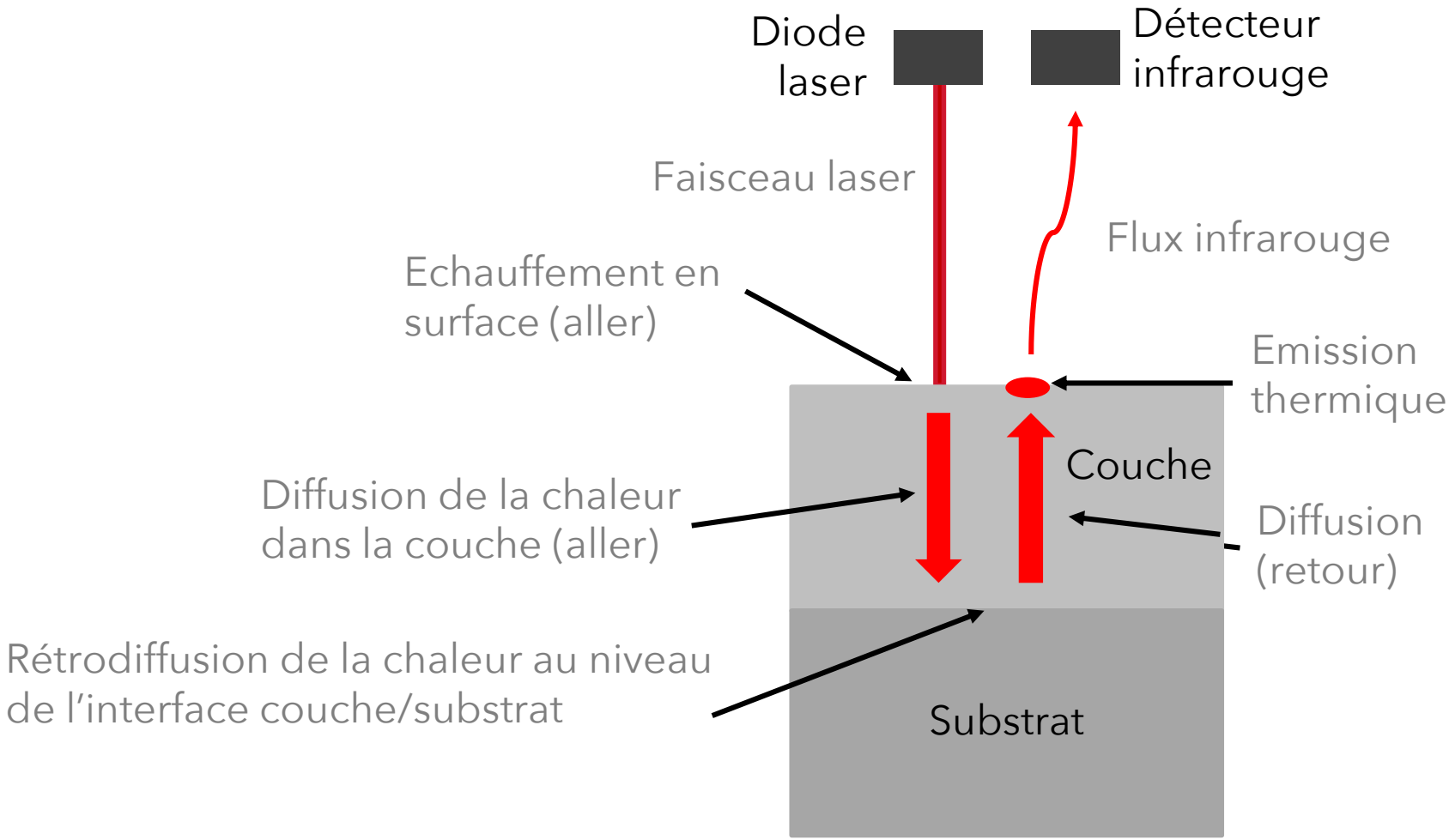
UNE TECHNOLOGIE INNOVANTE ET BREVETEE

LA RADIOMETRIE PHOTOTHERMIQUE LASER



Une solution unique pour intégrer la mesure d'épaisseur en ligne de production

PRINCIPE PHYSIQUE



Le retard généré par la diffusion de la chaleur dans la couche est lié à **l'épaisseur** et **aux propriétés thermophysiques** de la couche et du substrat.

POURQUOI ENOVASENSE ?
SIMPLE, COMPACT, LEGER

La tête de mesure
la plus

compacte
légère
plug-and-play

pour la mesure d'épaisseur sans contact en ligne de production

POURQUOI ENOVASENSE ?
VERSATILE

Disponible pour

tous types de revêtements

sur tous types de substrats

Enovasense

Terahertz

Uniquement sur revêtements transparents aux Terahertz pas trop fins

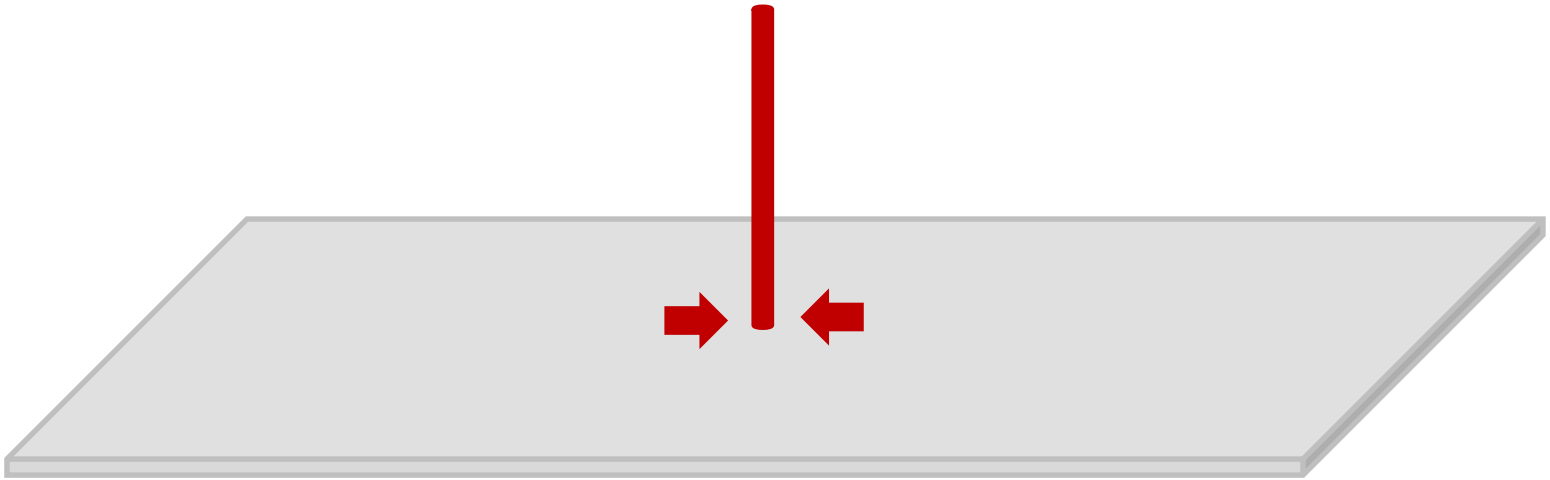
Fluorescence X

Uniquement sur revêtements métalliques ou semi-conducteurs pas trop épais

Courants de Foucault et magnétique

Uniquement sur substrats conducteurs ou ferreux

POURQUOI ENOVASENSE ?
RESOLUTION SUB-MILIMETRIQUE

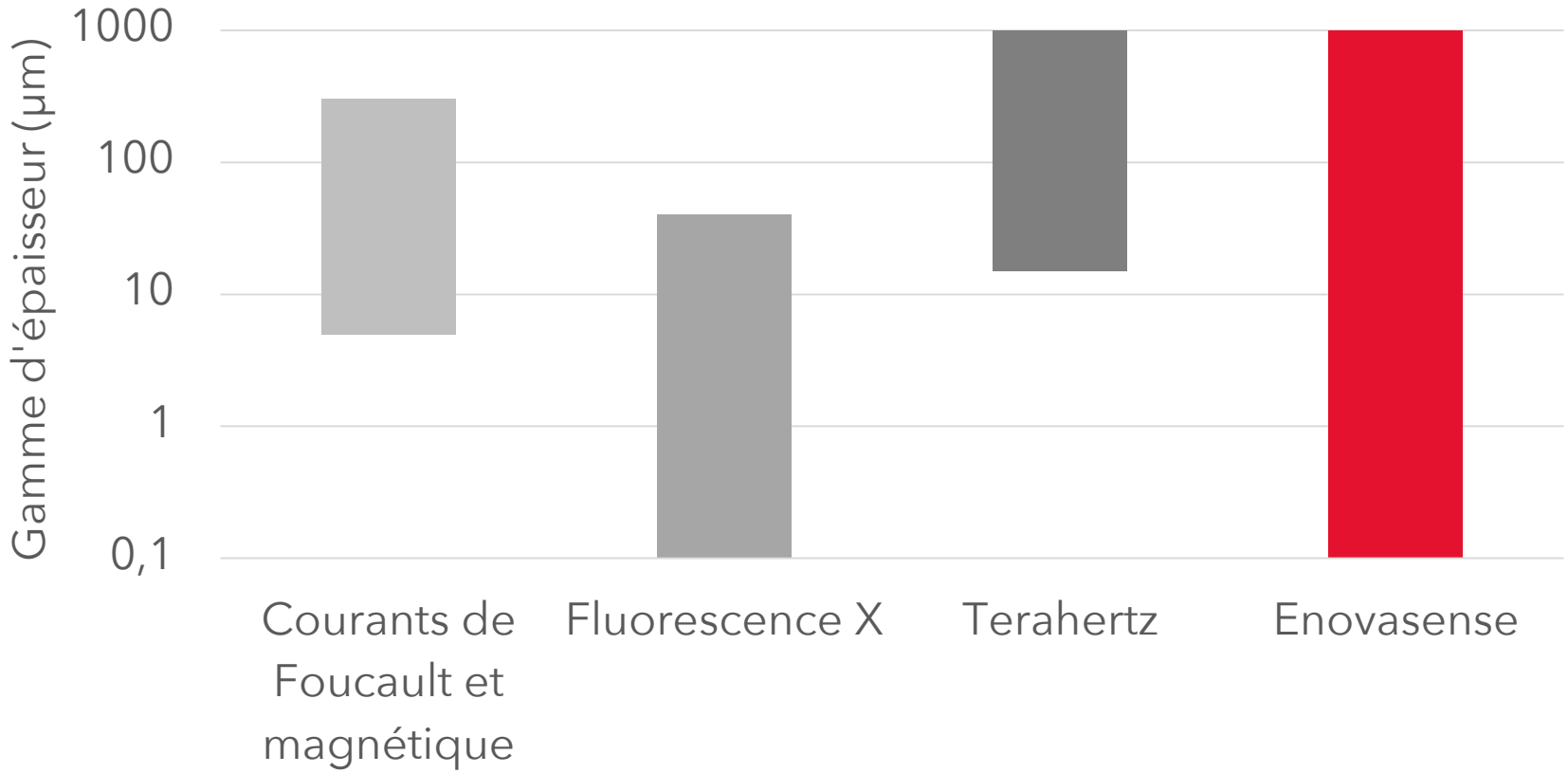


Une résolution spatiale exceptionnelle avec une taille de spot pouvant descendre jusqu'à 300 µm

(et au maximum à 10mm)

POURQUOI ENOVASENSE ?
GAMME DE MESURE

La gamme d'épaisseurs mesurables **la plus large**



enovasense
BEHIND THE INVISIBLE

EXEMPLES D'APPLICATIONS VALIDEES

Peinture poudre et liquide humide ou sèche

Peinture sur plastiques et composites

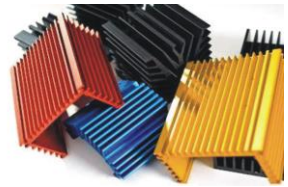
Revêtements alliages anticorrosion

Dépôts plasma antifriction

EXEMPLES D'APPLICATIONS VALIDEES

Revêtements PTFE sur poêles métalliques

Galvanoplastie cuivre, nickel, chrome…



Anodisation de l'aluminium

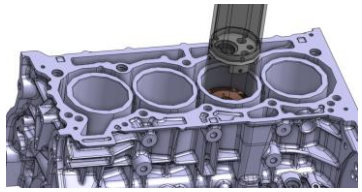
Galvanisation de l'acier

EXEMPLES D'APPLICATIONS VALIDEES

Dépôts émail ou résine sur verre

Dépôts d'adhésifs et de colle sur films

Revêtements caoutchouc sur métal



Projection thermique sur aluminium

Brevet commun Enovasense – Renault pour la mesure de dépôt BSC dans les cylindres moteur

DONNEES TECHNIQUES

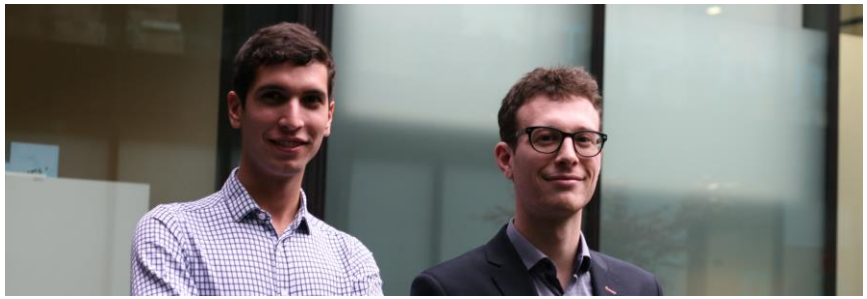
	Revêtements submicrométriques (physiques, métalliques…)	Peintures, polymères	Revêtements métalliques >1µm
Plage de mesure[1]	10nm-1µm	1 µm – 500µm	1µm-1mm
Exactitude[1]	<20nm	<0,5µm	<2µm
Répétabilité[1]	10nm	0,3µm	1µm
Tolérance angulaire[1]	±10°	±30°	±2°
Temps de mesure	0,1s à 2s[1]		
Puissance optique	0,01W à 10W[1]		
Distance de mesure tête-pièce	40mm ± 1 à 10mm[1] avec tête standard 450mm ± 100mm[1] avec embout longue distance		
Taille du spot de mesure	Ø 0,3mm - 0,6mm – 2mm – 10mm [2]		
Temps minimum entre 2 mesures	0,1s		
Dimensions	Tête de mesure : 32 x 41 x 75 mm Boitier : 88 x 310 x 221 mm		
Poids	Tête de mesure : 0,18 kg Boitier : 3 kg		
Longueur des cables entre tête et boitier	1 – 20 m [2]		
Alimentation	100 – 240 Vac 50 – 60 Hz 4.5 – 2.5 A		
Température ambiente	0-50°C		
Température de la pièce à mesurer	0-40°C sans correction 0-800°C avec correction		
Protocoles de communication des données	TCP/IP – Ethernet IP		
Protocoles d'entrée consignes	TTL 0-5V		

[1]varie en fonction des applications
[2]au choix

EQUIPE

FONDATEURS

EQUIPE



Geoffrey Bruno
Jean Inard-Charvin
Equipe de 9 ingénieurs
et techniciens

COMITÉ STRATÉGIQUE

Gérard Chochoy
Ancien VP de Valeo
Ancien VP de Faurecia
Ancien Senior VP
Federal Mogul
Ancien PDG Packard
Bell

Jean Brunol
Président de la SIA
Ancien Senior VP
Federal Mogul
Ancien Senior VP
Iveco
Ancien Dir Valeo

Nicholas Russ
Directeur de Strategic
Technology
Consultants
Ancien Dir Arthur D
Little

Frédéric Jarsaillon
Ancien PDG de Thomson Videoglass
Ancien VP Thomson, activités Verre
mondiales
Ancien DG d'usine Corning

Alain Amann
PDG Mecalectro

FONDS D'INVESTISSEMENT

CITA
INVESTISSEMENT

RECONNAISSANCES ET PARTENARIATS

Lauréat du Concours du Ministère de la Recherche

Lauréat du Concours mondial d'Innovation

Lauréat du Prix Jeune Entrepreneur
La Tribune – BNP Paribas

Lauréat du Challenge Industrie du Futur
SKF - Atos

Membre de :

enovasense

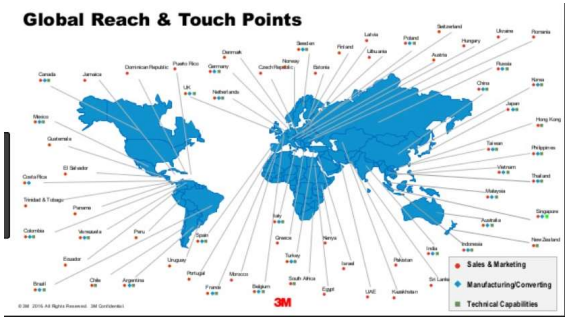
BEHIND THE INVISIBLE

www.enovasense.com

Exigences et limites du contrôle de propreté par comptage particulaire

Présentation des sociétés

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



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

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

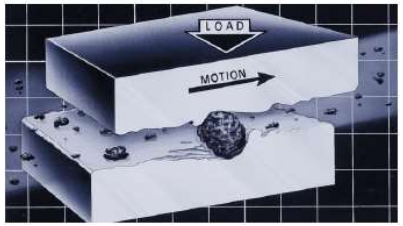
Semiconductor | Automotive | Industrial | Telecom | Energy | Aerospace

Agenda

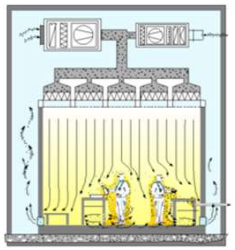
- Quelques domaines d'applications du comptage particulaire
- Le comptage particulaire : une mesure pour qualifier la propreté parmi d'autres
- Que compte-t-on et comment ?
- Solutions proposées par Inventec
- Exemples d'application utilisant un contrôle de propreté par comptage particulaire
- Conclusions et perspectives

Quelques domaines d'applications

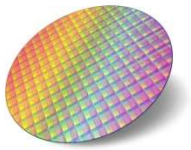
Protection des moteurs de pompes, compresseurs etc.



Production ou opération en atmosphère contrôlée



Contrôle de propreté sur composants critiques



Une méthode de contrôle pour la fabrication additive?

Le comptage particulaire : une mesure pour qualifier la propreté parmi d'autres

- Contrôle visuel
  - Aspect
  - Test au chiffon blanc
- Tests d'énergies de surface
  - Encre de tests
  - Cleanospector
  - Test film d'eau
- Quantification du résidu sur les pièces
  - RNV après extraction
  - Contrôle particulaire

Contrôles particulaires sur composants : quelques domaines d'applications

- Aérospatial/Aéronautique
- Automobile
- Médical

Automobile

- Norme fréquemment utilisée : ISO 16232 ou VDA 19.1
- Exemple

test lot of 5 parts	permissible particle amount (pcs.) within particle classes (µm)					
	30 - 50	50 - 100	100 - 200	200 - 500	>500	swirls (max. thickness 60 µm)
amount	*	250	100	30	2	12

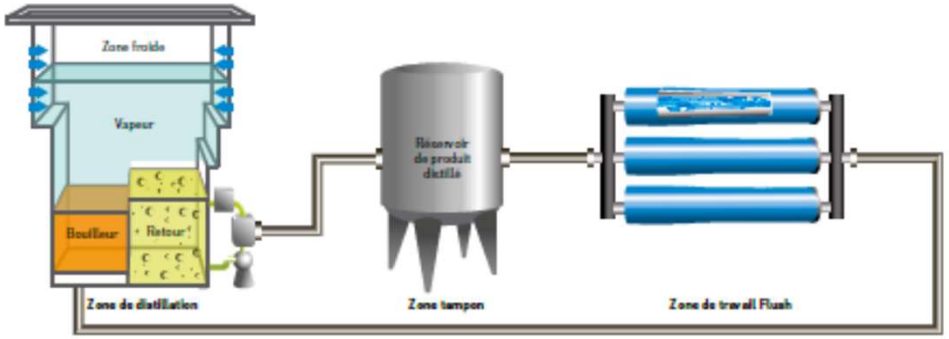
* documentation only

In general and especially in cases of no fulfillment, the cleanliness has to be agreed upon together with RB production.

Aéronautique/ aérospatial

- Norme fréquemment utilisée : NAS1638 et maintenant SAE AS4059 rev E

- Exemple : Nettoyage par Flushing



Circulation en boucle fermée du fluide depuis son réservoir de stockage puis au travers des tuyauteries pour ensuite passer dans une unité de distillation avant de retourner dans le bac de stockage.

Médical ?

- Nouvelle norme en cours de développement : ISO19227 qui comprend une mesure de comptage particulaire

Tableau 1 : Comparatif de la norme NF S94-091 et de la nouvelle norme ISO 19227

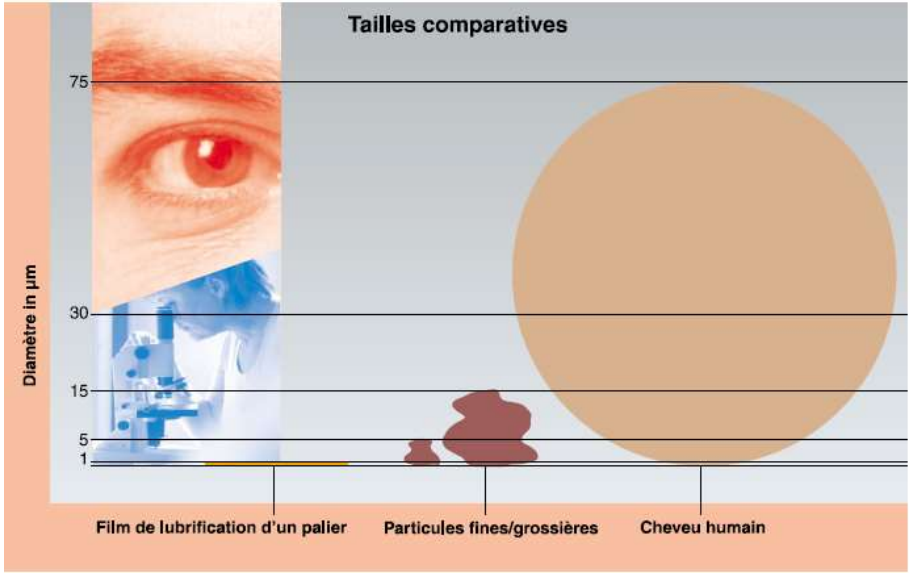
Caracteristique	NF S94-091	ISO 19227
	Critère d'acceptation	Critère d'acceptation
Contamination microbienne	Selon méthode de stérilisation appliquée et validation	Selon ISO 11737-1 Seuil suffisamment bas pour que la méthode de stérilisation permette d'obtenir le niveau d'assurance de stérilité souhaité
Teneur en endotoxines	≤ 20 UI/ implant ≤ 2,5 UI/ implant en contact avec liquide céphalo-rachidien	≤ 20 UI/ implant Seuil à déterminer si contact avec liquide céphalo-rachidien
Aspect visuel	Aucune trace ni auréole	Critère à établir par le fabricant
Cytotoxicité	Non cytotoxique (selon ISO 10993-5)	Si effet cytotoxique détecté, mise en place de mesures de maîtrise pour limiter ce risque
Toxicité systémique argue	Réaction de toxicité = 0	//
Hydrocarbures totaux (HCT)	≤ 0,5 mg/ implant	A déterminer selon données disponibles ≤ 0,5 mg/ implant comme point de départ si absence de données historiques
Carbone organique total (COT)	≤ 0,5 mg/ implant	A déterminer selon données disponibles ≤ 0,5 mg/ implant comme point de départ si absence de données historiques
Contaminants inorganiques	//	Analyses des éléments par spectrométrie de masse (ICP/MS) ou par spectrométrie d'émission atomique Analyse des anions ou cations par chromatographie ionique Seuils non fixés
Contamination particulaire	//	Seuil non fixé

Pour le comptage particulaire :
Le seuil est à déterminer

Exemple de particules

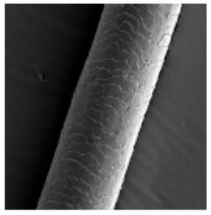
Que compte-t-on?

Le comptage particulaire permet de dénombrer des particules allant de quelques µm jusqu'au particules visibles à l'œil nu

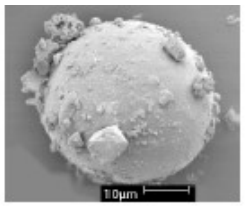


Grain de sable
100µm

Cheveu
75 µm



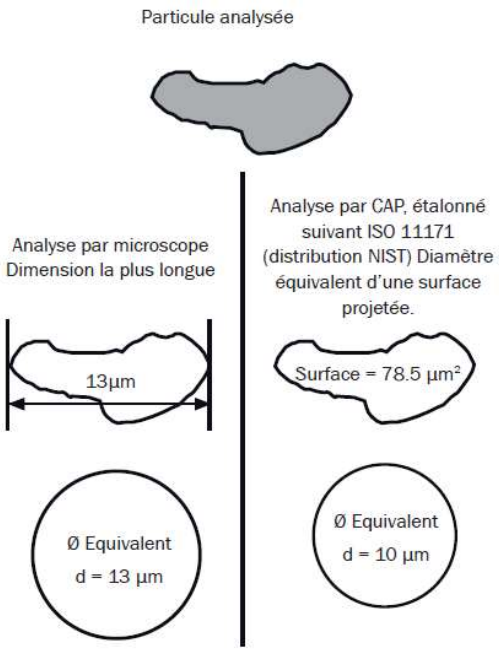
Particule de
farine 25 µm



Bactérie
2 µm

Méthode de comptage particulaire

Que compte-t-on et comment?



Fluid condition Handbook

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

Apparition des compteurs particulaires automatiques :
La plupart des appareils sont étalonnés selon la norme de comptage ISO 11171 (étalonnage des surfaces projetées)

Normes associées au comptage

Caractérisation de la population de particules : Nombre, taille

NAS 1638 → SAE AS4059 rév. E

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

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

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

Normes associées au comptage

SAE AS4059 rév. E

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

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

Méthodes de mesure

Mesure directe

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

Mesure par extraction

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

Etape 2 : Quantification par comptage particulaire

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

Solvants proposés par Inventec

Properties	3M™ Novec™ 71DE Engineered Fluid
Formulation	Azeotrope[1]
Boiling Point (°C)	41
Freeze Point (°C)	-24[3]
Liquid Density (g/ml)	1.37
Surface Tension (dynes/cm)	16.6
Kauri-Butanol Value	27
Vapor Pressure (mmHg)	383
Viscosity (cps)	0.45
Heat of Vaporization (cal/g @ boiling point)	48

3M™ Novec™ 71DE Engineered Fluid

3M

3M™ Novec™ 7100 Engineered Fluid

Typical Physical Properties

Properties	3M™ Novec™ 7100 Engineered Fluid
Formula	$C_4F_9OCH_3$
Molecular Weight	250
Boiling Point (°C)	61
Freeze Point (°C)	-135
Liquid Density (g/ml)	1.52
Surface Tension (dynes/cm)	13.6
Solubility of Solvent in Water (ppmw)	12
Solubility of Water in Solvent (ppmw)	95
Vapor Pressure (mmHg)	202

Exemples d'applications

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

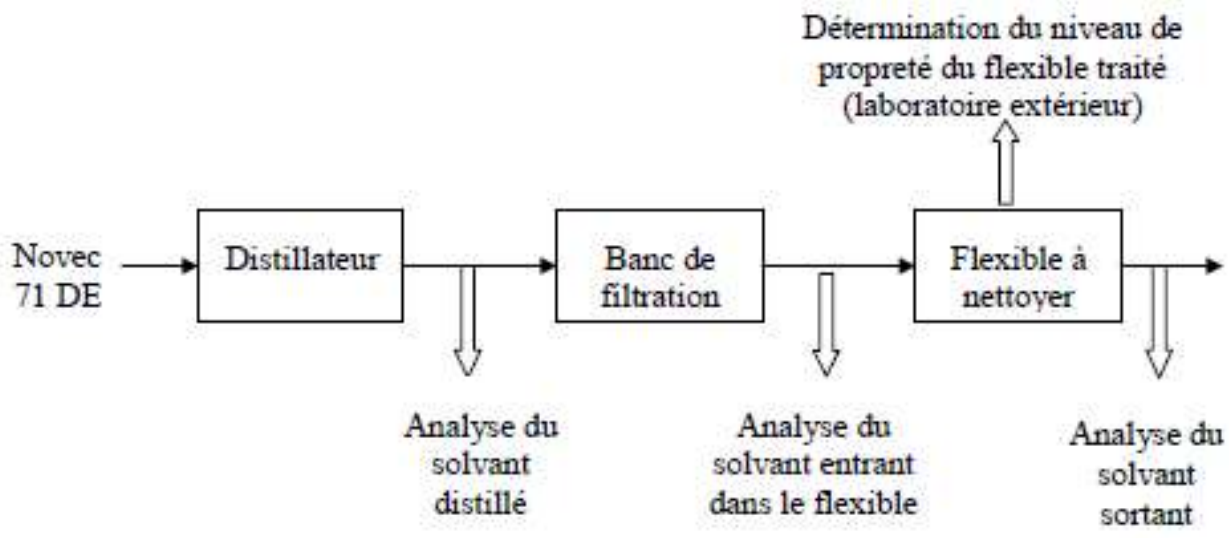
Nettoyage de tube
- Utilisation du fluide 3M™ Novec™ 71DE
- Contrôle particulaire à la sortie

Mesure par extraction : Propreté de certaines pièces médicales ou cosmétiques

Nettoyage des pièces avec le 3M™ Novec™ 72DE
- Extraction des particules avec du 3M™ Novec™ 7100

Exemple de mesure directe sur le fluide de finition

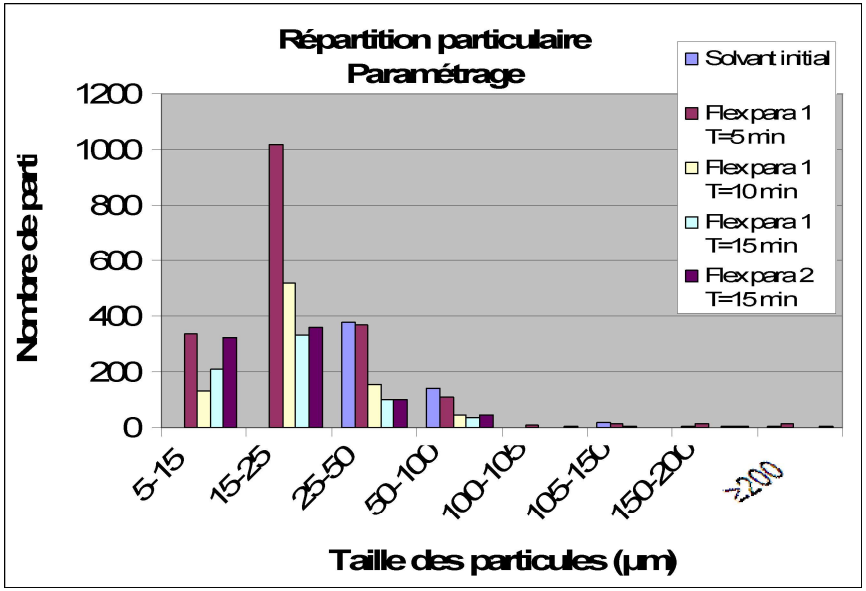
Schéma de principe



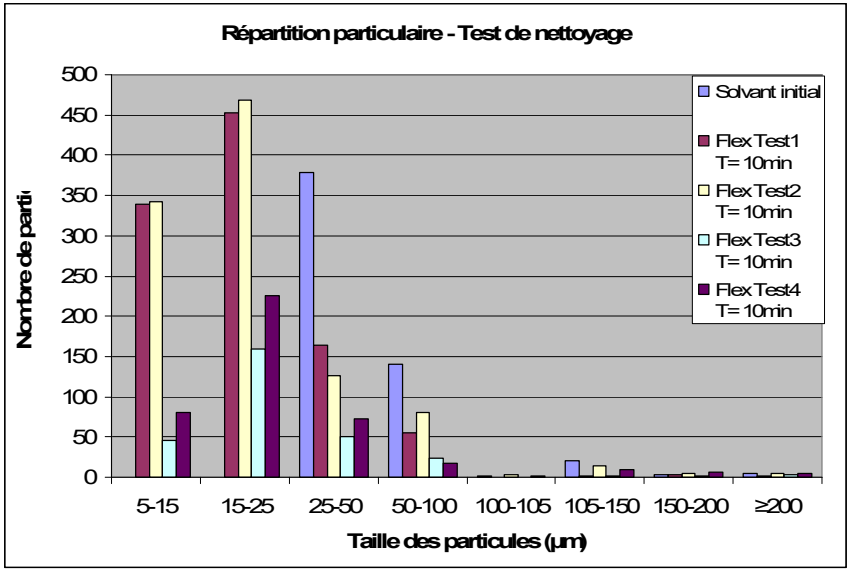
Cahier des charges client : contamination particulaire de classe 1

Exemple de mesure directe sur le fluide de finition

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



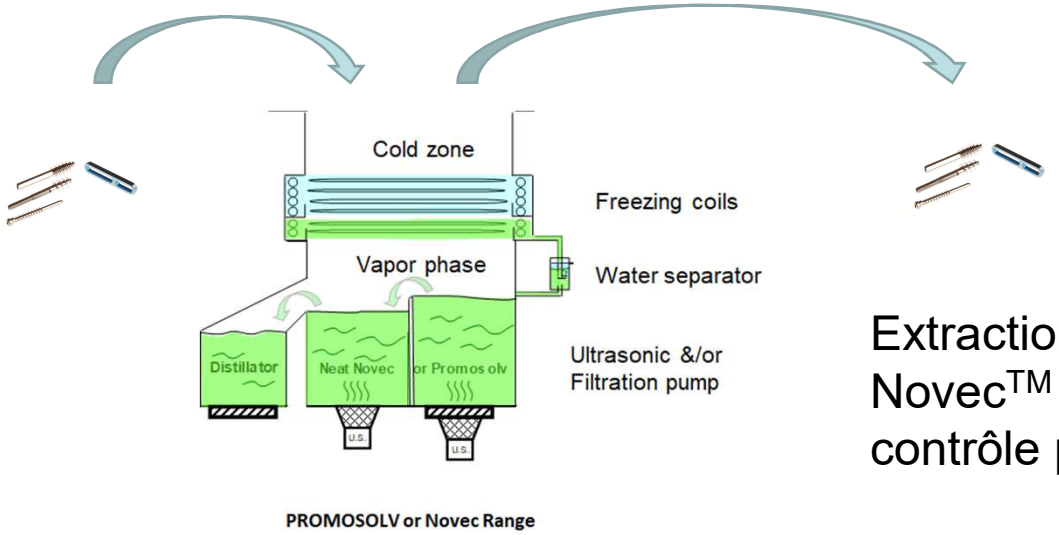
Prélèvement pour comptage particulaire après une circulation de 10min dans les tubes



Etude nécessitant une atmosphère contrôlée pour confirmer les résultats

Exemple de mesure par extraction après traitement de finition

Schéma de principe



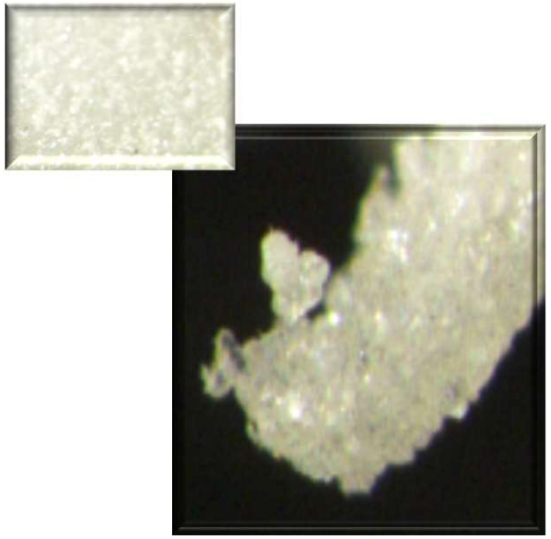
Extraction particules avec 3M™ Novec™ 7100 pour analyse de contrôle particulaire

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

Exemple de mesure par extraction après traitement de finition

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

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



Le contrôle particulaire après nettoyage de finition

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

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

Est facilité avec un solvant inerte avec une faible tension de surface

Quelle utilisation pour la fabrication additive ?

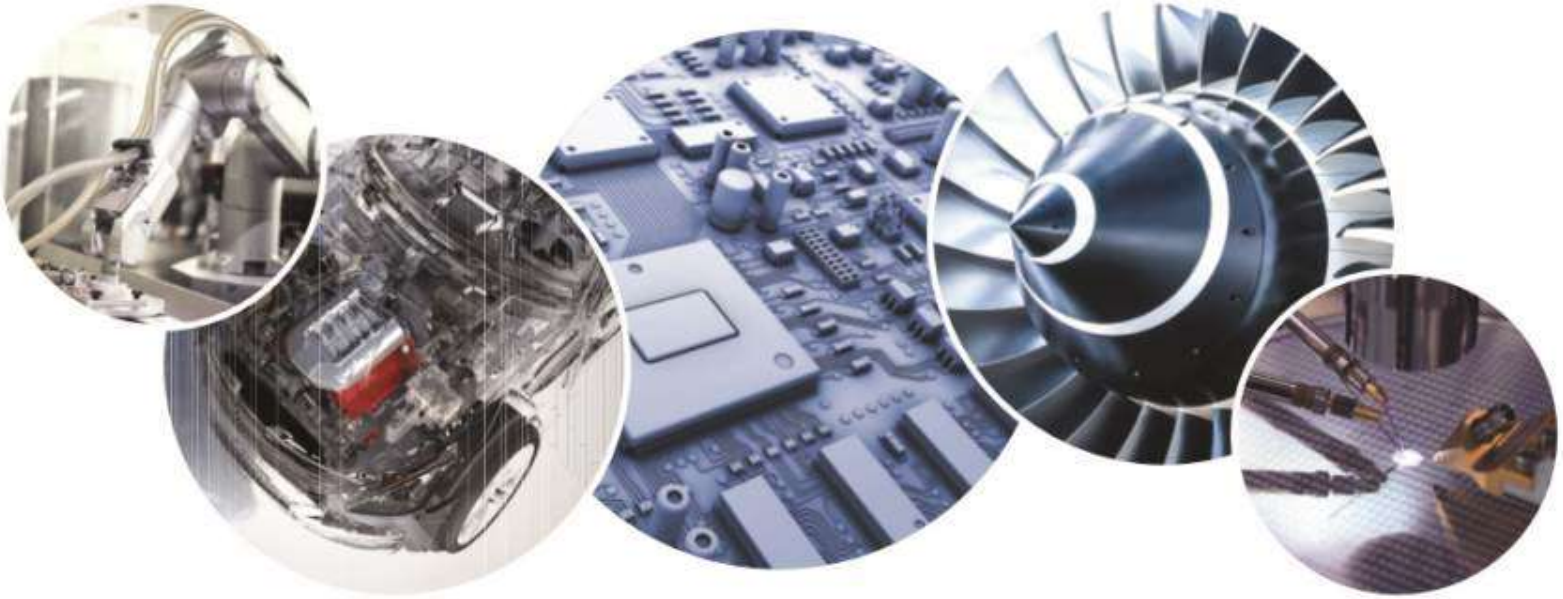
Les particules → principale pollution sur les pièces de fabrication additive

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

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

Merci de votre attention,

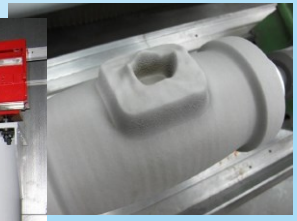
Rendez vous autour de la machine phase vapeur de notre partenaire KLN pour une démonstration



Merci à vous pour votre attention

LA TECHNOLOGIE DE PROJECTION "COLD SPRAY "

Revêtements de surface, réparation fonctionnelle et fabrication additive



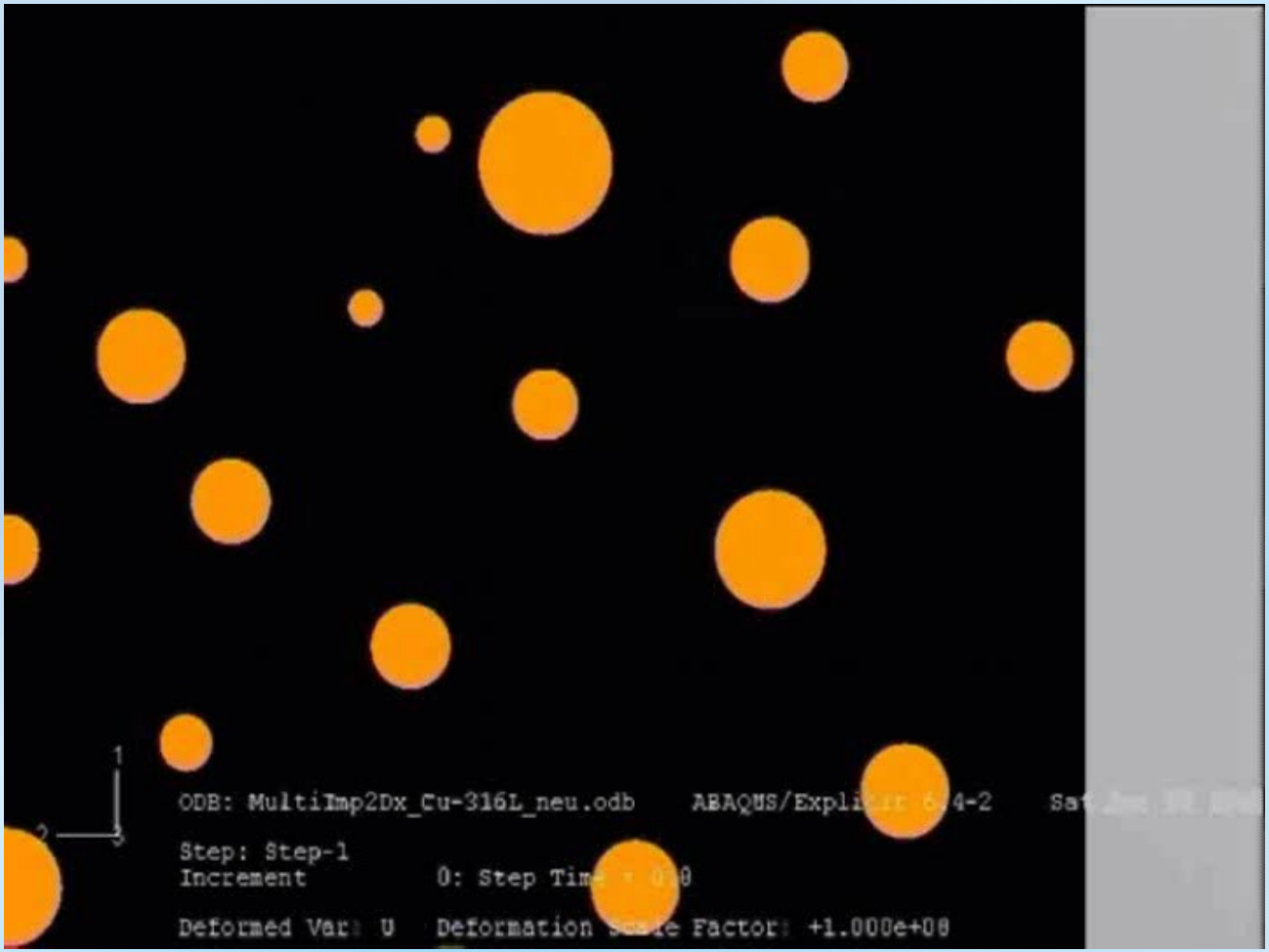
27 Septembre 2018

Cold Spray ?

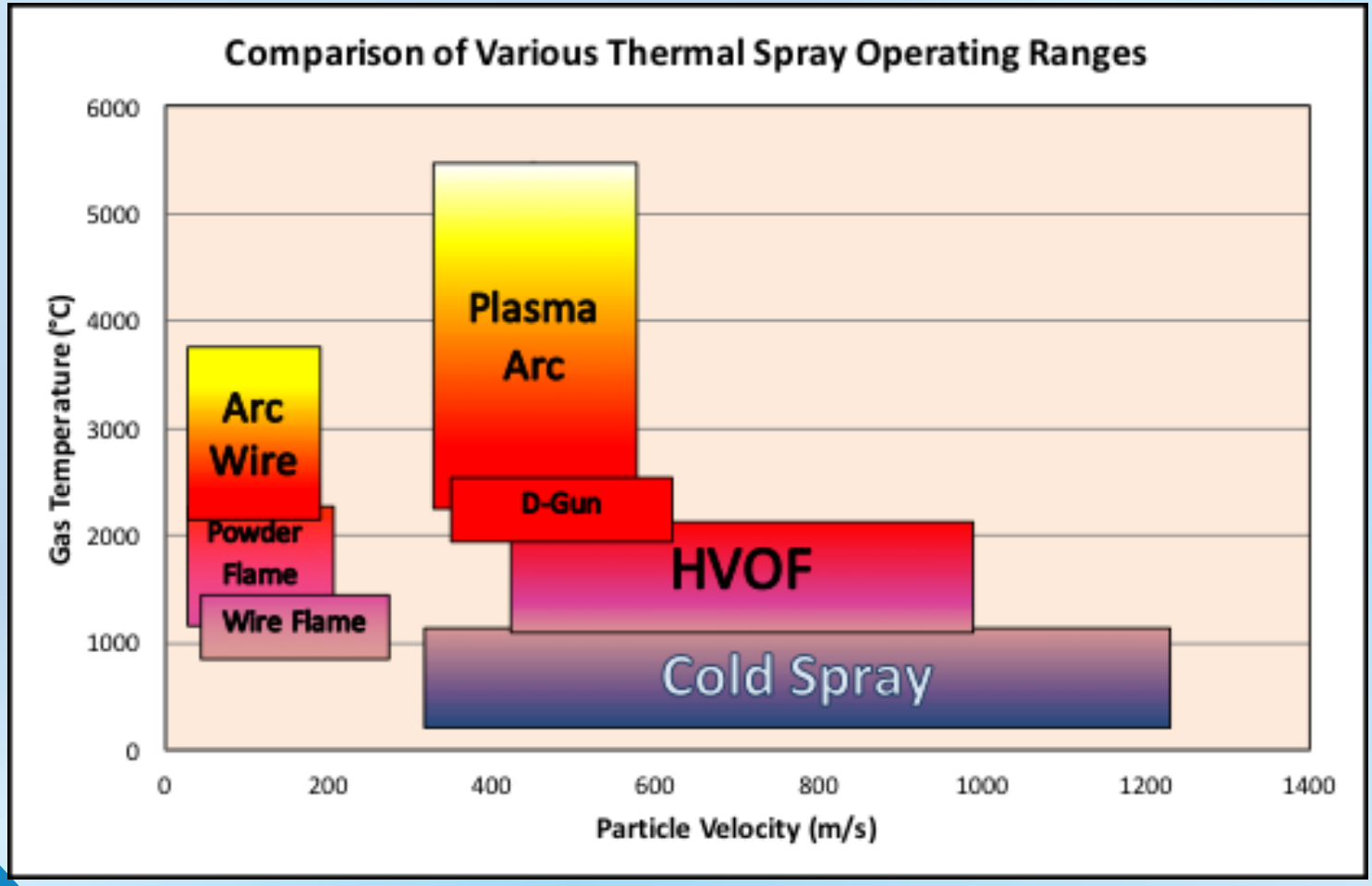
Projection de particules froides de petite taille (5-40 µm) à haute vitesse (300-1200 m/s) sur un substrat par l ’intermédiaire d ’un gaz supersonique (He, N2, Ar, Air).

Le dépôt résultant est formé de particules ayant impacté le substrat à l ’état SOLIDE.

Principe de fonctionnement



Les avantages du Cold Spray



Les avantages du Cold Spray

Faible échauffement du substrat (80 à 150 °C) : possibilité de réaliser des revêtements sur des matériaux thermosensibles (tôles minces, polymères ou composites), y compris en réparation

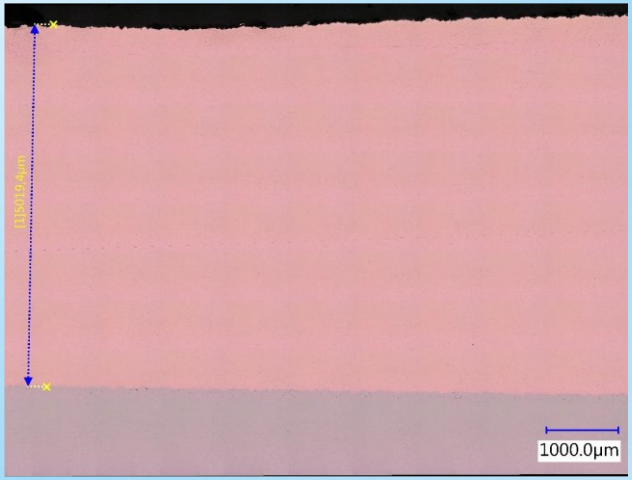
Largeur de jet ajustable (selon géométrie de la buse)

Large gamme d'épaisseur de revêtement accessibles pour certains matériaux (60 microns à + de 10mm), possibilité d'utiliser le cold Spray en fabrication

Les avantages du Cold Spray

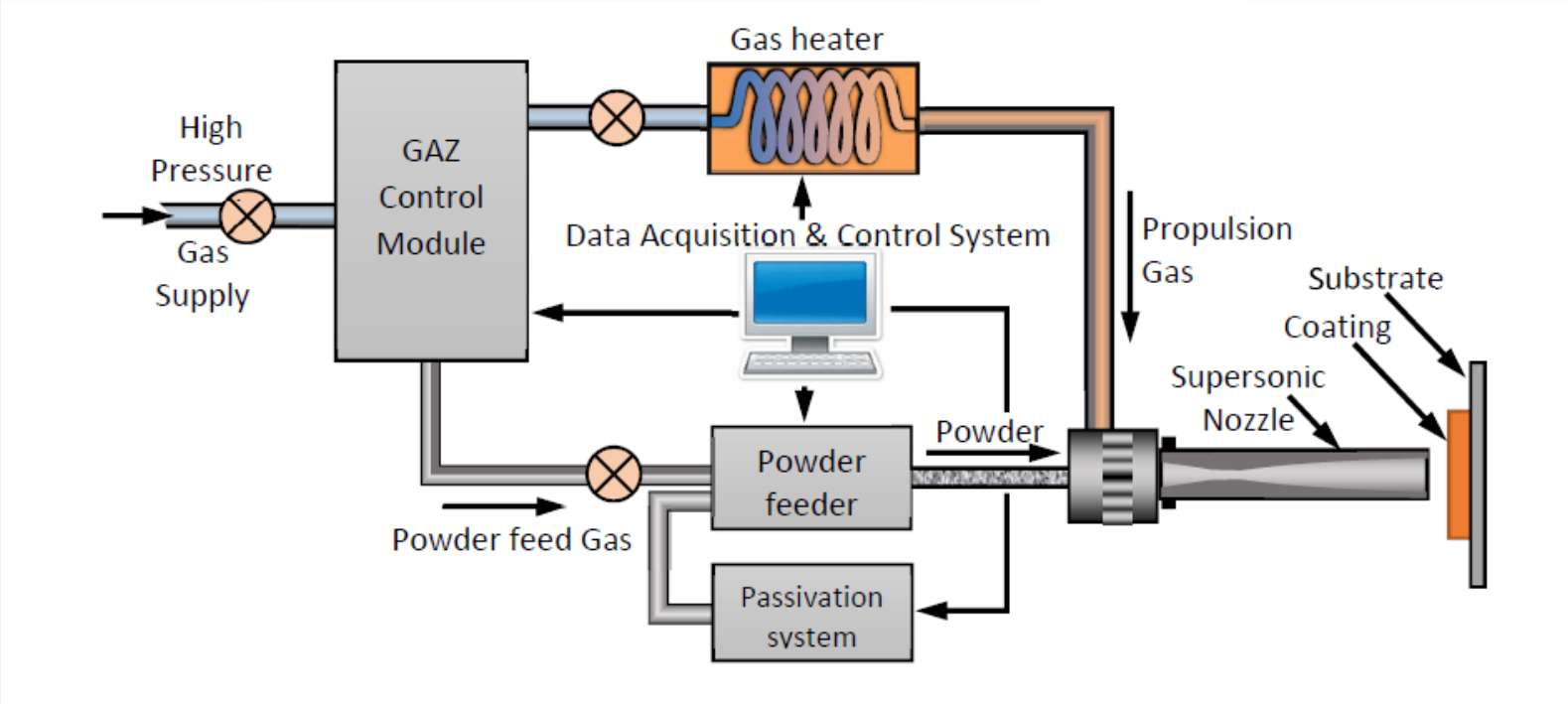
Pas de fusion: propriétés des dépôts proches de celles des métaux massifs et pas l'oxydation (Al, Ti, Ta, Zr…)

Rendements de projection très importants (> 80%) pour certains matériaux (Cu, Ti, Zr,
Inox, base nickel…)



Dépôt de cuivre dense- épaisseur > 5 mm –rendement > 99%

Cold Spray ?


Gas heater
High
Pressure
Gas
Supply
GAZ
Control
Module
Data Acquisition & Control System
Propulsion
Gas
Substrate
Coating
Supersonic
Nozzle
Powder
Powder
feeder
Powder feed Gas
Passivation
system

Les possibilités du Cold Spray

Matériaux projetables :

Métaux : Al, Cu, Zn, Mo, Ni, Ta, Ti, Cr, Nb, Zr, Ag, …
Alliages : Cuivreux, MCrAlY's, Hastelloy, Inconel, Inox austénitiques…
Composites : WC/Co, WC/NiCr, Al/SiC, Cu/W,M/CNT…
Polymères (PEEK, PA, UHWMPE…)

Préparation de surface
Sablage, **Azote supercritique**
Texturation laser

Les facteurs d'ajustement du procédé :

Gaz, pression, température, buse, poudres,

Sur différents substrats :

Aciers, fontes, et alliage de toute nature
Certaines céramiques (Al2O3)
Granit et marbre
Certains verres et plastiques

L'installation Cold Spray actuelle

Système Kinetiks 4000 monté sur portique robot autorisant des grands déplacements : possibilité de revêtir des pièces de grandes dimensions.

Source : CM2T

Les tuyères

Source : CM2T

Savoirs faire CM2T en Cold Spray

Ti et Ta6V dense et poreux
Bases nickel et cobalt (Voir thèse F.Raletz)
Zr
Cu et bronzes
Base Al
Composites (Al+SiC, Al-Al2O3)
WC-Co, WC-NiCr micro et nano
Inox
Zn,Sn, Ag
Ta
Peek, PA

Source : CM2T

Savoirs faire CM2T en Cold Spray

Collaborations industrielles :

-Conduction électriques et thermique (confidentiel),

-Automobile (confidentiel) ,

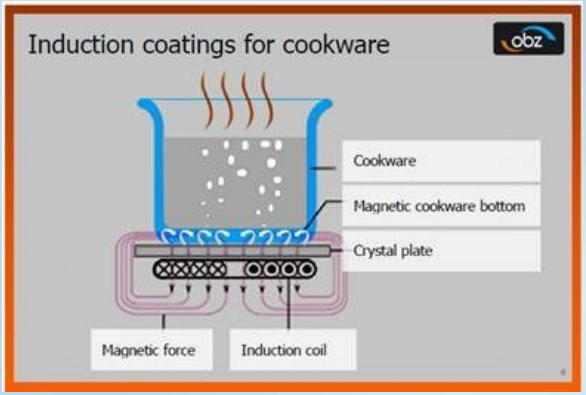
-Aéronautique (confidentiel),

-Anti-corrosion milieux aqueux et haute température

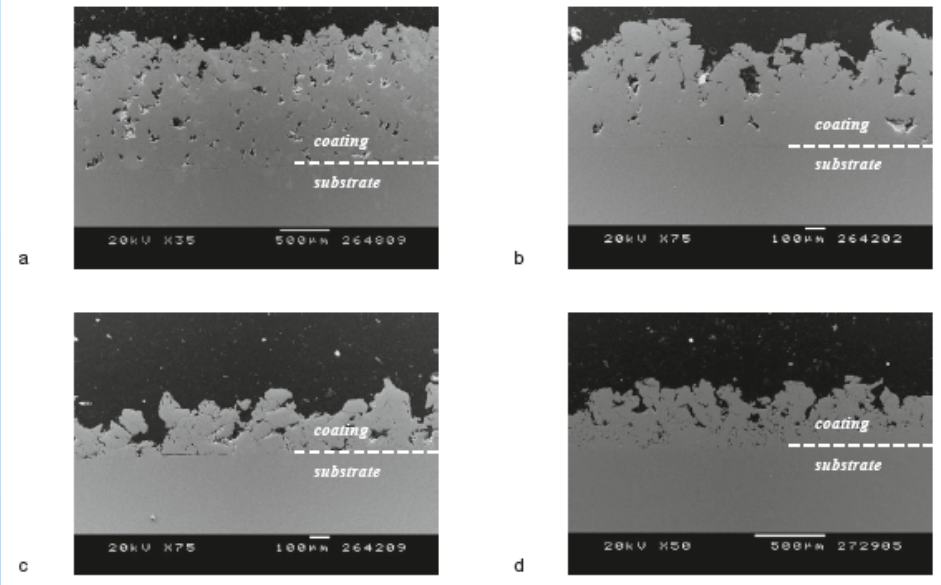
-Tribologique: anti-usure et frottement (Lubrifiants solides)

Exemples de fonctionnalisation de surface : domaine culinaire

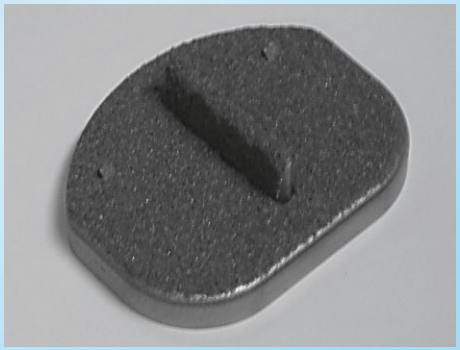
Dépôt d'un inox magnétique au dos d'un ustensile de cuisson en aluminium

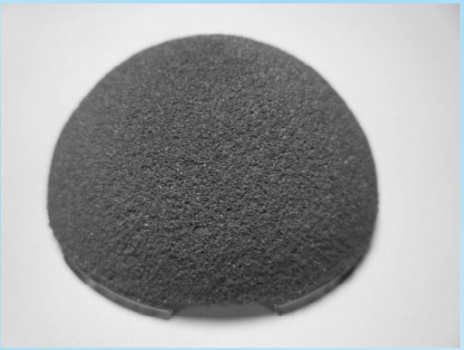


Fonctionnalisation de surface applications médicale : ostéo-intégration



a)–(d) Coating microstructures of pure titanium onto Ti6Al4V obtained with different spraying conditions





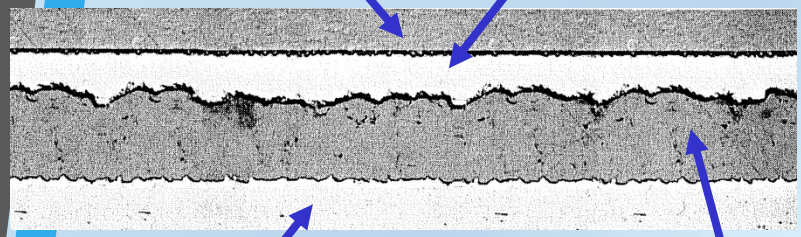
Acetabular cup and vertebral prosthesis coated with cold-gas spray of Ti

Source : Centro de Projecció Tèrmica (CPT), Universitat de Barcelona, Spain

Fonctionnalisation de surface pour des applications électroniques

Plaque en Cu

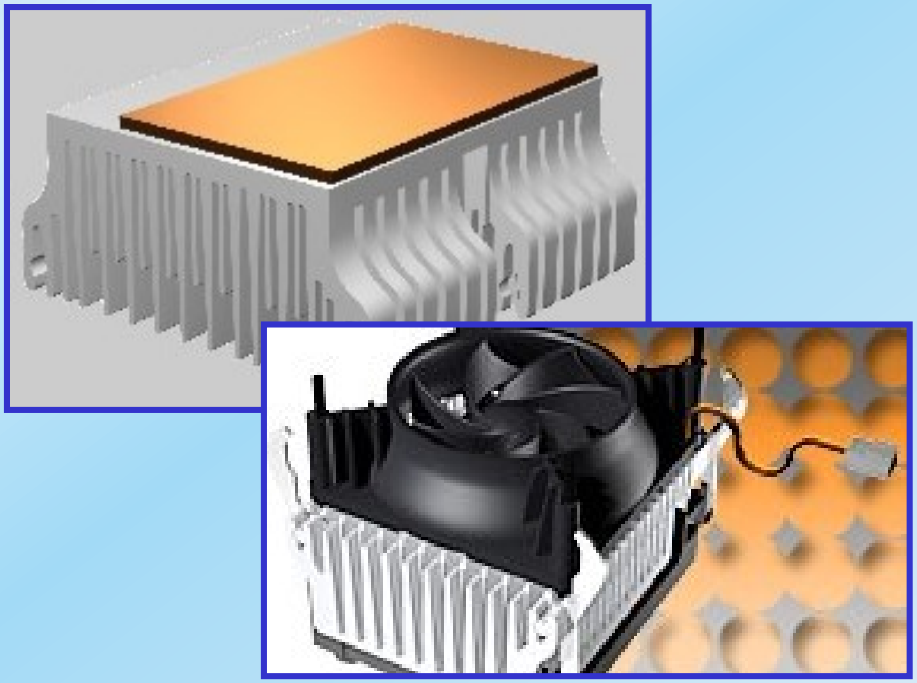
Brasure



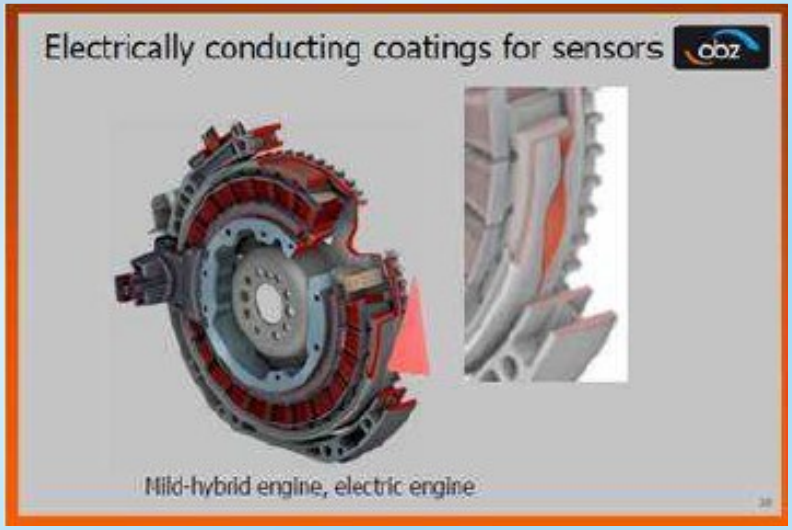
Refroidisseur (Al)

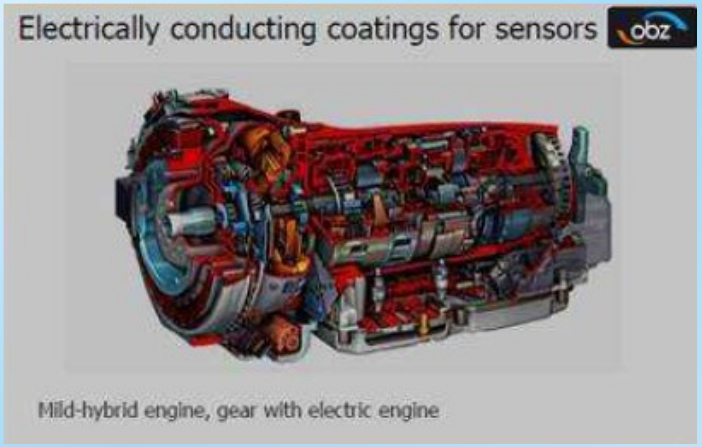
Cuivre CS

Refroidisseur d'ordinateur en aluminium

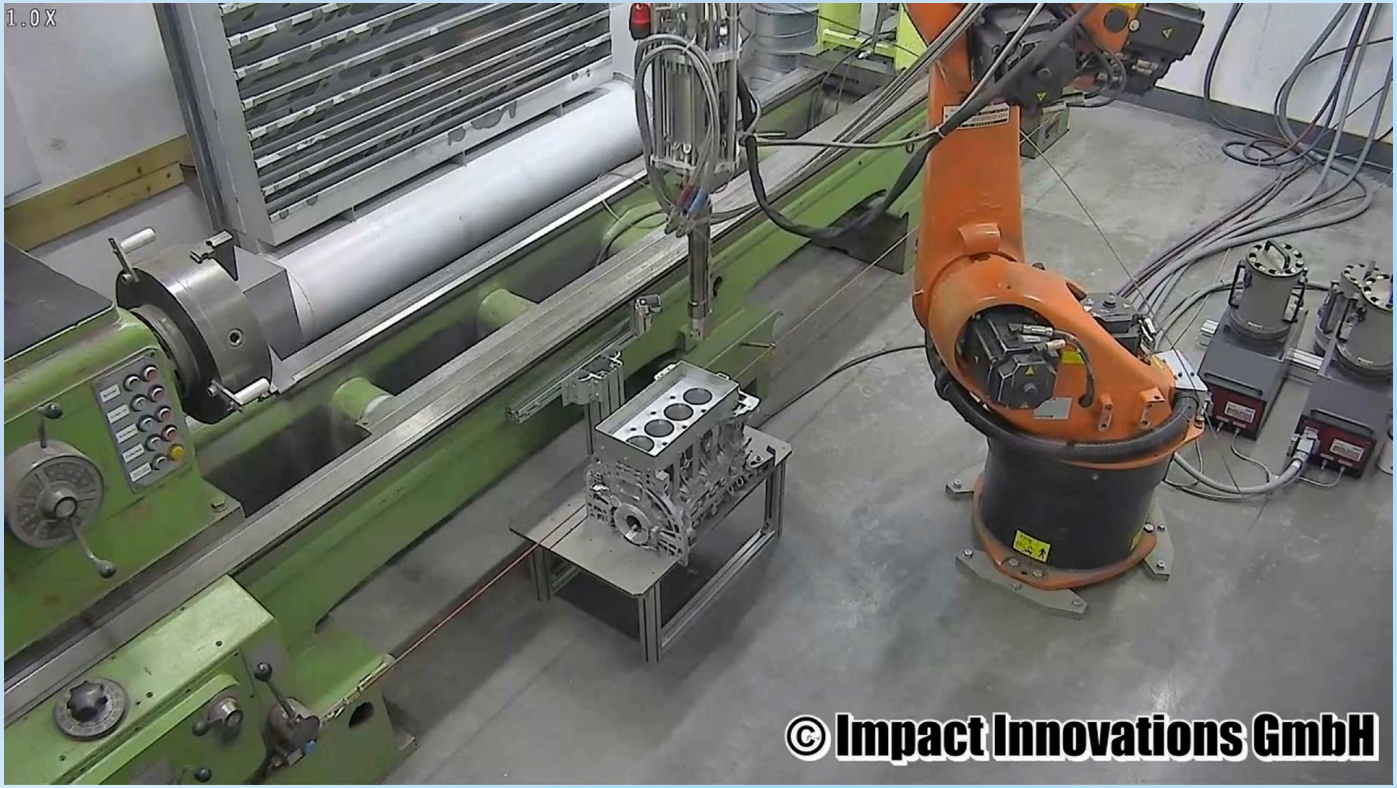


Fonctionnalisation de surface : création de pistes conductrices pour moteur hybrides

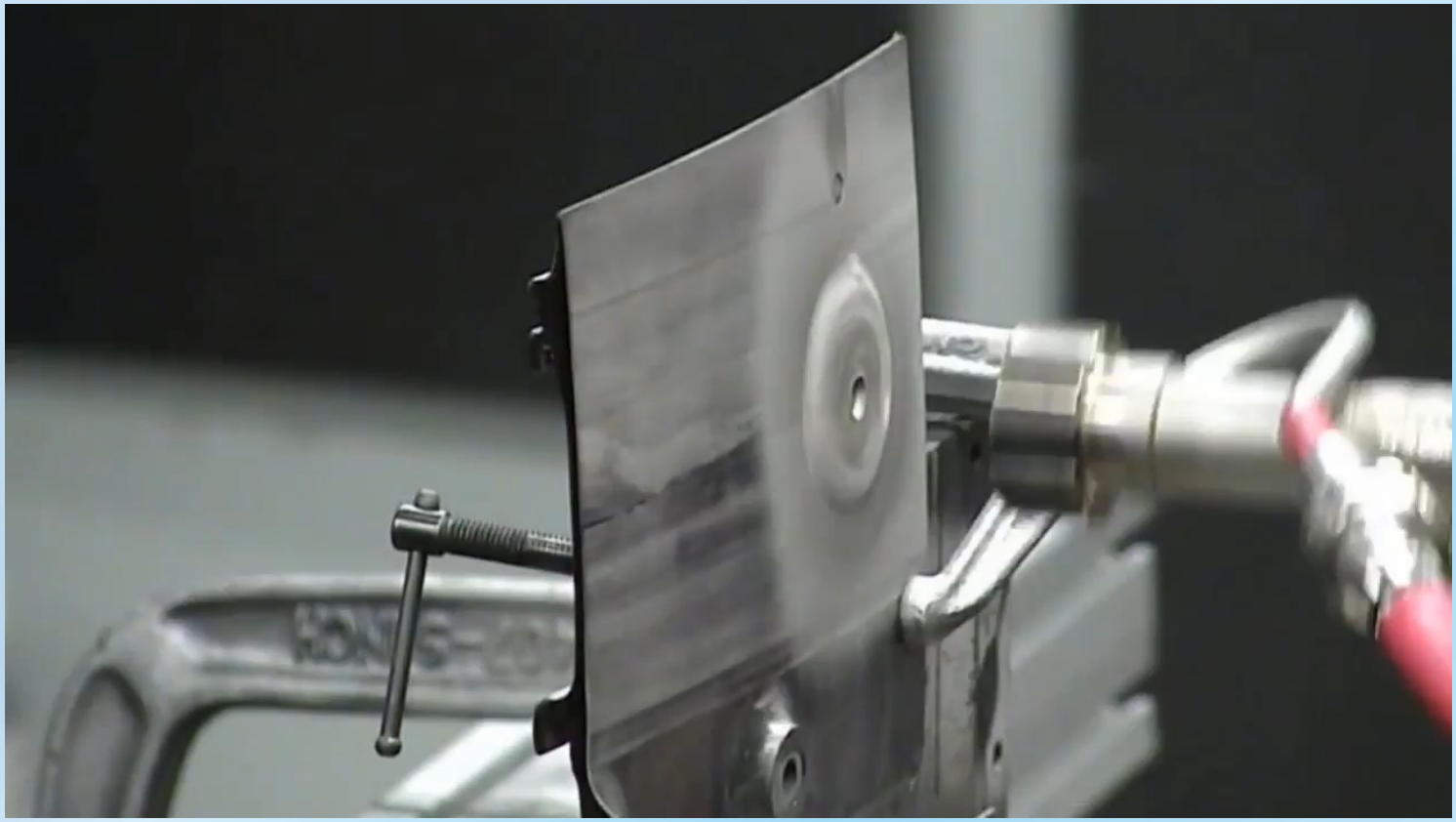




Fonctionnalisation de surface : Revêtement de cylindres automobile



Cold Spray – Fabrication additive



Expertise et caractérisation sur matériaux revêtus
Jeudi 08 novembre 2018

c.defontaine@critt-mdts.com

Objet de la présentation

Partie 1: Cas d'expertises

- Présentation de quelques techniques d'analyse

Partie 2: Essais de caractérisation et validation de TS

CRITT
Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

Partie 1: Cas d'expertises

Métallographie

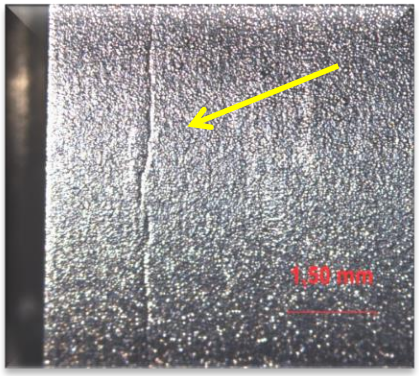
- Loupe binoculaire

- <u>Caractéristiques</u> :
  - Morphologie macrostructurale
  - Vue d'ensemble
  - Faciès de rupture
  - Grossissement : × 50

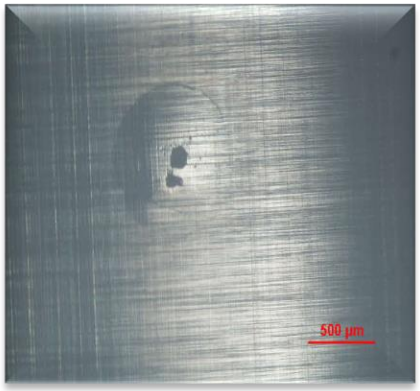
Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

Loupe binoculaire

- Tige chromée présentant des fissures



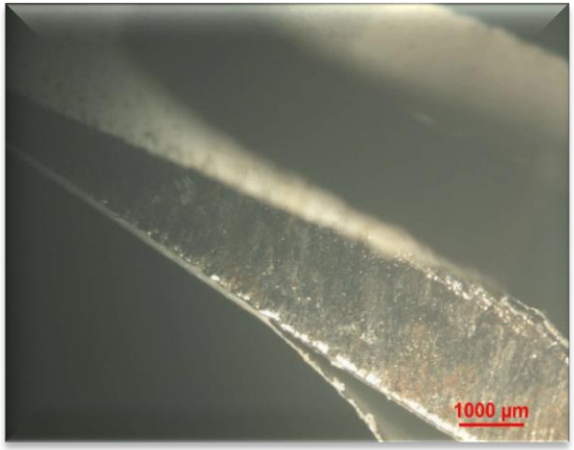
- Tige chromée présentant des traces de corrosion ainsi que des cloques



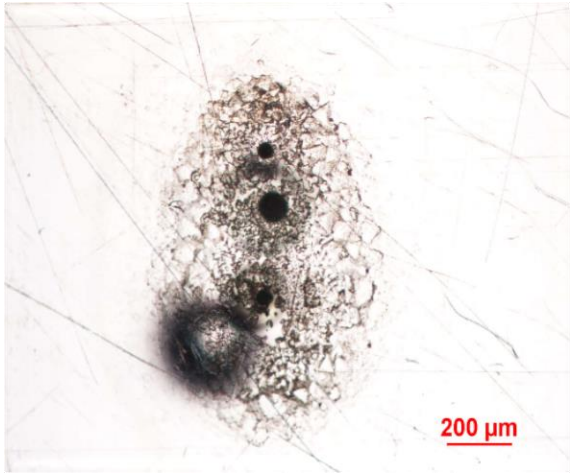
CRITT
Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

Loupe binoculaire

- Décollement de peinture

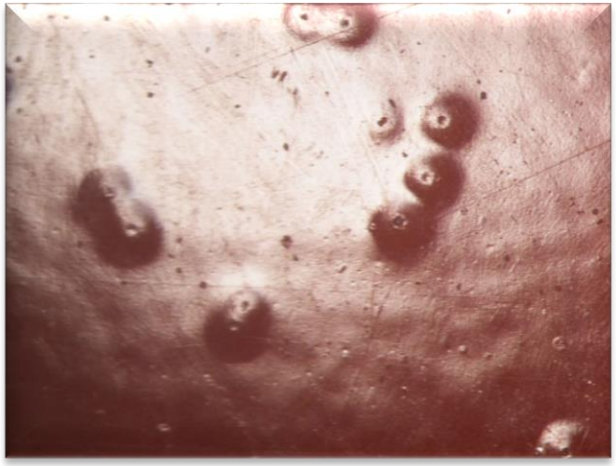


- Indication sur des bagues en zamac



Loupe binoculaire

- Cloquage sur peinture

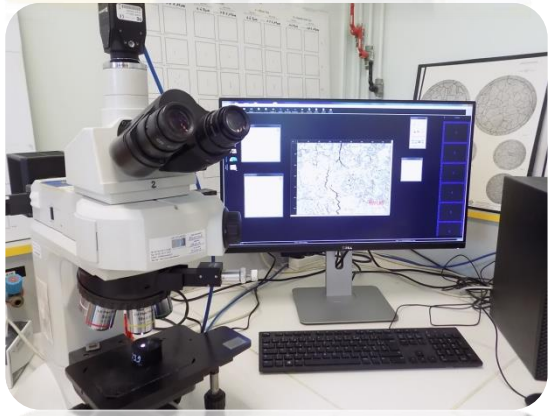


CRITT
Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

Métallographie

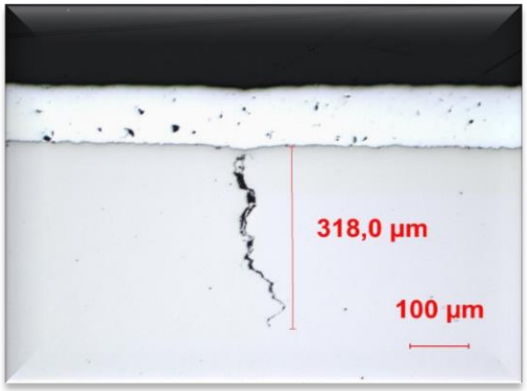
- Microscope optique

- <u>Caractéristiques</u> :
  - Microstructure
  - Etude de surface
  - Grossissement : de x 50 à × 1000

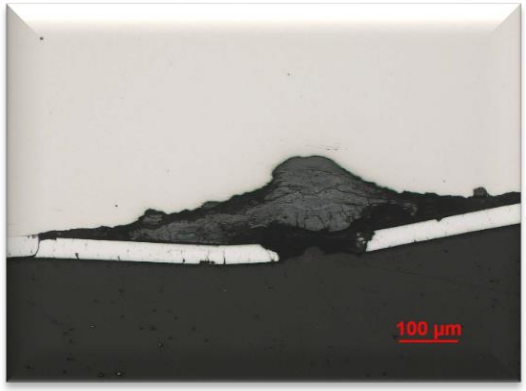


Microscope optique

- Tige chromée avec défaut des surface



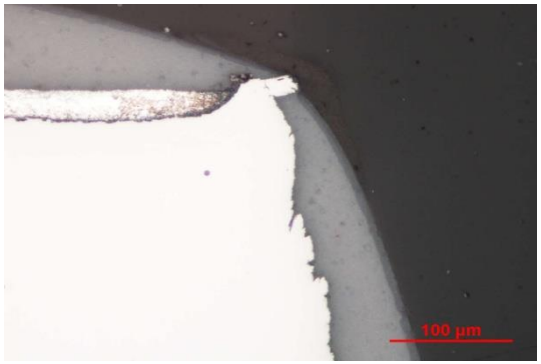
- Tige chromée avec cloque et corrosion

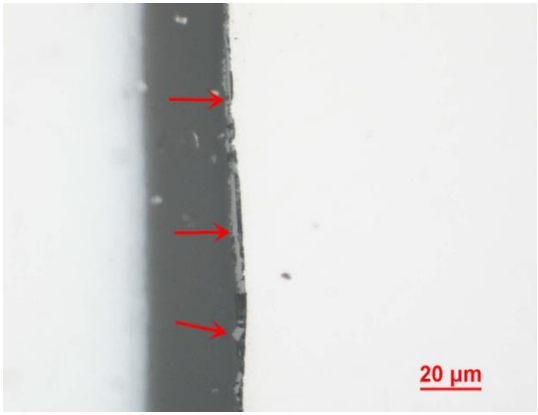


CRITT
Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

Microscope optique

- Peinture avec décollement sur tranche
- Bavure lors du poinçonnage
- Oxyde à l'interface substrat dépôt

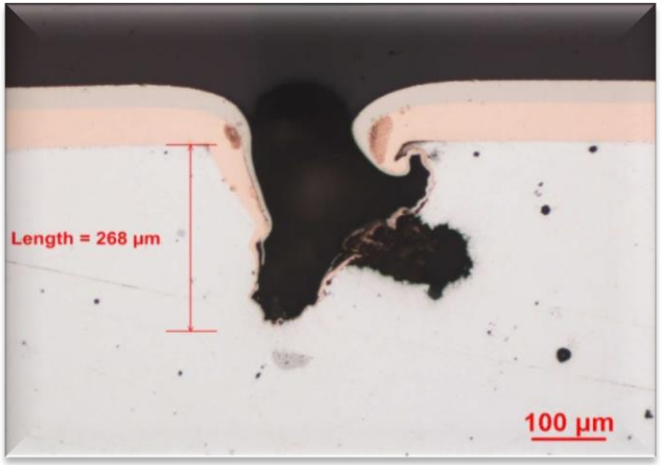


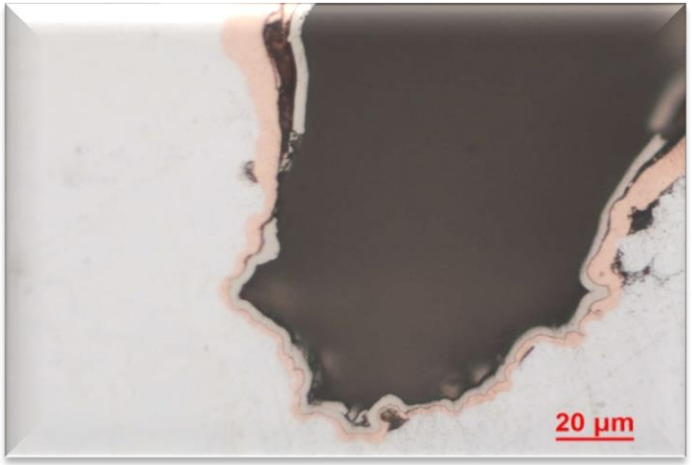


CRITT
Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

Microscope optique

- Défaut d'aspect sur zamack

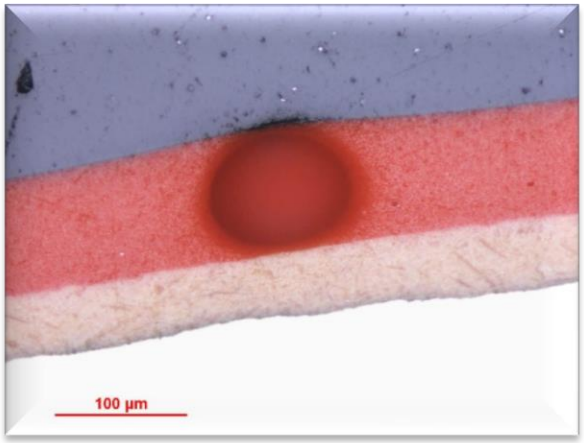


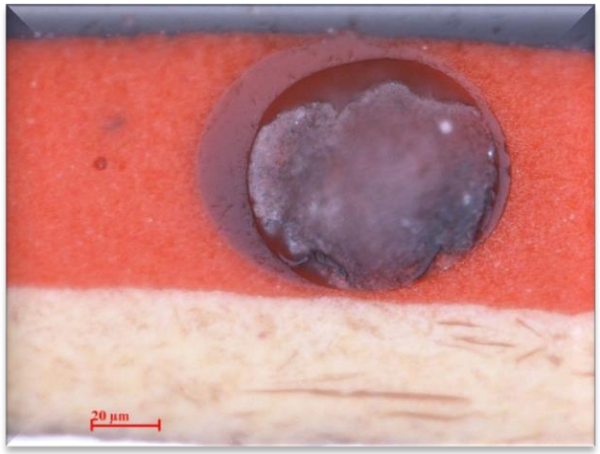


Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

Microscope optique

- Cloquage sur peinture





Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

Microanalyse

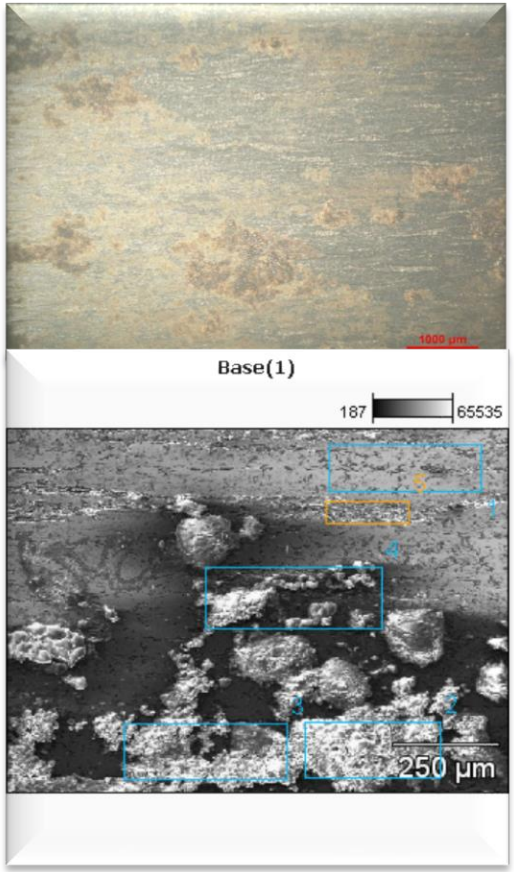
- Microscope Electronique à Balayage

- <u>Caractéristiques :</u>
  - Grande chambre - Pression variable
  - Taille maxi des échantillons : 150 mm
  - Poids maxi des échantillons : 2 kg
  - 5 axes motorisés
  - Grossissement : 150 000
  - Détecteur d 'électrons secondaires
  - Détecteur d 'électrons rétrodiffusés

CRITT
Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

Microscope Electronique à Balayage

- Microfractographie : Faciès de pièces rompues
- Images électroniques de matériaux conducteurs et non conducteurs
- Examen d 'échantillons hydratés
  - Exemple : corrosion sur tube acier



CRITT
Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

Microanalyse

- Microsonde de Castaing

- <u>Caractéristiques :</u>
  - Analyses qualitatives et quantitatives
  - Micro-volume analysé : 1 micron cube
  - Eléments détectés : Bore au Plutonium
  - Concentrations de 100 ppm à 100%
  - Pouvoir de résolution : 60 Å

CRITT
Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

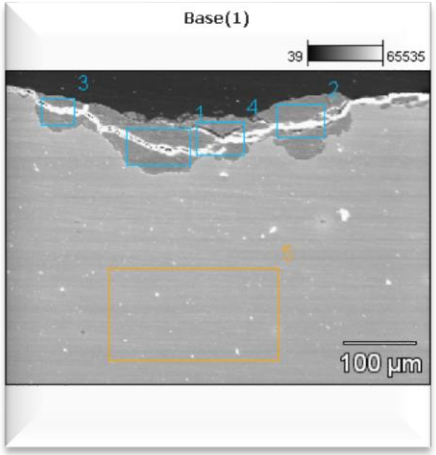
Microsonde de Castaing

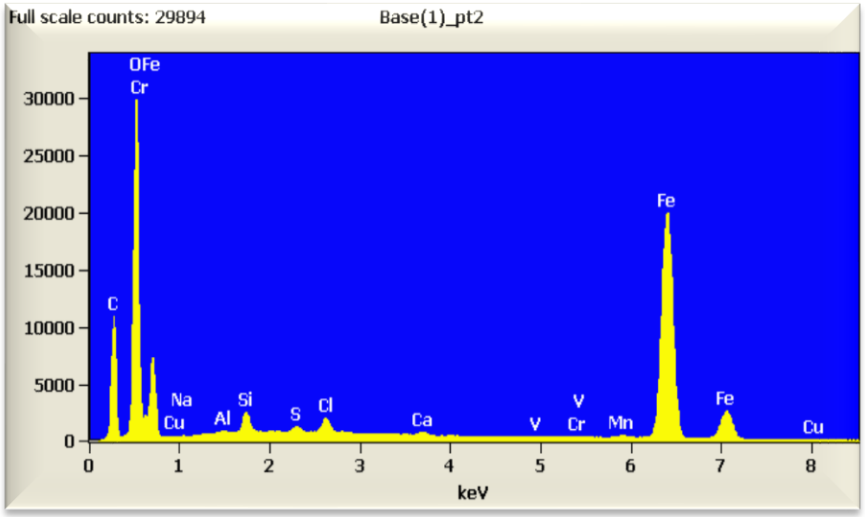
- Analyses qualitatives et quantitatives
- Images électroniques
- Répartition topographique des éléments par images X
- Tracés de courbes de diffusion
- Analyses de traces de corrosion

CRITT
Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

Microsonde de Castaing

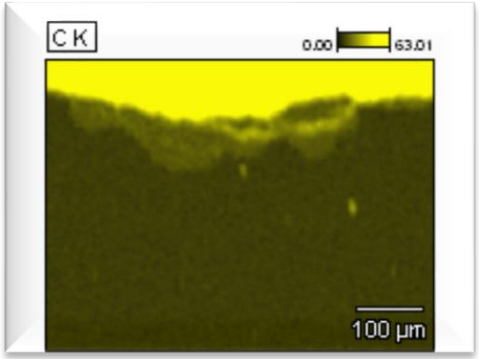
- Analyse piqure de corrosion sur tige chromée

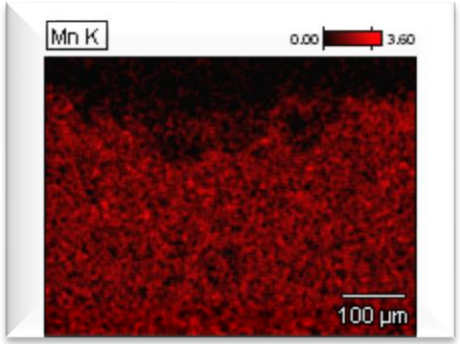


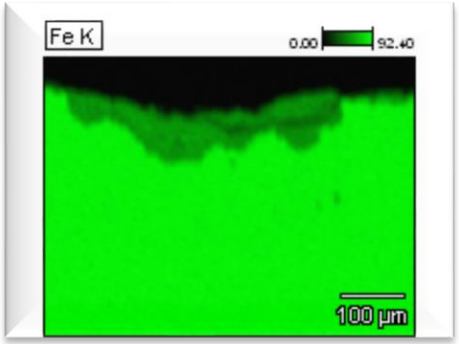


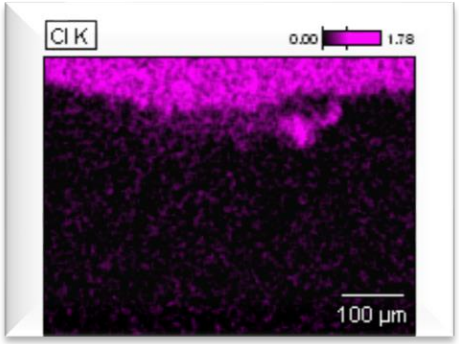
Microsonde de Castaing

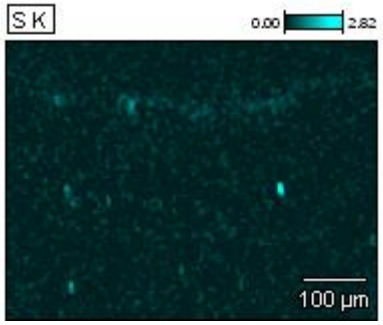
- Cartographie des éléments détectés au niveau de la piqûre de corrosion











CRITT
Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

Partie 2: Essais de caractérisation et validation de TS

Micro scratch test

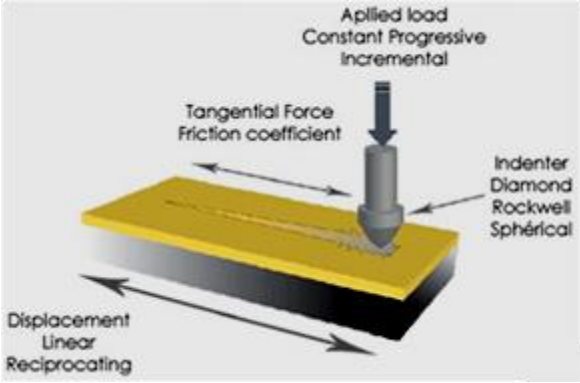
- Essai inspiré de la norme **ISO 1518** ou réalisé sur mesure
- But : Test réalisé sur matériaux et revêtements minces afin de déterminer la charge critique à partir de laquelle il y a fissuration ou décohésion du revêtement par rapport au substrat et ceci dans le but d'évaluer leurs propriétés d'adhérence, de frottement, de résistance à l'usure et à la fatigue.

  Principe : La pointe diamant est tirée en travers de la surface sous une charge tandis que l'échantillon se déplace à une vitesse constante.
  Des capteurs mesurent alors au cours de l'essai :
  - L'émission acoustique
  - La profondeur de pénétration
  - La force de friction

CRITT
Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

Micro scratch test

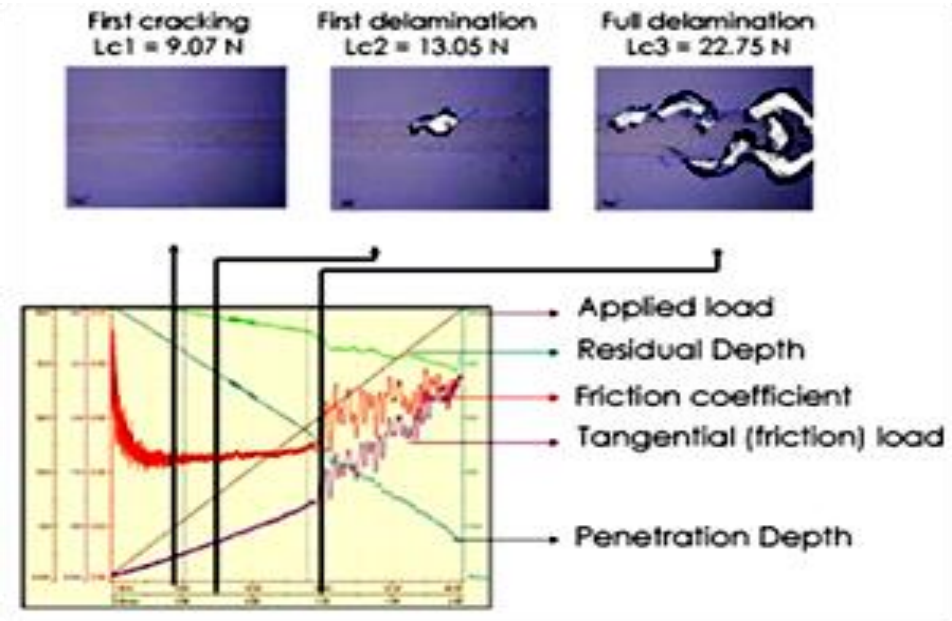
- *Principe du micro scratch test*



- *Dispositif de test*

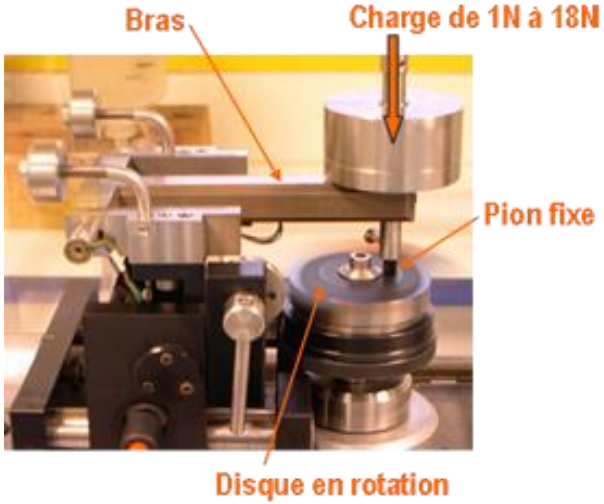
Micro scratch test

- Les charges critiques sont détectées grâce aux valeurs transmises par ces capteurs mais également grâce à une observation sous microscope optique.



Essais d'usure

- <u>But</u> : Mesurer le coefficient de frottement et estimer l'usure (état de surface, perte de masse, profilométrie du sillon…)
- <u>Principe</u> : L'essai d'usure est réalisé à l'aide d'un tribomètre pion-disque. Un échantillon (disque, plaque) subit un mouvement rotatif ou alternatif tout en étant mis en contact avec un pion (ou bille) stationnaire sur lequel une charge de compression axiale (de 1 à 18 N) est appliquée.
  L'essai se déroule sous air ambiant ou milieu lubrifié.
- **Essais pion-disque**sur tous types de matériaux revêtus ou non
- *Tribomètre pion-disque*
  (montage suivant la norme ASTM G 99)



Caractérisation de peintures et de revêtements

- Contrôles d'aspect

ISO 3668 Contrôle visuel**:** Comparaison visuelle de la couleur de la peinture par rapport à un étalon et sous différents éclairages : aspect, teinte, brillance.

Différentes lumières possibles selon le type d'utilisation : lumière noire, tube fluorescent, ampoule à filament, lumière du jour artificielle.

ISO 7724-2 Mesure de couleur :Détermination de la couleur à l'aide d'un colorimètre en mesurant les longueurs d'ondes émises par la peinture sous un éclairage spécifique.

ISO 2813: Mesure de brillance: Effectuée sur un revêtement à l'aide d'un brillancemètre qui projette un faisceau lumineux à un angle normalisé sur la surface afin de mesurer la perte d'intensité après réflexion.

Détermination de la réflexion spéculaire de feuils de peinture non métallisée à 20°, 60° et 85°.

ISO 4628-1 à -6 et -8 Dégradation: Evaluation de la dégradation du revêtement par rapport à l'intensité des changements d'aspect, à la quantité et à la dimension des défauts, ...

CRITT
Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

Caractérisation de peintures et de revêtements

Essais de résistance aux agents chimiques

ISO 2812-2 Immersion dans l'eau: Évaluation de l'action de l'eau sur le revêtement par immersion complète ou partielle en estimant sa détérioration.

ISO 2812-3 Milieu absorbant: Détermination de la résistance d'un revêtement à l'action de liquides ou de produits pâteux en utilisant un milieu absorbant.

ISO 2812-4 Méthode à la tâche : Détermination de la résistance d'un revêtement mis en contact avec des liquides ou produits pâteux et ceci afin de jauger les dommages subis.

D27 1740 Liquides organiques: **Méthode RENAULT** Méthode permettant de déterminer l'action des liquides organiques *(Ex : liquide de freins, liquide de refroidissement, huile, carburants,…) sur un revêtement peinture.*

Essai sur mesure: Immersion dans des bains à une température donnée en fonction de la demande, de la capacité des étuves ventilées, du type de revêtement,...essais de vieillissement accélérés

CRITT
Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

Caractérisation de peintures et de revêtements

- **Essais de gravillonnage / grenaillage**

- **ISO 20567-1/ D24 1702 (Méthode RENAULT) /D24 1312 (Méthode PSA):** Détermination de la résistance d'un revêtement soumis à l'impact d'un ou plusieurs projectiles (cailloux, grenailles, gravillons,…) de manière à quantifier son altération.

Caractérisation de peintures et de revêtements

Essais de résistance à la tenue

ISO 1519 Essai de pliage : Contrôle de l'adhérence d'un revêtement suite à la déformation de son substrat sur un mandrin cylindrique de rayon défini, de manière à déterminer la résistance à la fissuration et au décollement du revêtement.

ISO 1520 Essai d'emboutissage : Déformation lente et progressive provoquée par la montée d'une bille en contact avec l'échantillon peint de façon à évaluer la résistance du revêtement en mesurant son craquèlement ou décollement.

ISO 2409 Essai de quadrillage (contrôle d'adhérence): Ce test associe d'abord l'élaboration d'un quadrillage en incisant le revêtement en surface à l'aide d'un peigne, puis la réalisation d'essais d'arrachement avec un ruban adhésif pour estimer la force nécessaire à décrocher le revêtement en surface.

ISO 6272-1 & -2 Résistance au choc : Un revêtement est soumis à une déformation rapide provoquée par la chute d'une masse avec un pénétrateur sphérique de surface importante (ISO 6272-1) ou réduite (ISO 6272-2) de manière à pouvoir jauger les effets d'une telle déformation sur le revêtement par la présence de fissurations, craquelages, décollements, écaillements,..

CRITT
Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

Caractérisation de peintures et de revêtements

Mesure de dureté des dépôts et revêtements

ISO 2815 Indentation Buchholz: Réalisation d'une rayure sur un revêtement par une roue lestée et la longueur de l'indentation obtenue permet d'estimer la déformation résiduelle du revêtement. Dureté crayon

ISO 15184 L'essai de dureté crayon consiste à déterminer la dureté d'un feuil de peinture en déplaçant à sa surface des crayons de dureté connue. Amortissement pendule

ISO 1522 L'amortissement du pendule sur un revêtement offre la possibilité de déterminer une valeur comparative de dureté (par exemple) à partir du nombre d'oscillations mesurées pendant un temps donné.

Caractérisation de peintures et de revêtements

Essais de résistance à l'abrasion (TABER®)

ISO 7784-2/ASTM D 4060/ ASTM F 1978: Réalisé avec un abrasimètre TABER® double afin de mesurer la résistance à l'usure d'un revêtement à l'aide de roues abrasives en caoutchouc.

Selon le type de matériaux et d'application, la charge et le nombre de cycles appliqués peuvent avoir des caractéristiques variables lors d'un essai

CRITT
Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

Caractérisation de peintures et de revêtements

- **Contrôle d'épaisseur**

- **ISO 2808 :**Mesure d'épaisseur du feuil de peintures liquides ou sous forme de poudre après cuisson sur un support en acier ou aluminium par un contrôle sur coupe métallographique
- **/:** Mesure d'épaisseur d'un revêtement sur tous supports métalliques par lecture directe à l'aide d'un appareil de mesure type Positecto

CRITT
Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

Caractérisation de peintures et de revêtements

Essais divers

ISO 2811-1 Détermination de la masse volumique des peintures, vernis et produits assimilés au moyen d'un pycnomètre.

La méthode est limitée aux produits de viscosité faible ou moyenne à la température d'essai. Extrait sec

ISO 3251 Détermination de l'extrait sec par différence de masse Composition chimique et groupements présents

Détermination des groupements présents et de la composition chimique d'un revêtement par comparaison à des spectres de référence à l'aide d'un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

CRITT
Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

Caractérisation de peintures et de revêtements

Cabine de peinture

Le CRITT MDTS dispose d'une plate-forme avec cabine de peinture pour des pièces de l'industrie automobile, aéronautique, ferroviaire,…

Cette plate-forme est composée :

- d'un box de préparation équipé d'un système de ventilation afin de pouvoir préparer en toute sécurité toutes sortes de mélanges qui émettent des COV.
- d'une cabine de peinture avec pistolet manuel ou sur bras robotisé.
- d'une étuve monobloc permettant d'effectuer la cuisson de pièces métalliques ou organiques à une température comprise entre 40°C et 400°C.

CRITT
Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

Caractérisation de peintures et de revêtements

Applications

- Mise au point du dépôt de peinture selon le type de matériau sur lequel sera déposée la peinture et les propriétés de celle-ci.
- Possibilité de valider ensuite les dépôts effectués par l'intermédiaire des moyens de caractérisation dont dispose le CRITT-MDTS (*cf. pages 20 à 28*).
- Recherche et optimisation des meilleurs paramètres de réglage (vitesse, plage de balayage, temps,…) pour déposer une couche de peinture dans le cadre de présérie avant lancement de production.
- Recherche d'amélioration de la robustesse de couches de peinture successives afin d'obtenir la meilleure cohésion possible entre les couches.

CRITT
Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

Essais de vieillissement accélérés

ISO 3248 Essais sous l'effet de la chaleur

Estimation du comportement d'un revêtement soumis à une température modérément élevée dans le but d'identifier l'influence que celle-ci peut avoir par rapport au changement de brillance, de couleur, au cloquage, au craquelage, au décollement,...

ISO 9227/ ASTM B 117/ D17 1058 (Méthode RENAULT) Essais au brouillard salin neutre
Détermination de la résistance d'un revêtement exposé à un brouillard salin neutre.

ISO 3231/ ASTM G 87/ DIN 50018/ ISO 6988 Essais au dioxyde de soufre (SO_2)
Evaluation de la résistance d'un revêtement placé sous atmosphère humide contenant du SO_2.

Essais sous conditions climatiques**(selon spécifications ou sur mesure)** Détermination de la résistance d'un revêtement à des températures et taux d'humidités spécifiques ou sur mesure.

CRITT
Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

Essais de vieillissement accélérés

ISO 6270-1/ ISO 6270-2 Essais en condition humide(sous condensation d'eau)
Détermination de la résistance à l'humidité d'un revêtement soumis à des atmosphères de condensation d'eau :

- en continu *(ISO 6270-1)*
- *de façon constante ou alternée (selon la norme ISO 6270-2)*

Essais d'ensoleillement alterné ou combiné avec des conditions climatiques

Exposition à des rayonnements UV combinée à des conditions climatiques (ajustées en température et humidité) normées ou sur mesure.

ISO 9142 Essai sur assemblages collés Exposition des assemblages collés à différentes contraintes d'environnement (climatiques ou chimiques) afin d'en déduire leurs l'influences.

Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

Essais de vieillissement accélérés

Essais sous conditions cycliques

- **D17 2028 (Méthode RENAULT)** Détermination de la résistance d'un revêtement soumis à des changements automatiques de phase :
  « brouillard salin / humidité / séchage ».

- **ISO 11997-1** Détermination de la résistance d'un revêtement soumis à des cycles : « brouillard salin / sécheresse / humidité »

- **NF T 30-049** Détermination de la résistance d'un revêtement soumis à des cycles : « chaud / froid / humidité / pluie / UV »

- **D17 1686 (Méthode RENAULT)** Détermination de la résistance d'un

Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

Essais de vieillissement accélérés

ASTM A 967 Résistance de la couche de passivation des aciers inoxydables

Vérification par l'un des tests suivants :

- Test d'immersion dans de l'eau
- Test à haute température
- Test au brouillard salin
- Test au sulfate de cuivre

ISO 2085 Contrôle de la continuité des couches anodiques minces

Contrôle de la continuité des couches anodiques minces sur l'aluminium et ses alliages par un essai au sulfate de cuivre.

Essai réalisé sur des couches anodiques ayant une épaisseur inférieure à 5 µm ou ayant subi une déformation.

CRITT
Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

Merci pour votre attention

Pour le PECM, choisissez PEMTec.

PEMTec
HIGH PRECISION TECHNOLOGY

Sommaire

L‘histoire de l‘entreprise

La technologie et le principe du procédé PECM

Les secteurs d‘activité

Nos machines

L‘ automatisation

Les centres d‘application PEM

HISTOIRE DE L'ENTREPRISE

PEMTec est synonyme de précision.

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

After years of intense development work, PEMTec is one of the technology leaders for precise electrochemical machining. The enterprise is engaged around the world as an engineering company that has further developed the PECM technology into a unique and series-proven industry standard: the "Pemmen".

Histoire de l‘entreprise

- L‘entreprise a été fondée en 1995
- Elle appartient au groupe Wacht depuis 1998, avec le siège social PEMTec GmbH établi à Konz (D)
- Depuis 2003, PEMTec SNC à Forbach (F), réalise le développement, la fabrication et la vente des machines PECM
- L‘ingénierie et les formations spécifiques aux procédés PEM
- La mise en place des centres d'application PEM implantés à l'échelle internationale pour soutenir les clients, à la fabrication du processus et des outillages.

- Founded in 1995
- Owned by the Wacht Group since 1998
- Development, manufacturing and sale of PECM machine tools and associated process periphery
- Specific PEM process engineering and training
- International located PEM Application Centers for customer-specific process and tool manufacturing support

TECHNOLOGIE

Nous pemmons.

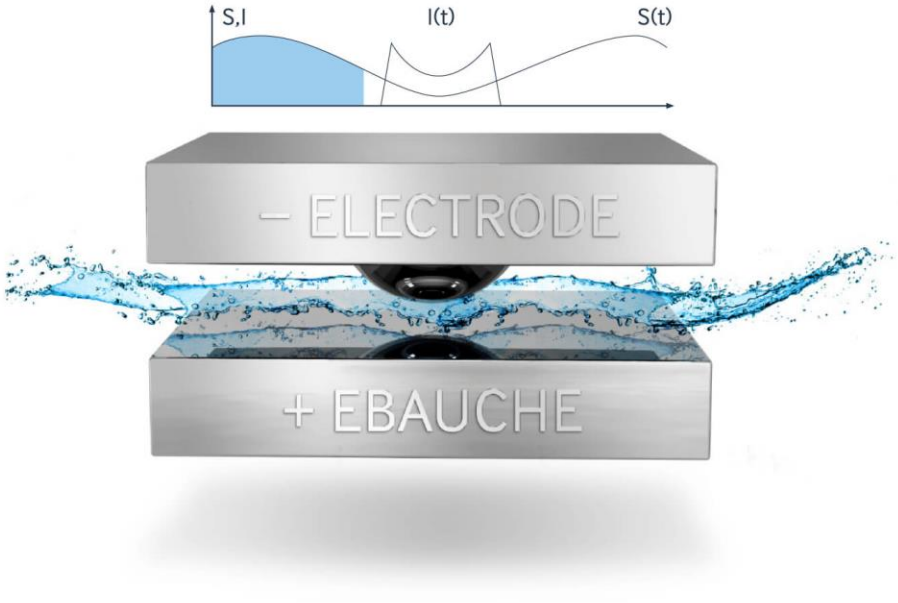
PEMTec est un des leaders de la technologie d’usinage électrochimique de précision. Nous avons créé le verbe « pemmer » pour décrire précisément la technologie PECM et la délimiter explicitement. Pemmer, de quoi parle t‘on?

PEMTec is specialised in precise electrochemical metal processing. We coined the word „pemming“ to clearly describe and differentiate this PECM technology from other production technologies. And what is it about exactly?

Principe du procédé PECM

> **Pièce:**	l‘anode
> **Electrode:**	la cathode
> **Electrolyte:**	Eau salée
> **Tension de process:**	5 – 15 Volts
> **Densité de courant:**	25 – 100 Ampères/cm²
> **Vitesse d‘avance:**	0 – 3 mm/min (en fonction de l‘application)
> **Reproductivité:**	2 – 5 µm (gap frontal)
> **Qualité de surface:**	Ra >= 30 Nanomètre (0,00003 mm)

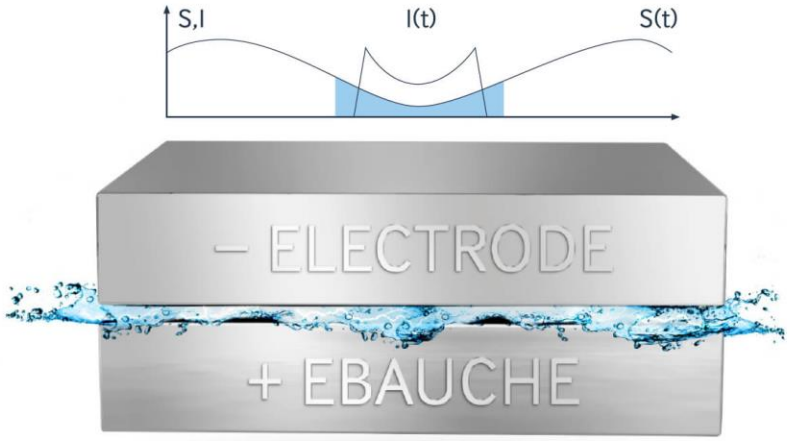
Fonctionnement du process PECM | 1er phase



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

> Working gap opens and fresh electrolyte is injected

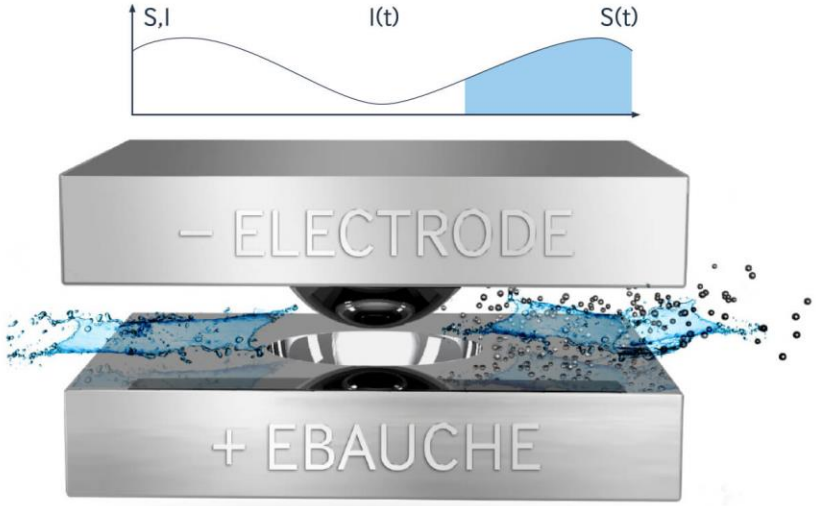
Fonctionnement du process PECM | 2ème phase



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

> Close the working gap. The tool electrode (cathode) and workpiece (anode) approach up to 10 µm. A controlled current pulse is triggered. In this moment the material is removed by anodising the surface.

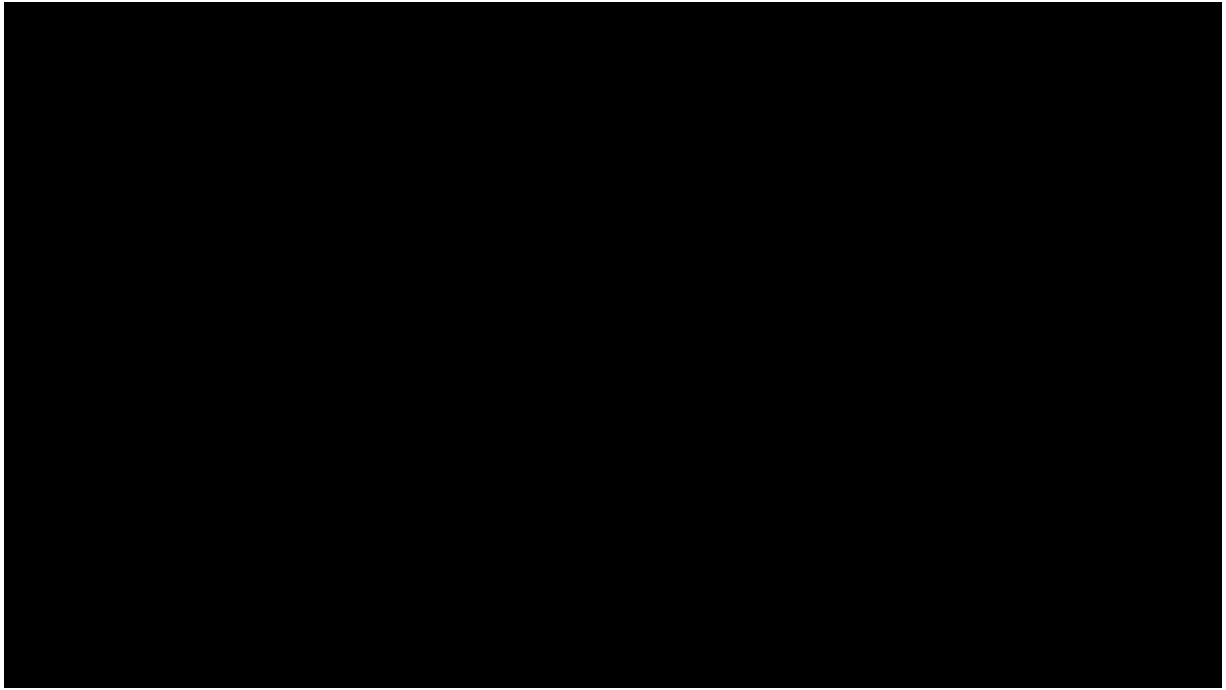
Fonctionnement du process PECM | 3ème phase



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

> Open working gap. The electrolyte with the removal material is flushed out of the gap.

Fonctionnement du process PECM | film



Avantages de ce process Benefits of the PECM process

La production économique de pièces en série

> Des formes géométriques complexes peuvent être usinées avec précision dans la plupart des métaux

> Des superalliages ou aciers issus de la métallurgie des poudres sont usinés indépendamment de leur dureté et de leur résistance

> Avec des électrodes multiples, les pièces sont transformées dans des temps records

Economical serial production

> Complex geometries can be produced precisely and formally

> Superalloys and PM steels machined regardless of their hardness and toughness

> Shorter process times by using multiple electrodes

Plus rapide

PLus économique

Plus flexible

Avantages de ce process Benefits of the PECM process

Usinage sans contrainte

> L'usinage est réalisé sans contact

> Pas d'influence mécanique ou thermique sur les pièces

> Résultats d'une extrême stabilité et sans microfissure

> Absence totale de bavure sur les pièces usinées

> Réalisation de l'ébauche, la finition et du polissage en une seule passe.

Stressless material processing

> Completely contactless, without thermal or mechanical influences, Workpieces can be produced with maximum stability and without microcracks, Absolutely burr-free, Roughing, finishing and polishing are done in a single operation

Plus rapide

PLus économique

Plus flexible

Avantages de ce process Benefits of the PECM process

Les nouvelles solutions pour une production de haute qualité

> Produisez sans générer d'usure de l'outillage liée au process

> Atteignez une précision de l'ordre du micron ainsi qu'une grande répétabilité

> Pas de surface altérée

> L'état de surface peut atteindre un Ra jusqu'à 0,03 µm

Innovative and high production opportunities

> Produce without process-related tool wear, Image accuracy and repeatability in the lower micrometer range, Surface quality (Ra) of up to 0.03 µm

Plus rapide

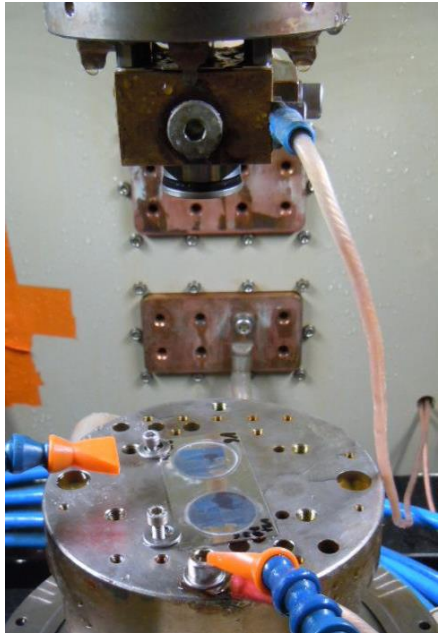
PLus économique

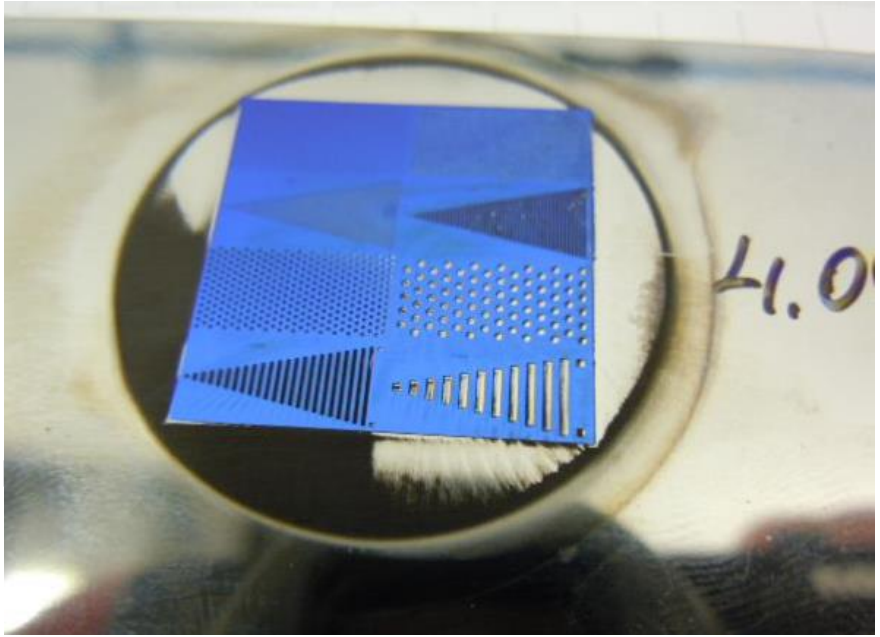
Plus flexible

L‘outil : l‘électrode

L‘outil : l‘électrode

PECM with coating : Flat electrode and plates with coating





Qui travaille avec les machines d‘usinage de précision PEMTec?
Who is producing parts with PEMTec‘s machines?

Les principaux secteurs d‘activité

Industrie automobile

Aéronautique et aérospatiale

Technique médicale

Poinçons de monnaie

Fabrication des outillages

L‘aéronautique et l‘aérospatiale

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

PEMTec machines manufacture components for the aerospace industry, where high surface quality and maximum stability are essential. Without microcracking complex geometries are introduced into high-temperature resistant superalloys.

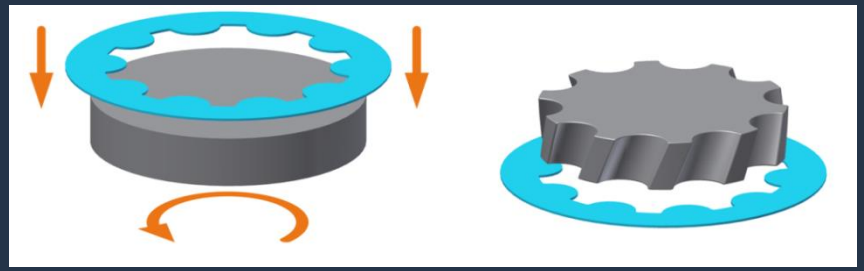
LES APPLICATIONS

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

Exemple : roue de turbine

Matière : Inconel 718
Profondeur d'usinage : 12 +/- 0,075 mm
Etat de surface : Ra 0,8
Temps d'usinage : 45 min

La solution

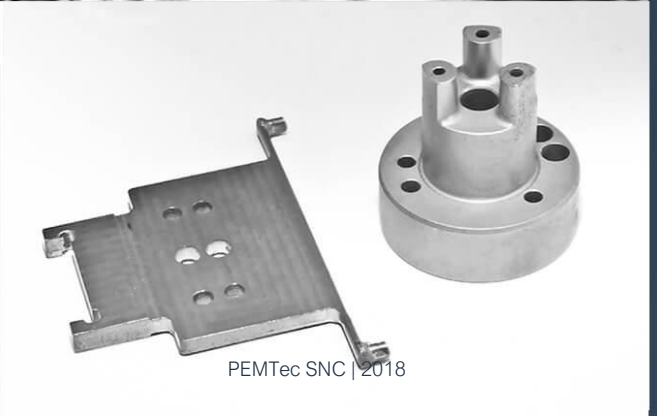


Le processus PECM permet d´usiner toutes les dentures du disque de turbine en une seule opération
La cathode ne subit aucune usure par le process
La synchronisation de l´axe Z et de la table tournante permet d´usiner le profil des dents

L‘industrie automobile

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

With the precise electrochemical metal machining of PEMTec, serial production and the economical production of high-end products are already possible today and have been established at various premium manufacturers

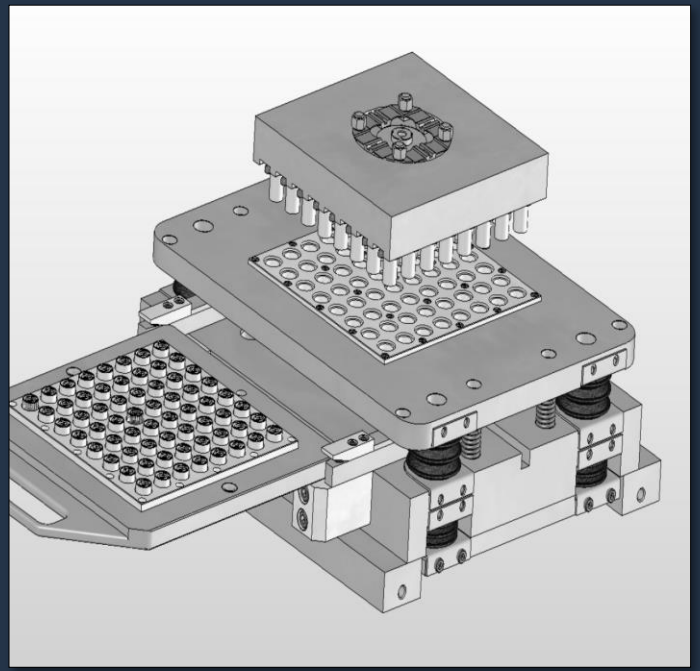


LES APPLICATIONS

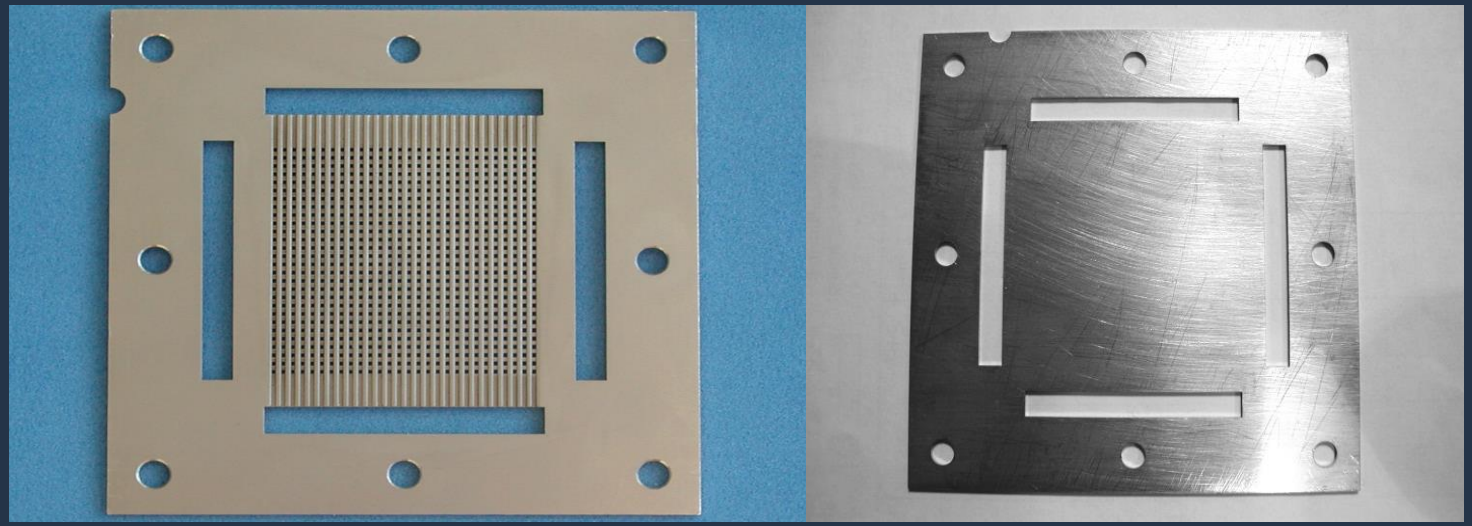
- Crémaillère
- Levier (composant du turbocompresseur)
- Vanne (système à injection)
- Pompes d’injection de carburant
- Villebrequin
- Arbre à cames
- Bielle

Exemple : Clapet d‘injecteur

- Profondeur d´usinage : 0,15mm±0,05
- Temps de cycle : 180 secondes
- Outillage à 64 empreintes avec chargement à cassette
- Temps de cycle / pièce : 2,8 s



Exemple : échangeur thermique



Le médical

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

Absolutely burr-free workpieces and smooth surfaces of highest quality are an absolute must for medical technology. In the manufacture of tablets and implants for the human body many materials commonly used in medical technology are brought into shape by using a PEMTec machine.

APPLICATIONS

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

Exemple : embase tibiale

Profondeur d´usinage : 0,2mm±0,05
Temps de cycle : 180 sec.
Etat de surface : polis miroir
Matière : CrCo

Les poinçons de monnaie

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

The quality and imaging accuracy of the PECM technology meet the requirements of the minting technology. PEMTec machines produce sharp contours and absolutely smooth surfaces that achieve the best results.

LES APPLICATIONS

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

Exemple : poinçon de monnaie

6’16“

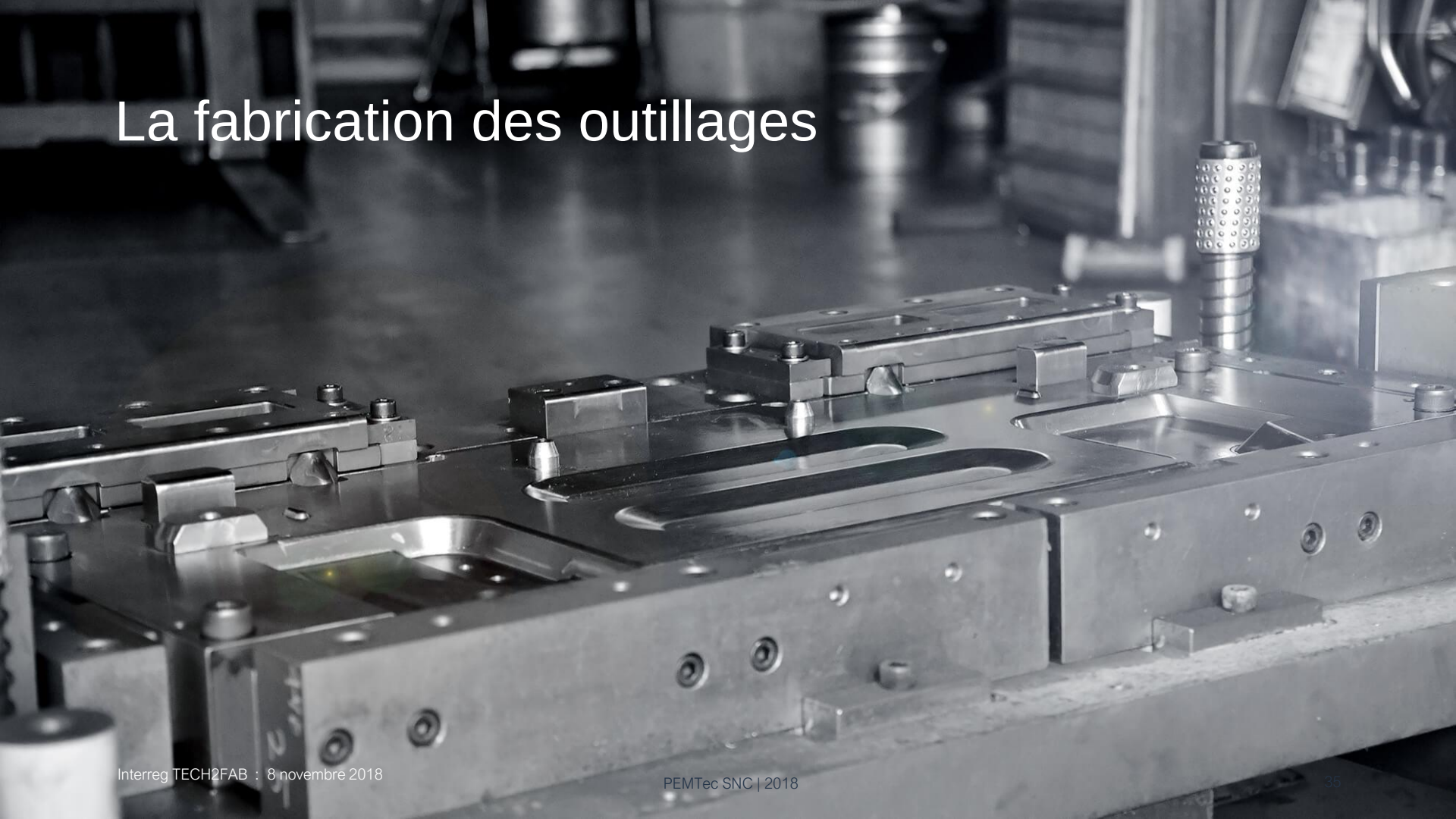
Exemple : poinçon - médaille

Poinçon

Temps d’usinage du poinçon : 12 min

Médaille

La fabrication des outillages



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

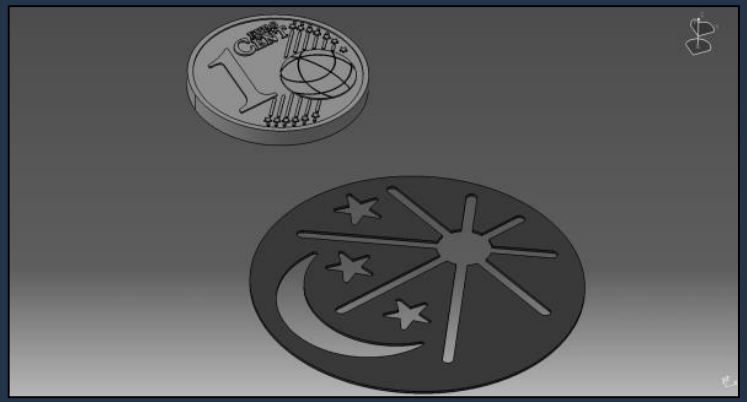
PEMTec machines enable complex geometries to be produced precisely and formally on almost all metals. Within the shortest possible process times, even superalloys and PM steels are processed without burrs, regardless of toughness and hardness.

LES APPLICATIONS

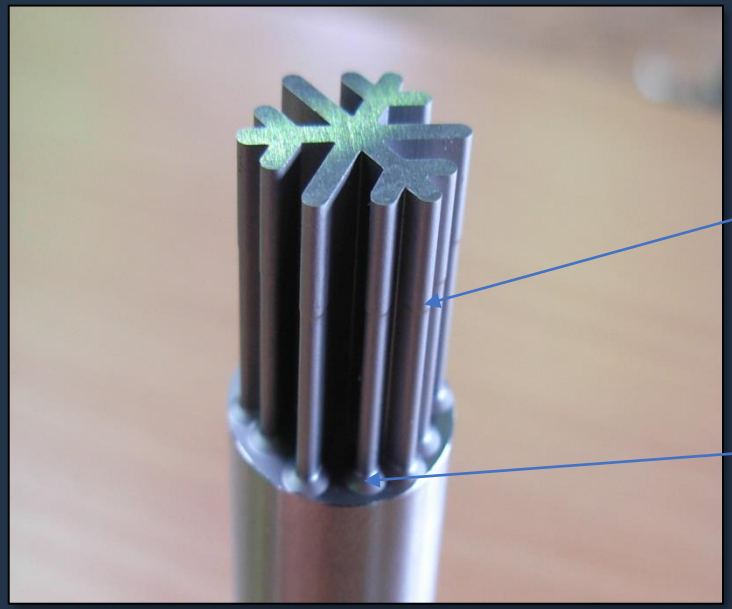
- > Poinçons de découpage
- > Poinçons de formage
- > Poinçons de perçage
- > Outils de mise en forme
- > Matrices

Exemple : poinçon

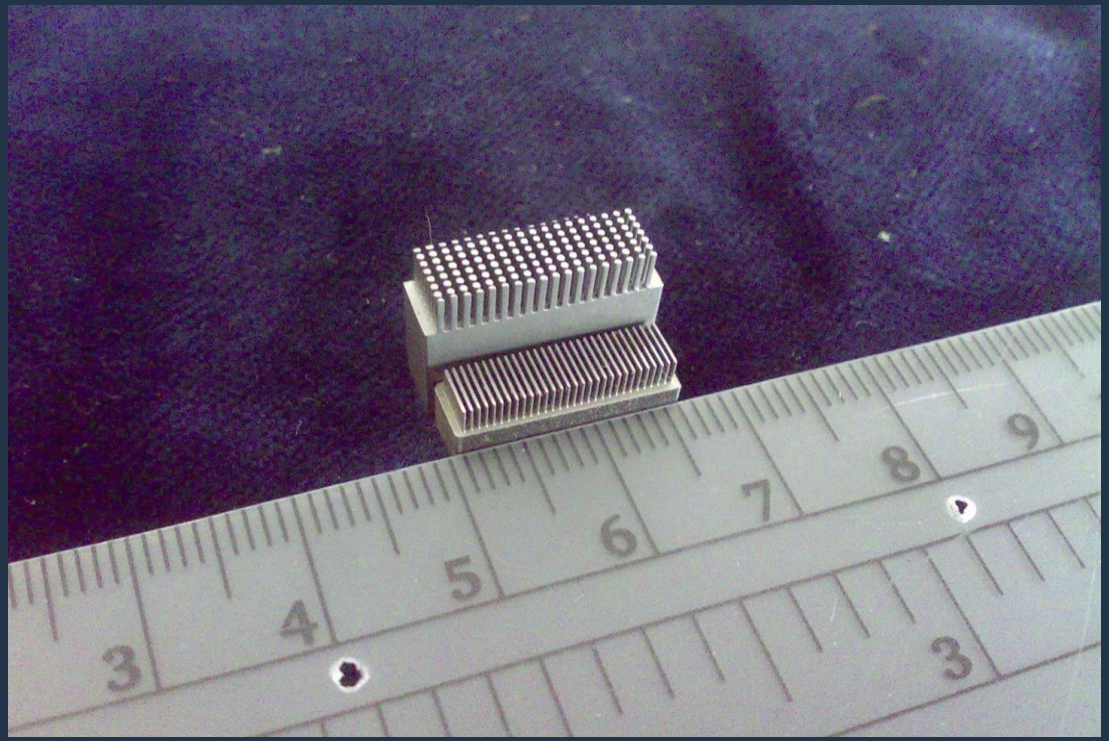
-Profondeur d´usinage PECM 14mm
-Possibilités d´usiner des dépouilles
-Temps d´usinage : 40 minutes
-Accroissement de la durée de vie du poinçon/aucune contrainte thermique



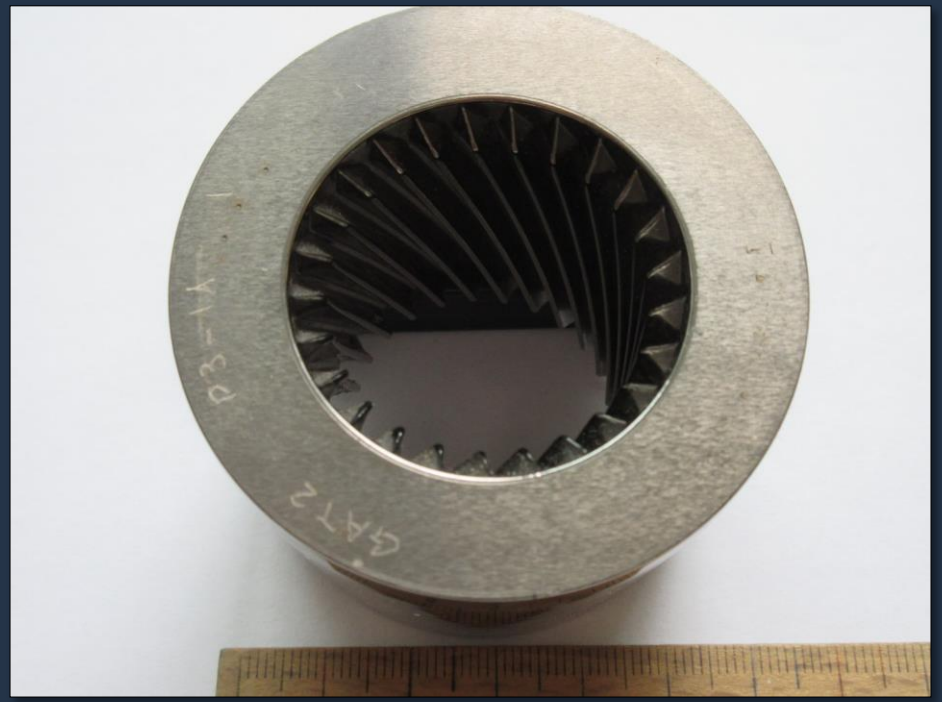
Exemple : poinçon



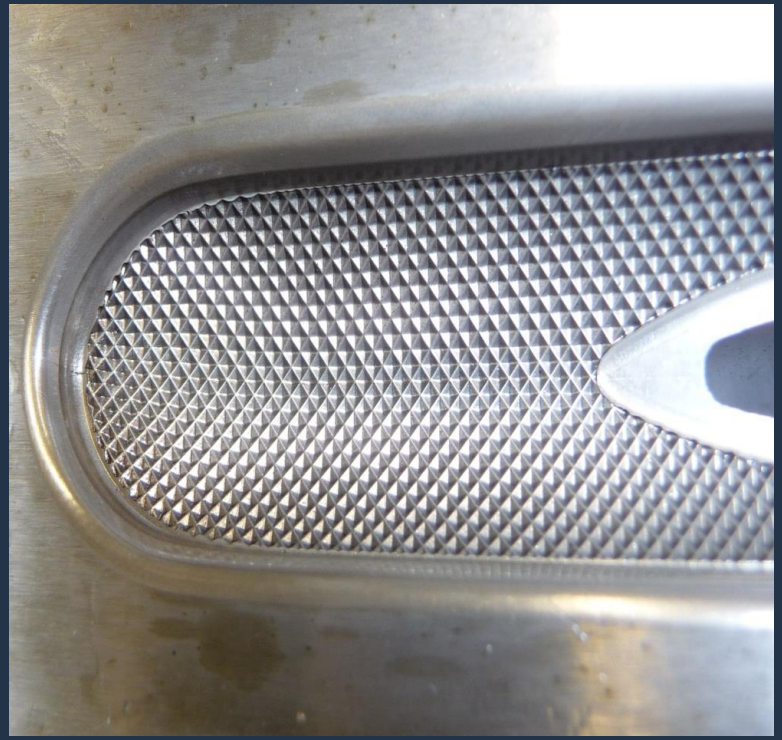
Exemple : poinçon miniature

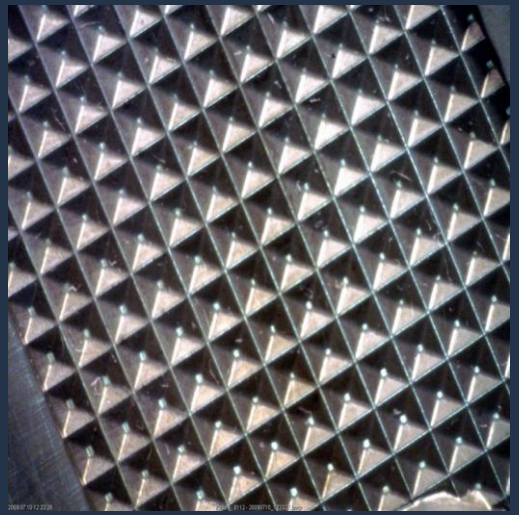


Exemple : autres secteurs d‘activité



Exemple : structuration

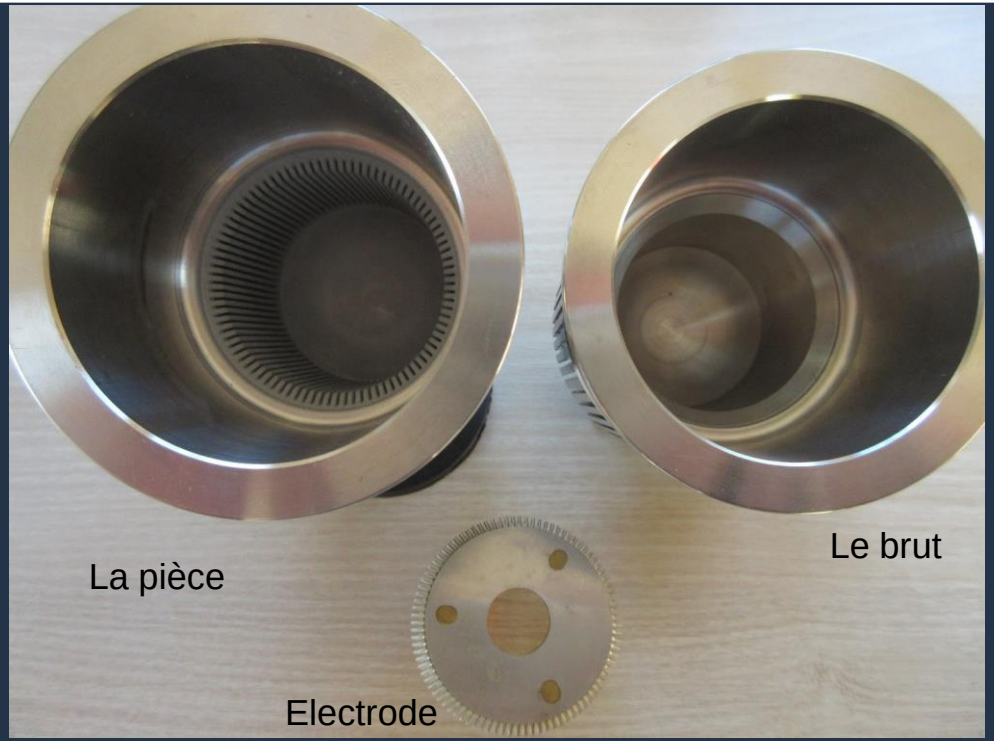




Exemple : autres secteurs d‘activité

Exemple : autres secteurs d‘activité

Exemple : autres secteurs d‘activité



Exemple : autres secteurs d‘activité

Moule

Matière : Thyrinox 52 HRC

Empreinte 80 x 60 mm
Profondeur 18 mm

Temps de polissage
PECM : 2 min
Ra : 0,046 à 0,09 µm

Electrode

Exemple : autres secteurs d‘activités

Moule

Temps de texturation :

PECM (moule): 5 min

Laser (électrode) : 840 min
[14 heures]

Electrode

Nos clients

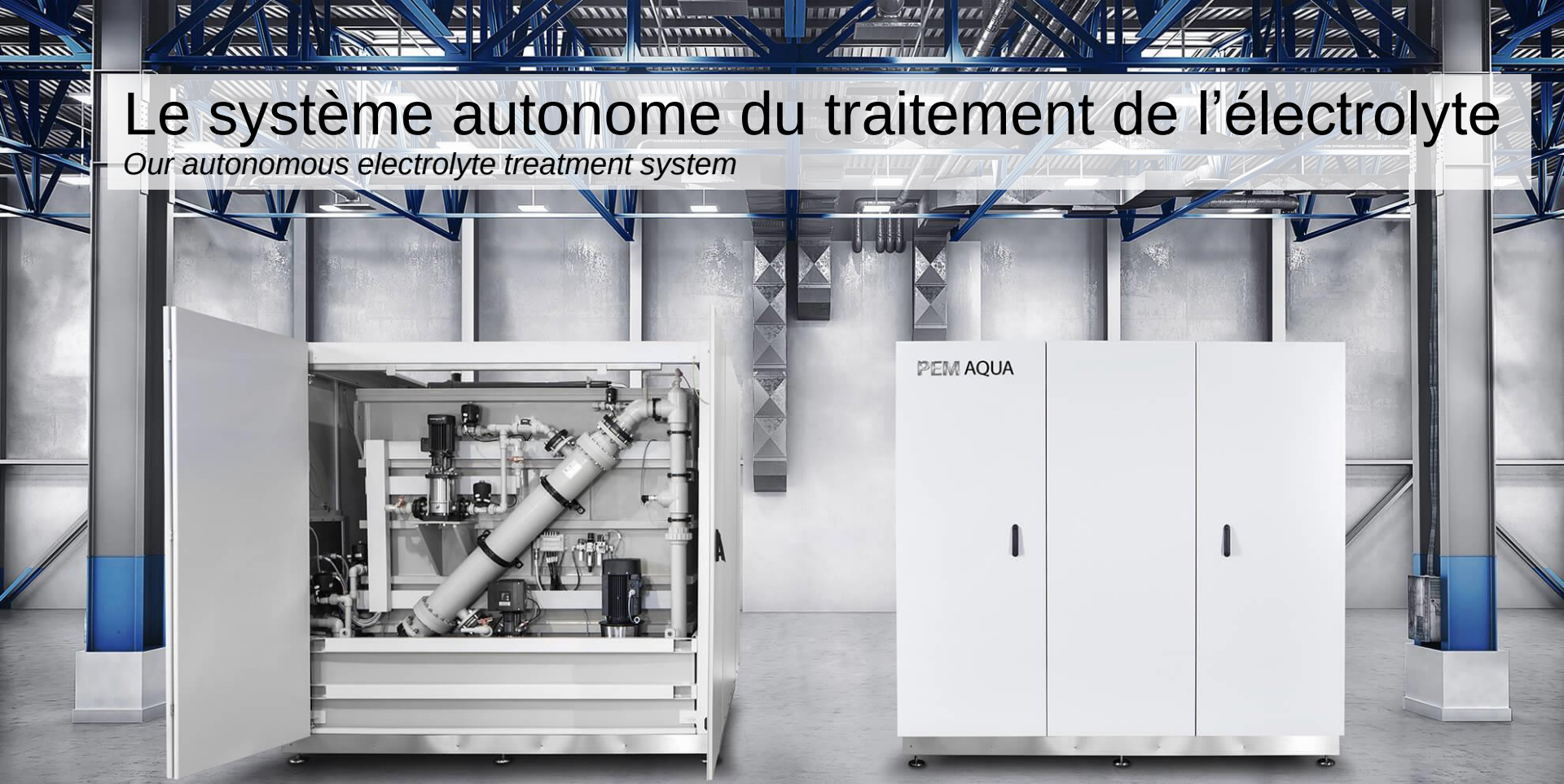
- L‘industrie automobile -- dans les secteurs, de l‘injection, du turbo, des boîtes à vitesse, les moteurs, *The automotive industry - in the sectors, injection, turbo, gearboxes, engines*,
- La fabrication d‘outils – moules, matrices, poinçons *Tool making - molds, dies, punches*
- L‘industrie aéronautique – dans la fabrication , de Blisk, de diffuseurs, de disques, de pieds de pales, de systèmes mécaniques,
  The aerospace industry - in manufacturing, Blisk, diffusers, discs, blade roots, mechanical systems,
- La mécanique de précision, la micromécanique, gravures, horlogerie
  Precision mechanics, micromechanics, engravings, watches
- La fabrication de machines (textile, compactage,)*The manufacture of machines (textile, compaction,...)*
- L‘ industrie médicale (prothèses, équipements en chirurgie, ….) *The medical industry (prostheses, equipment in surgery, ...)*
- L‘électroménager, La robinetterie industrielle, *Appliances, Industrial valves,*

NOS MACHINES

Nos machines

Le système autonome du traitement de l’électrolyte

Our autonomous electrolyte treatment system



Le système autonome du traitement de l‘électrolyte

Our autonomous electrolyte treatment system

Caractéristiques techniques : PEMAqua 2000 litres

- Le traitement de l’électrolyte dans le respect de l’environnement
- Microfiltration (0,2 µm) de l’électrolyte souillée
- Flux d´électrolyte de 40 l/min à 50 l/min
- Régulation automatique de la teneur en pH
  - pH haut = acide nitrique HNO3
  - pH bas = Hydroxyde de sodium NaOH
- Neutralisation des chromates par dosage de sulfate de fer heptahydraté FeSO47H2O
- Encombrement : 2500x2665x2160mm (L x l x H)

Le système autonome du traitement de l‘électrolyte

Caractéristiques techniques : à grande capacité

- Exemple avec un PEMAqua d´une capacité de 10.000 l
- Le traitement de l’électrolyte est respectueux de l’environnement
- 4 Microfiltrations (1µm) de l’électrolyte souillé
- Flux d´électrolyte de 160 l/min

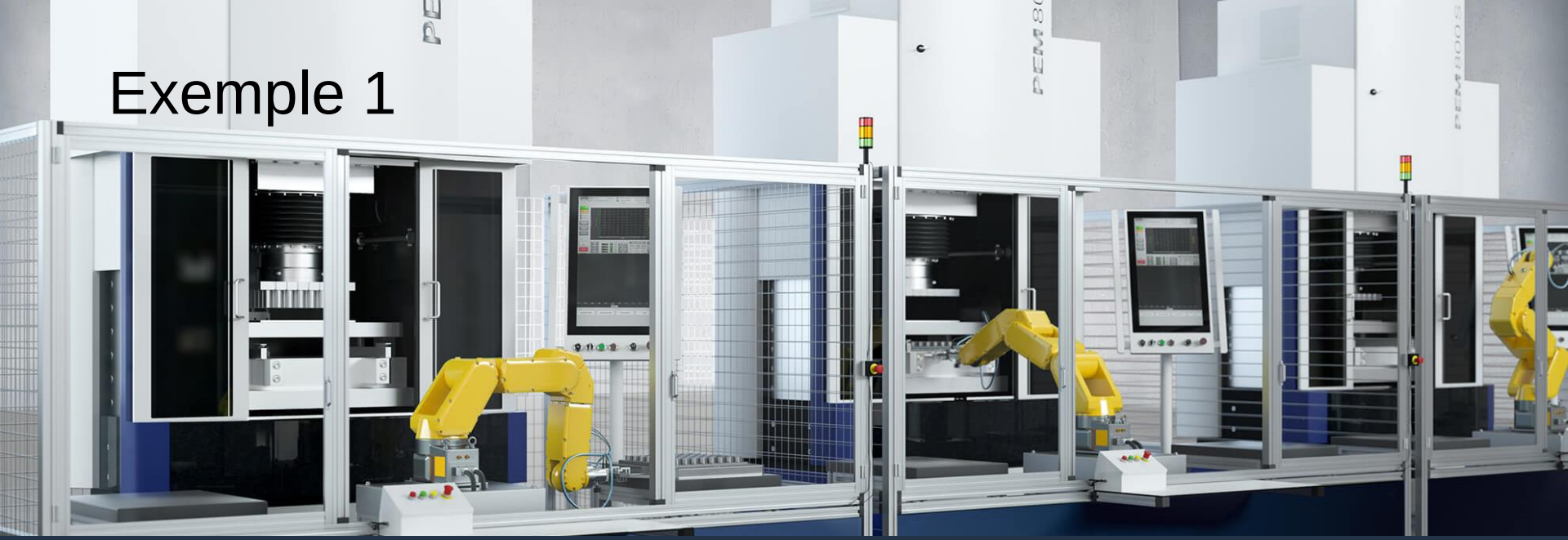
L´automatisation

Chaque machine PECM est unique, car elle intègre les particularités de chaque application *Every PECM machine can be adapted to the individual customer application.*

Notre objectif déterminé : nous voulons trouver la meilleure solution pour chaque client. *Our aim is clear: we want to find the very best solution for each and every customer*

En collaboration avec vous et nos partenaires spécialisés, nous développons une offre complète et adaptée à vos besoins. *Working together with you and our specialist partners, we will develop a complete package to suit your needs*.

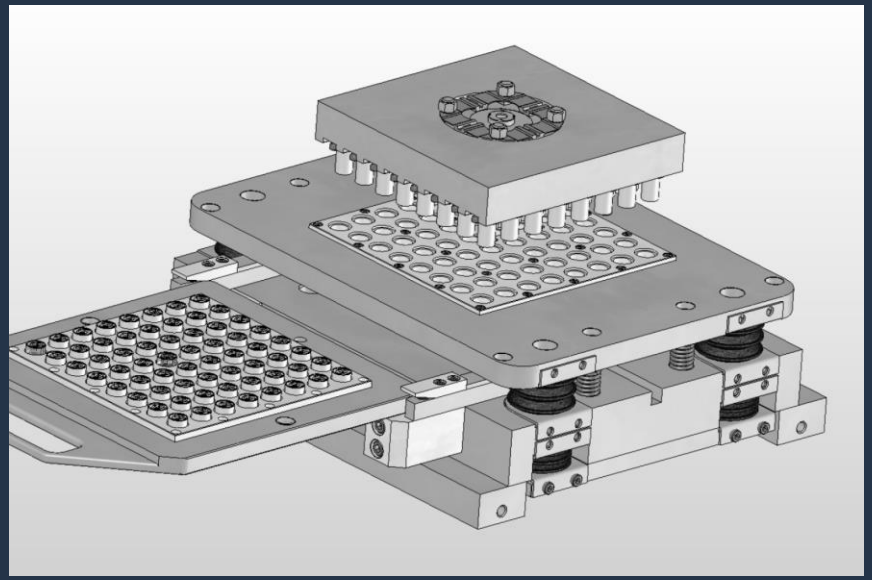
Exemple 1



L‘automatisation: un concept intégré

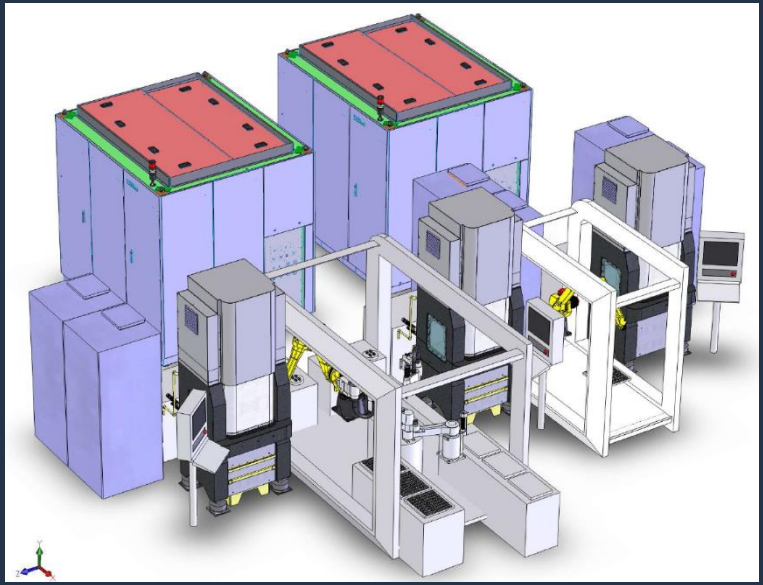
Exemple 1 :

Outillage multi empreintes :
64 emplacements à usinage simultané
Système de palettisation pour un chargement/déchargement à l’extérieur de l’espace travail

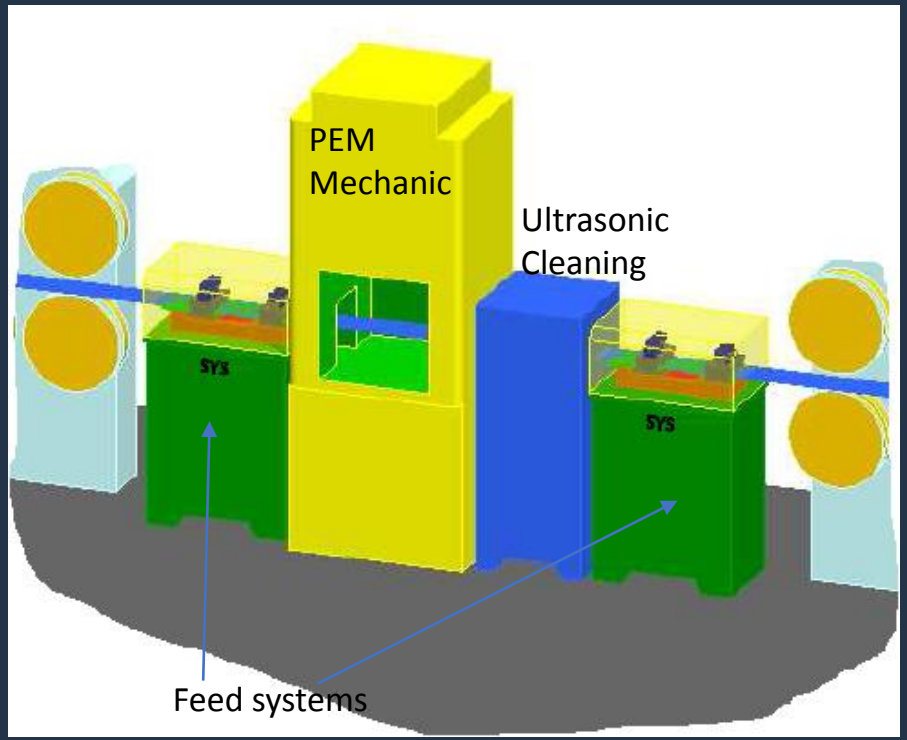


Exemple 2 :

- Automatisation intégrale de 3 machines PEM réparties sur 2 cellules robotisées
- Une cellule robotisée est dédiée au chargement/déchargement des machines 1 et 2, la seconde cellule est dédiée aux machines 2 et 3
- L'utilisation de la machine 2 est flexible, elle est reliée au deux cellules

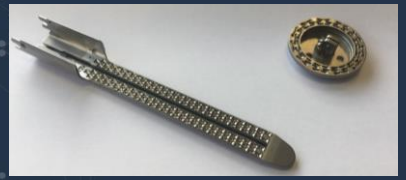


Exemple 3 :


PEM
Mechanic
Ultrasonic
Cleaning
Bobbins
Bobbins
SYS
SYS
Feed systems

Notre présence commerciale

Nous „pemmons“ sur tous les continents.



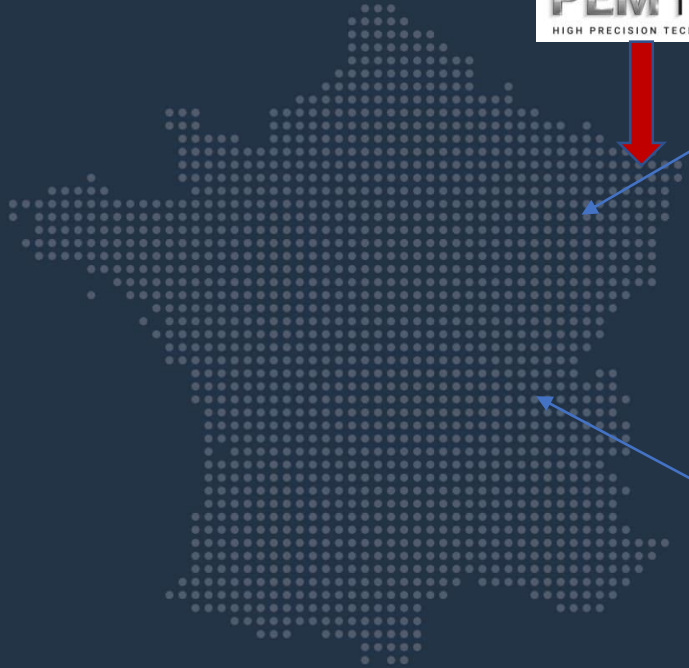
Nos centres d‘application PEM

> RM Group, USA

> Bosch ECM Technologie, Allemagne
> Boenig Präzisionswerkzeugbau GmbH, Allemagne
> PEM Applikations Zentrum GmbH, Allemagne
> SFB ECM Technologie GmbH, Allemagne
> IWU Fraunhofer Institut Werkzeugmaschinen und Umformtechnik, Allemagne
> WIBA-ECB GmbH, Allemagne
> WTN Werkzeugtechnik Niederstetten GmbH & Co. KG, Allemagne
> CETIM – Centre Technique des Industries Mécaniques , France
> Mécanique de Précision du Barrois (MPB), France
> Ter Hoek, Pays-bas
> Gerhard Rauch GmbH, L‘Autriche
> Gebr. Bräm AG Präzisionsmechanik, Suisse

> ISHIHARA SANGYO CO., LTD, Japon

Nos centres d‘application en France



Mécanique de Précision du Barrois

M. Fabien Rylko

Directeur Général

35, rue des Tilleuls

55500 LIGNY EN BARROIS

Tel. +33 (0)3.29.78.31.11

Site web : www.mpb-fr.com

Mail : f.rylko@mpb-fr.com

CETIM

M. Stéphane Guérin

Procédés **P**erformants et **I**nnovants

Tel. +33 (0)4.77.79.40.19

Site web : www.cetim.fr

Mail : stephane.Guerin@cetim.fr

Nous contacter

Merci pour votre attention !

PEMTec SNC
Eurozone, 6, rue Jules Verne
BP 60147
F-57603 Forbach
Tel: +33 3 87 13 09 00
Fax: +33 3 87 13 09 98

PEMTec GmbH
Saarburger Straße 37-39
D-54329 Konz
Tel: +49 65 01 9 44 40
Fax: +49 65 01 94 44 50

Michel GRAS
responsable commercial France
m.gras@pemtec.fr
0033 (0)6 48 49 31 41
www.pemtec.fr

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

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

CRITT-MDTS, Delphine AUZENE, 8/11/2018

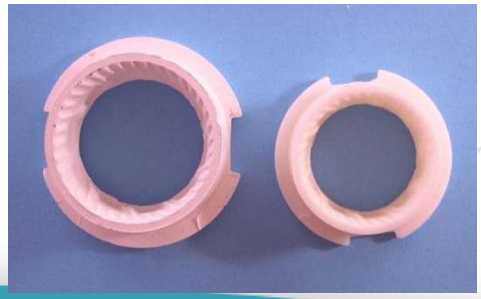
CRITT-MDTS

Définition de la technologie PIM

Le MIM est l'association et la synergie de 2 techniques classiques :
l'injection plastique et la métallurgie des poudres

MIM + CIM = PIM

Metal Injection Molding | Ceramic Injection Molding | Powder Injection Molding



Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie

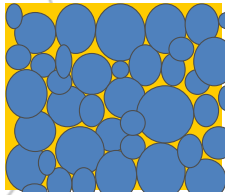
1.Elaboration du feedstock

Poudre métallique ou céramique

Liant (polymères)

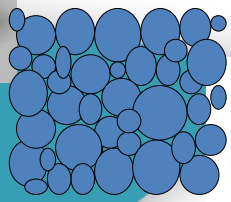
Feedstock

2. Injection

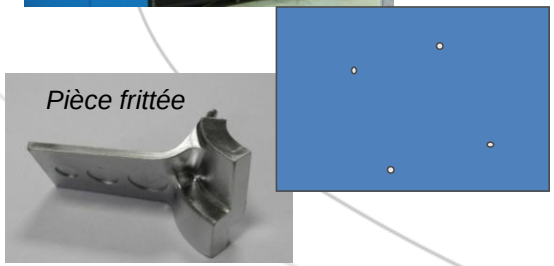


Liant / Poudre

3. Déliantage



4. Frittage



5. Post-traitements éventuels

Interreg France-Wallonie-Vlaanderen

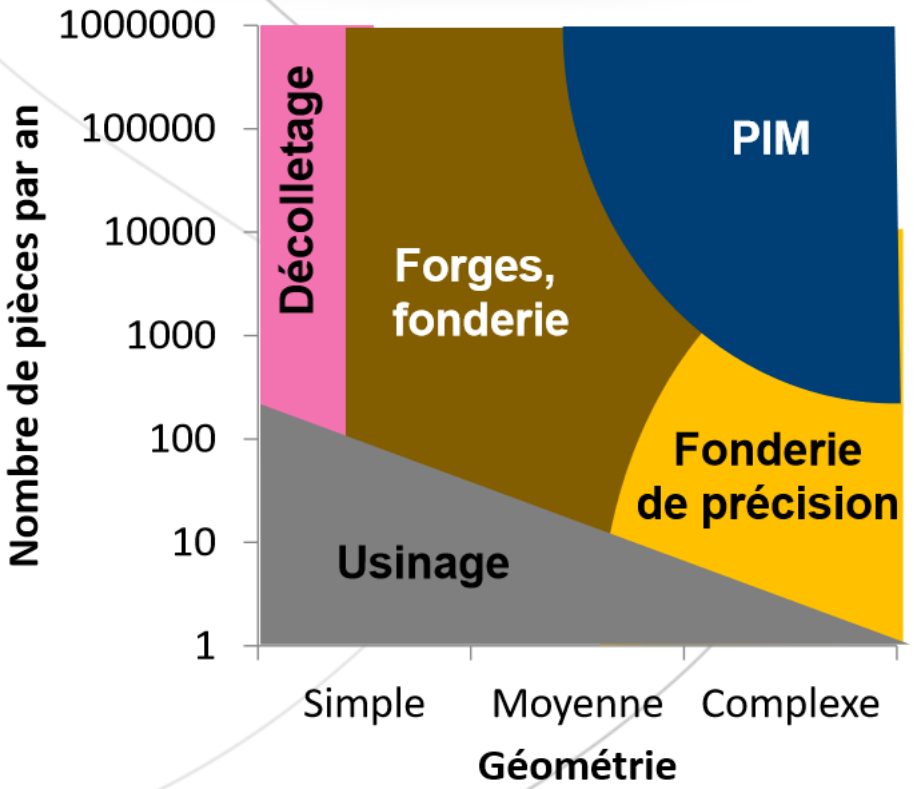
UNION EUROPÉENNE EUROPESE UNIE

TECH2FAB

www.tech2fab.eu

Positionnement de la technologie PIM

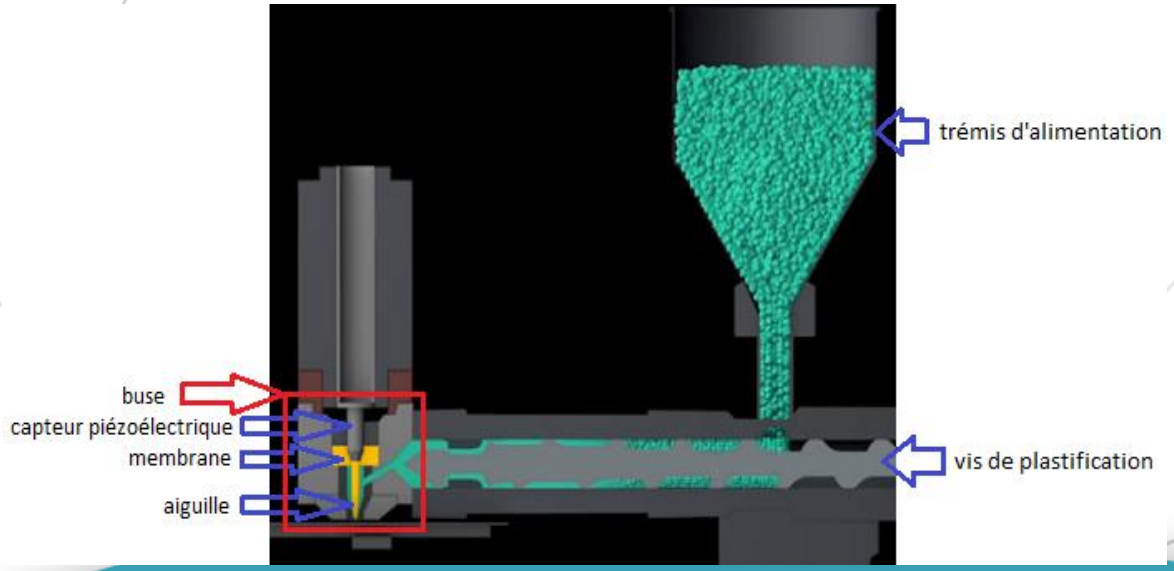
- Géométrie complexe
- Jusqu'à quelques cm^3
- Moyenne à très grande série



PIM et fabrication additive

Travaux du CRITT-MDTS

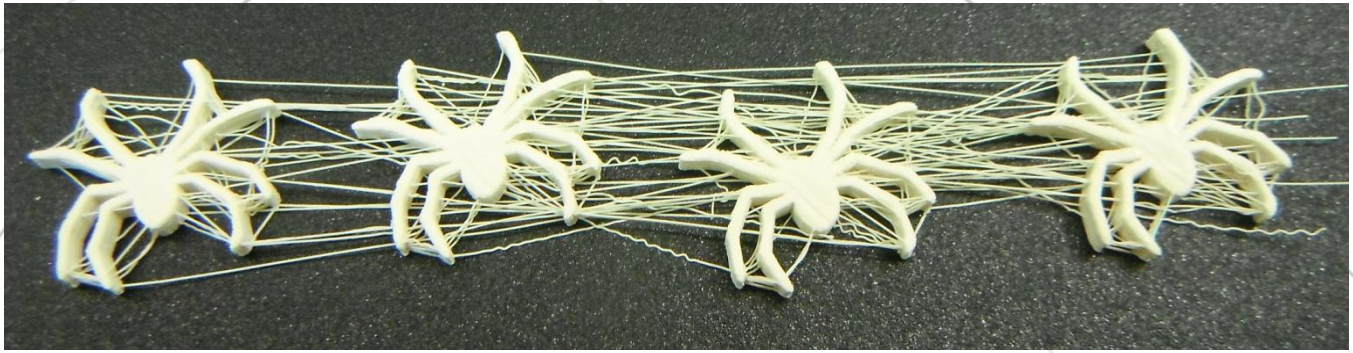
- Idée : remplacer l'étape d'injection plastique par une étape d'impression 3D => Projet 3D PIM (2014-2016)
- Acquisition de la machine de fabrication additive « Freeformer d'Arburg (2015)

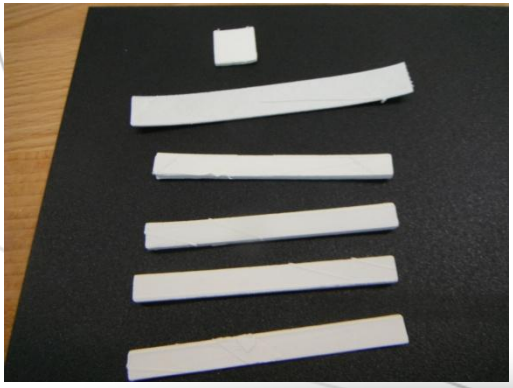


PIM et fabrication additive

Travaux du CRITT-MDTS

Travail d'impression sur des pièces en zircone yttriée:





PIM et fabrication additive

Travaux du CRITT-MDTS

Bilan:

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

PIM et fabrication additive

Beaucoup d'initiatives

« PIM like »

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

3kg Ultrafuse 316LX filament spool

PIM et fabrication additive

Ils travaillent sur le PIM like

Industriels

Producteurs

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

Fournisseurs matière première

- BASF (Allemagne)

Fabricants de machines

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

Laboratoires

- CRITT-MDTS (France)
- CEA LITEN (France)
- FOTEC (Autriche)
- Fraunhofer IKTS (Allemagne)
- RHP Technology (Autriche)
- Universitad de Castilla la Mancha (Espagne)
- Université de San Diego (USA)

Polymères et impression 3D

Les principes technologiques

- Rappel des principes d'impression:
  - Polymérisation d'un précurseur liquide

    Stéréolithographie, Digital Ligth Processing (DLP), Continuous Liquid Interface Production (CLIP)
  - Fusion sélective, couche par couche, d'un lit de poudre

    Selective Laser Sintering (SLS)
  - Dépôt de matière en fusion

    Fused Deposition Modeling (FDM), Freeformer
  - Stratoconception

Polymères et impression 3D

Atouts et limites

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

Polymères et impression 3D

Les pistes de progrès

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

Merci pour votre attention

Delphine AUZENE, responsable du département POUDRES
d.auzene@critt-mdts.com

Les partenaires du projet

Interreg France-Wallonie-Vlaanderen
UNION EUROPÉENNE EUROPESE UNIE
TECH2FAB

Développement innovant en fabrication Additive – Soustractive – Hybride (Céramique – Composite – Métal)

Dorian Deschuyteneer

Belgian Ceramic Research Centre

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

AVEC LE SOUTIEN DU FONDS EUROPÉEN DE DÉVELOPPEMENT RÉGIONAL

Hainolase®

Technological platform dedicated to materials treatment by laser techniques

Surface treatments

Additive process

Substractive process

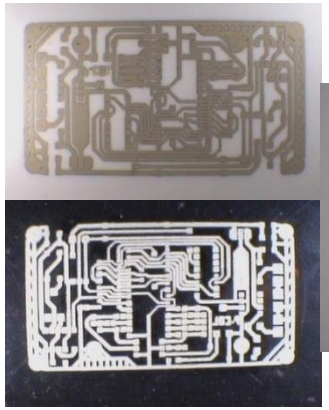
HAINOLASE
Laser Marking
Laser Cutting
5-axis Machining
Additive Manufacturing by LBM
Micro-Texturation
Hybrid Micro-Machining
Laser Cladding
Ink-Jet Printing

Investments
Ceramic additive manufacturing : Binderjet
Ceramic additive manufacturing : Stereolithography SLA

Marking
Engraving
3D Printing
by LBM
Hybrid
Machining
Hainolase®
Laser
Cladding
5-axis
Machining
Texturation
Ablation

Nd:YVO_4
1.064 µm
20W
4 axis (xyz+θ)

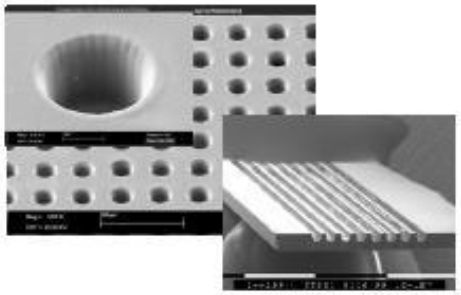
Marking
Engraving

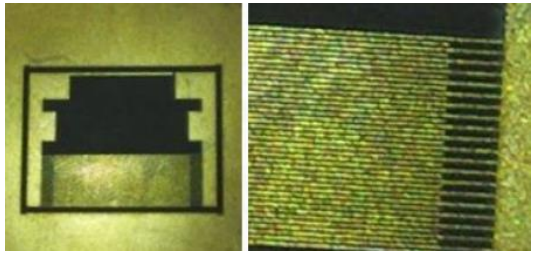


Hainolase®

Excimer
0.248 µm
$3x10^6$ W/pulse
3 axis (xyz)

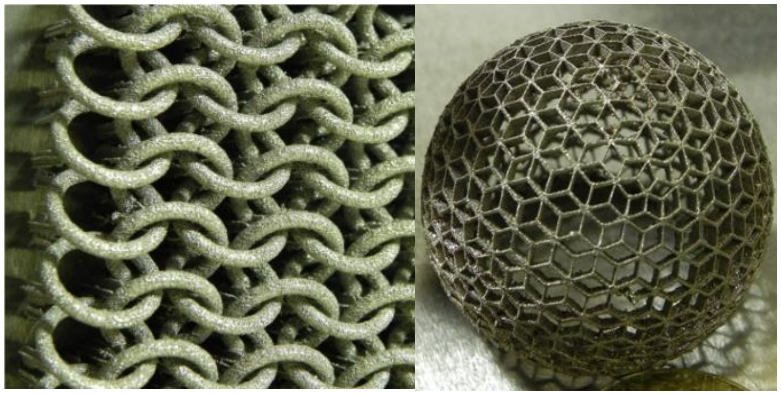
Texturation
Ablation

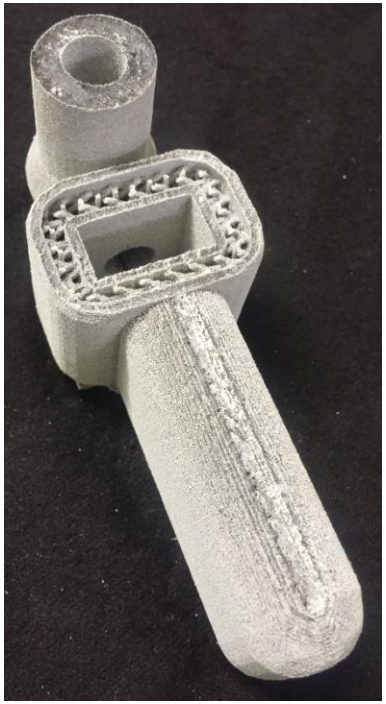




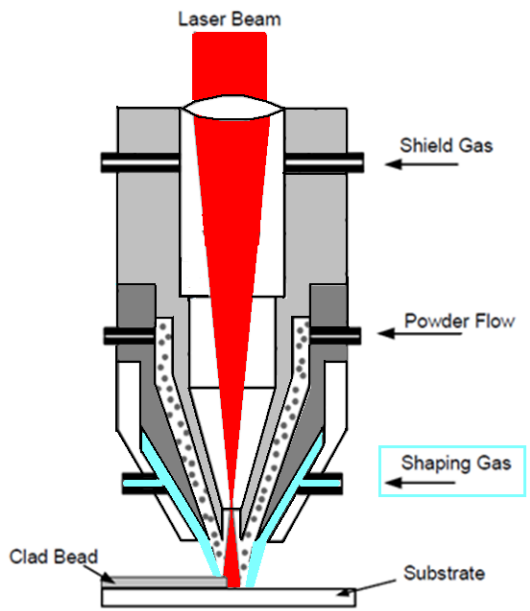
3D Printing by LBM

Renishaw 125
Nd:YAG
1.070 µm
200 W (Cw)



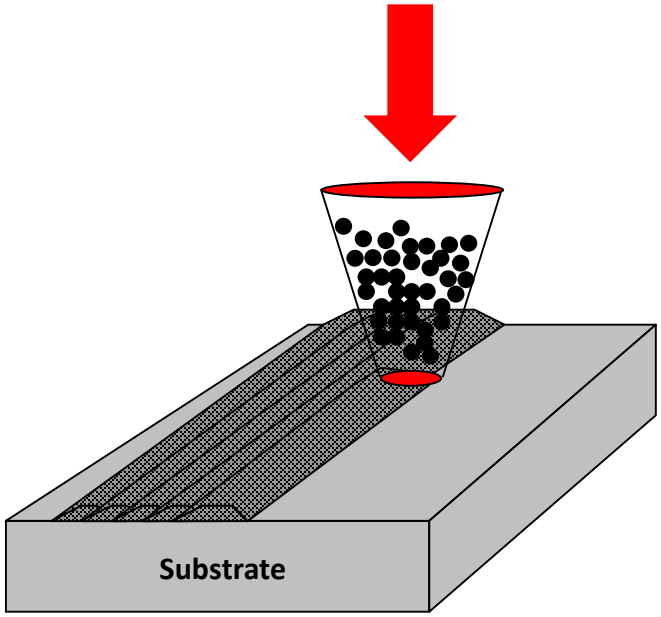


Thick Coatings Deposition Technology (> 500 µm) → Laser Welding



High Power Lasers (> 1 kW) :
CO_2, HPDL, Nd:YAG

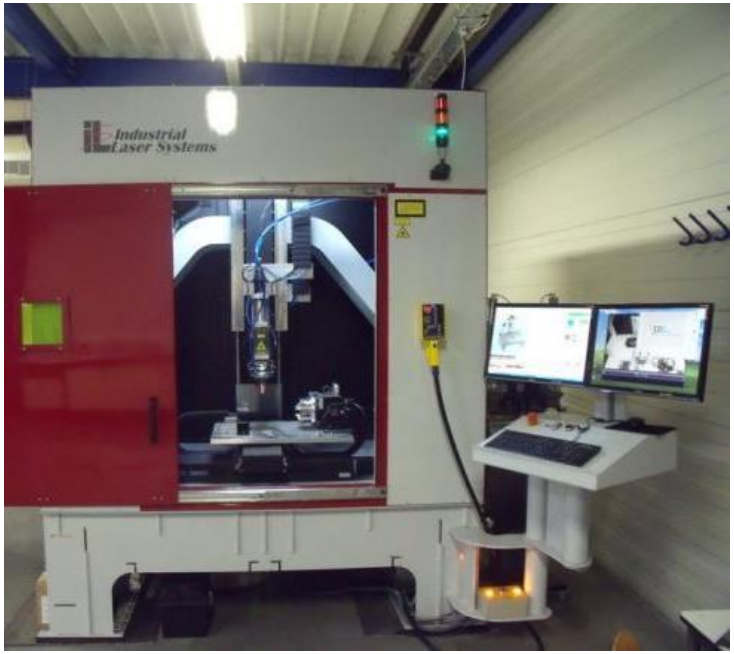
Powders :
Ceramics, Metals



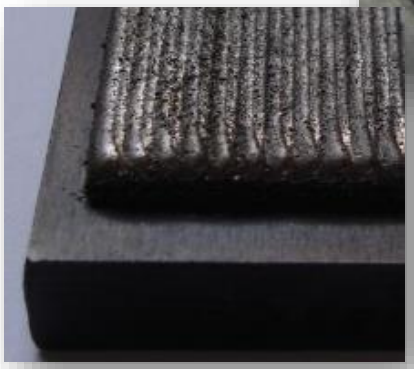
Laser Cladding

Main applications :

- **Thermal Barriers**
- **Wear/Corrosion resistance**
- **Biomed**
- **Electrical**



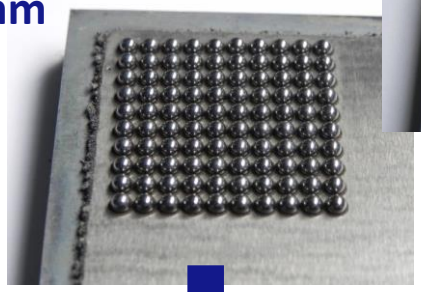
ILS
Nd:YAG
1.064 µm
1 kW (Cw)

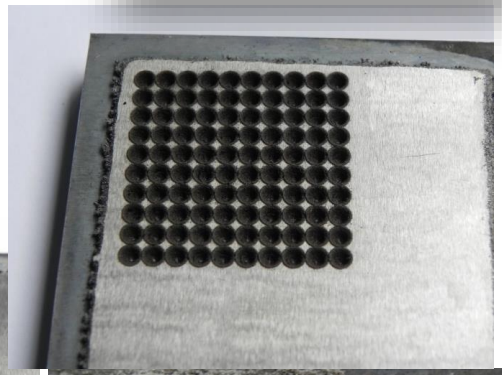


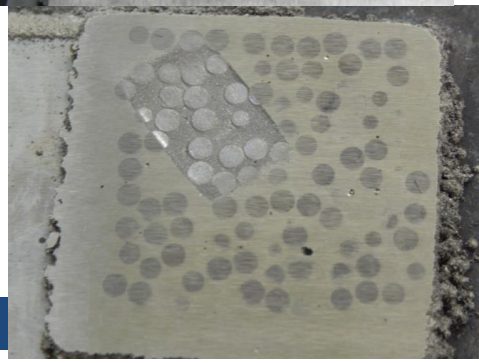
Conventionnal 1-step cladding

WC/Co Balls

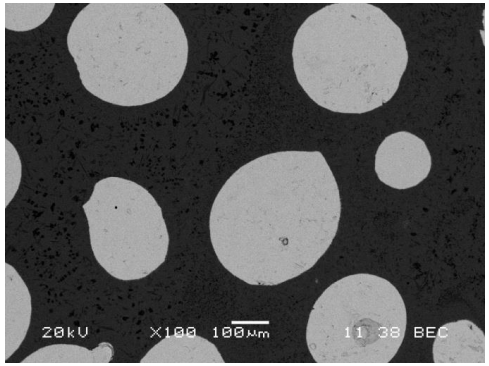
2,5 mm







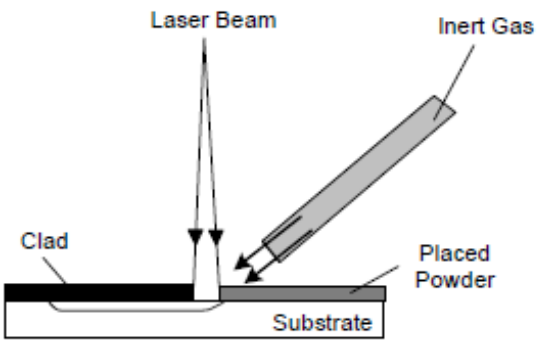
Laser Cladding



NiCrBSi/WC

Less usual : two-step laser cladding

One single technique : pre-placed raw (powder, paste…) materials prior laser melting



a)

Laser Cladding

Advantages

- Compatible with thin coatings
- Compatible with fine powders = better finish surface
- Highly selective
- Cost effective

Drawbacks

- Pre-placing is an issue
- Risk of particles blown away by shielding gas
- Surface processing rates are low

Innovative 2-step cladding

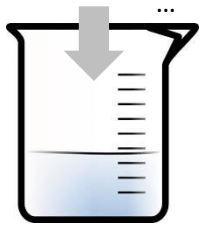
Need a technology suitable for coatings in the range 10 µm -> 300 µm

Requirements : simple & cost effective, selective, 3D compatible, fast !

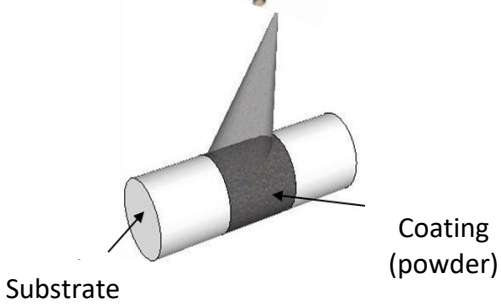
Idea : what about a two-step laser cladding process with simple powder spraying and subsequent melting ?

1
Slurry preparation

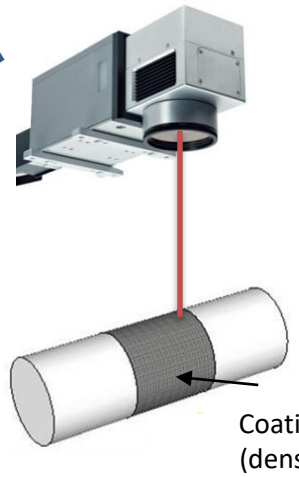
Powder
Surfactant
Antioxydant
Dispersant
…



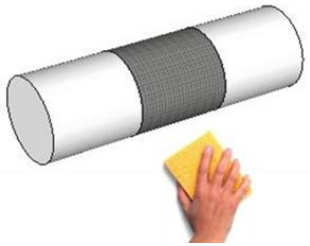
2
Slurry spraying



3
Laser melting



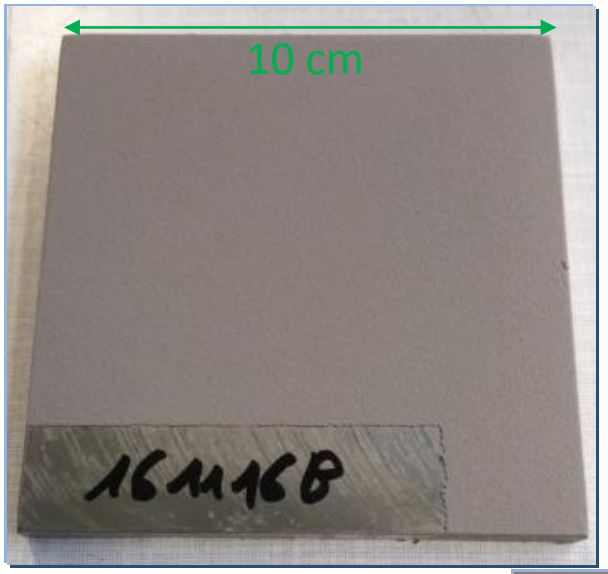
4
Part cleaning

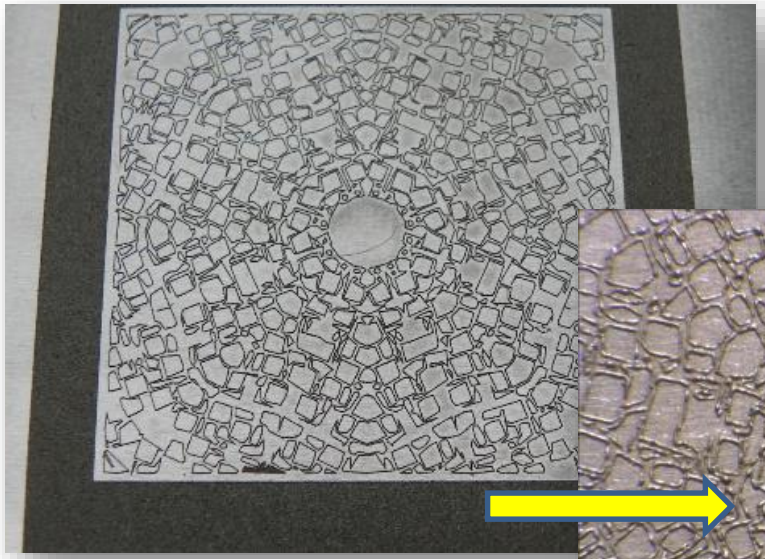


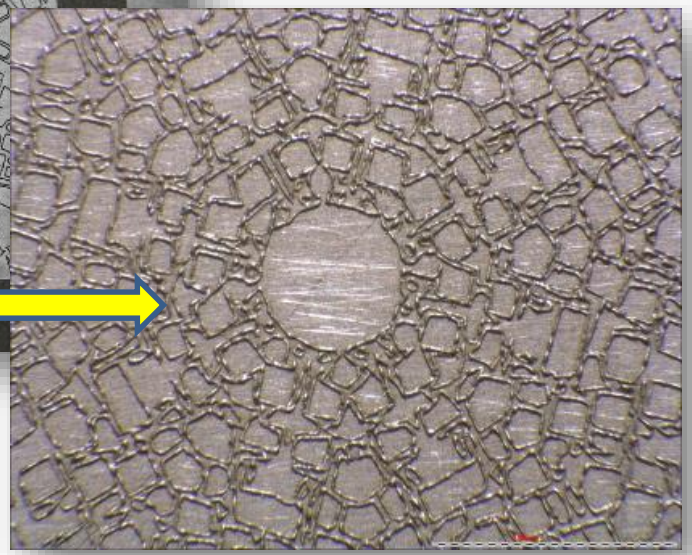
Laser Cladding

Technology already used for decorative purposes (using glass frits as raw material) … but not yet for metals/ceramics.

Innovative 2-step cladding





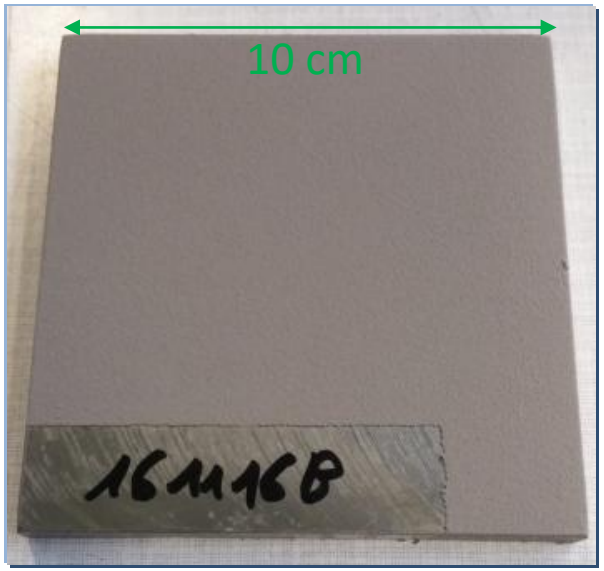


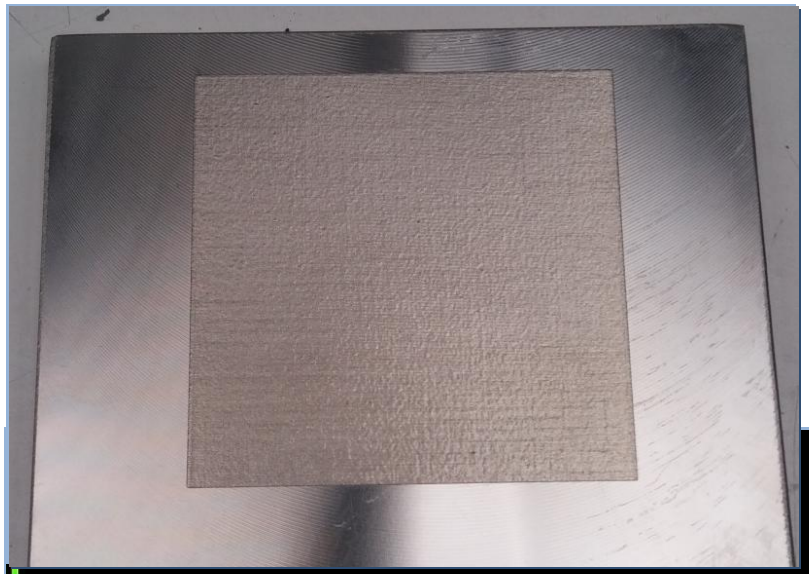
Grade :
5 – 30 µm

Laser Cladding

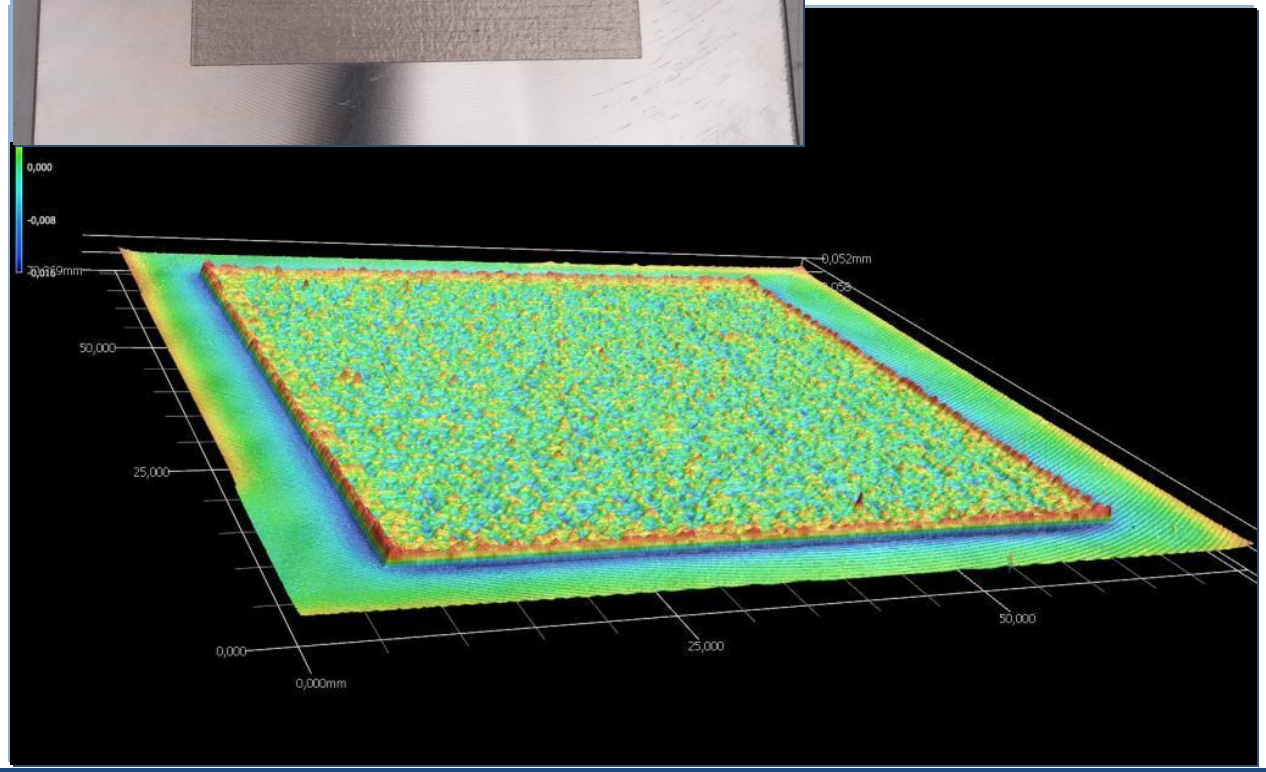
Laser Source 20W
Minimum width : 80 µm
Time < 5 min

Innovative 2-step cladding





Laser Source 200W
Thickness : 40 µm
Time: < 10 min
50 x 50 mm²
Ra : ≈2 µm



Grade :
5 – 30 µm

Laser Cladding

Materials

Metal Matrix

Co Alloys :
Stellite/Triballoy

Ni Alloys :
NiCrBSi/Inconel/Hastelloy /NiCrAlY

Fe Alloys:
FeCrNi/Inox

Ti Alloys:
Ti6Al4V/Ti-Ni

Substrates

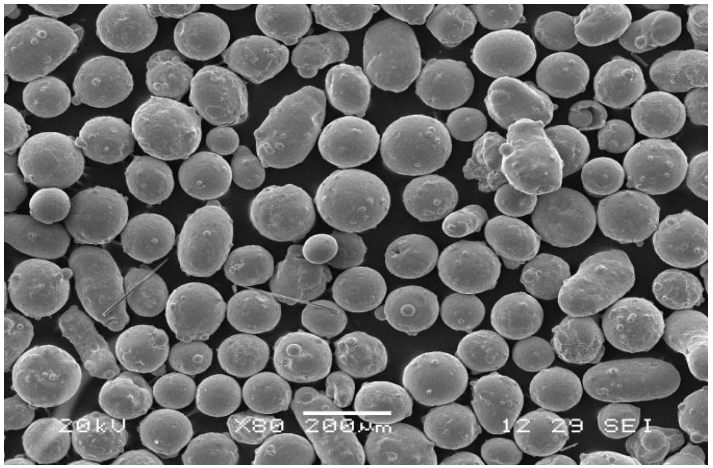
Al, Mg, Ti, Fe Alloys

Steels (Stainless, low carbon, martensitic, high chromium, …)

Reinforcement particles

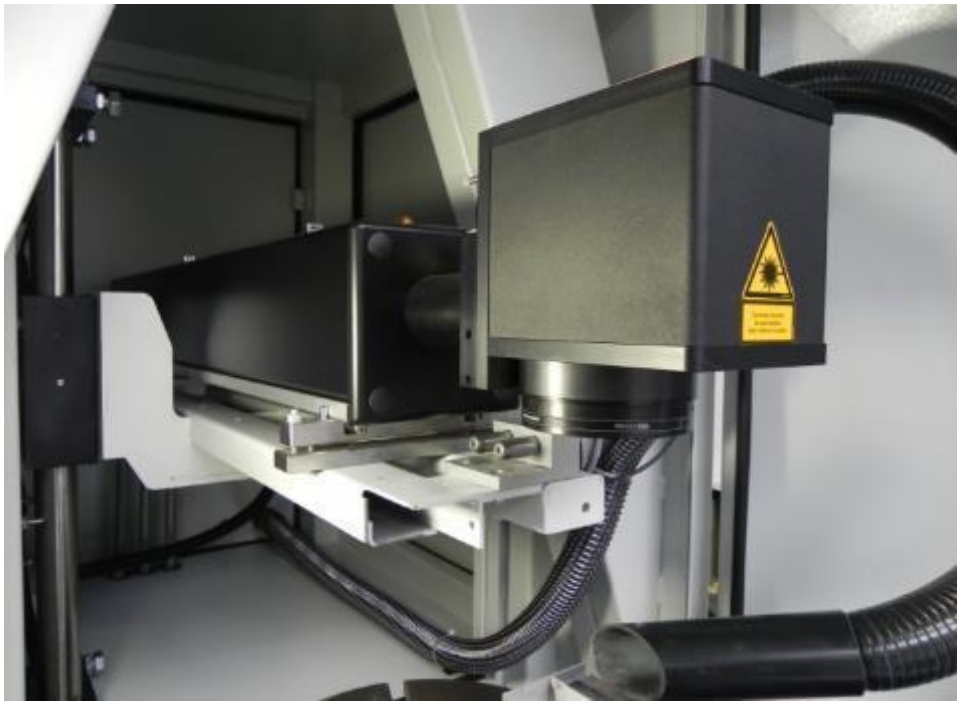
SiC, TiC, WC, WC-Co, diamant

Laser Cladding



Trad. Grade :
40 – 160 µm

2-step Grade :
< 45 µm

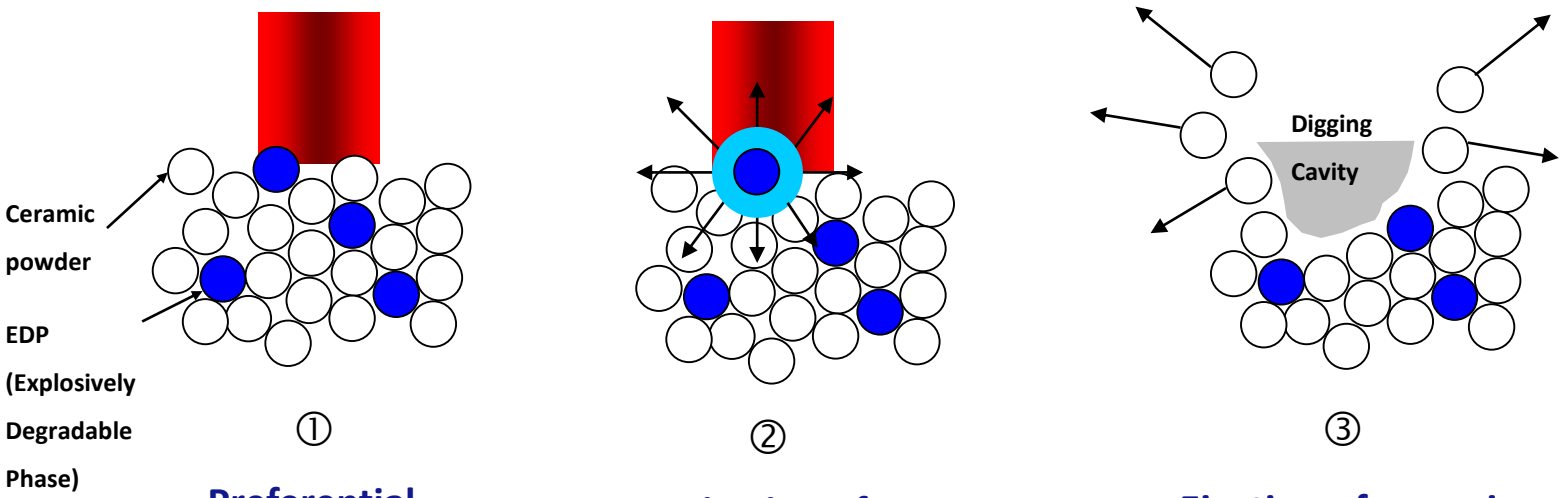


5 mechanical axis laser machine :
(XY table + Z axis + theta/phi rotary axes) + 2 optical axis (galvanometric head)

Nd:YAG laser source (lamp pumped) ; average output power 100 W ;
Q-switch for operating in ns pulsed mode.

5-axis Machining

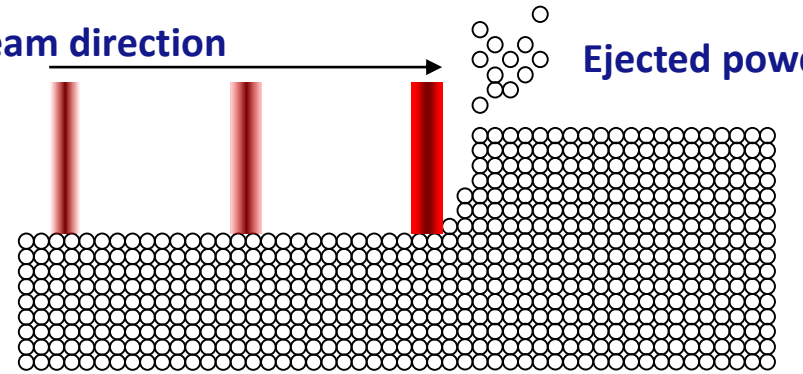
Patent WO/2012/164025 - PCT/EP2012/060261



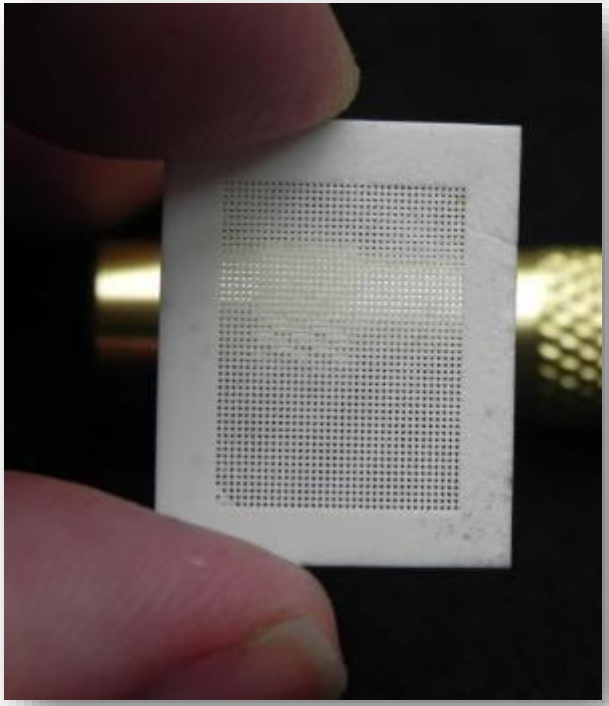
① Preferential absorption of laser energy by EDP

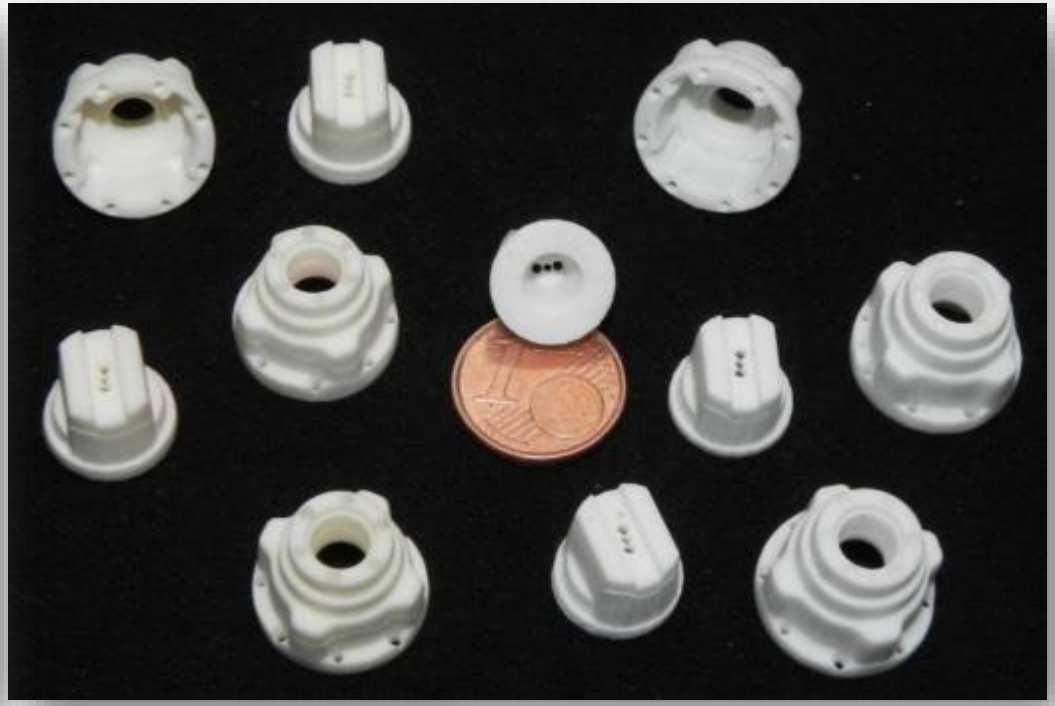
② Vaporisation of EDP → local overpressure

③ Ejection of ceramic powder

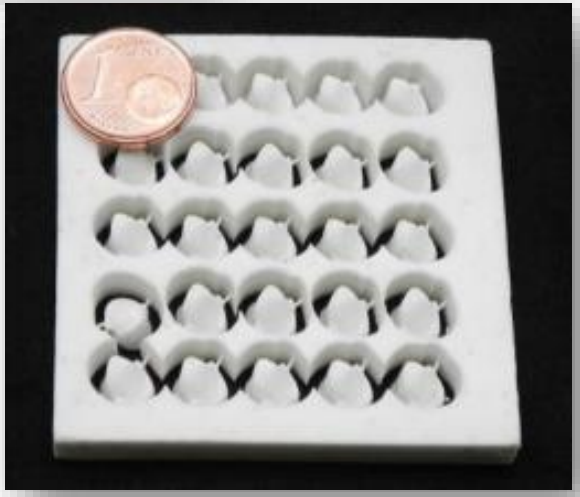


5-axis Machining

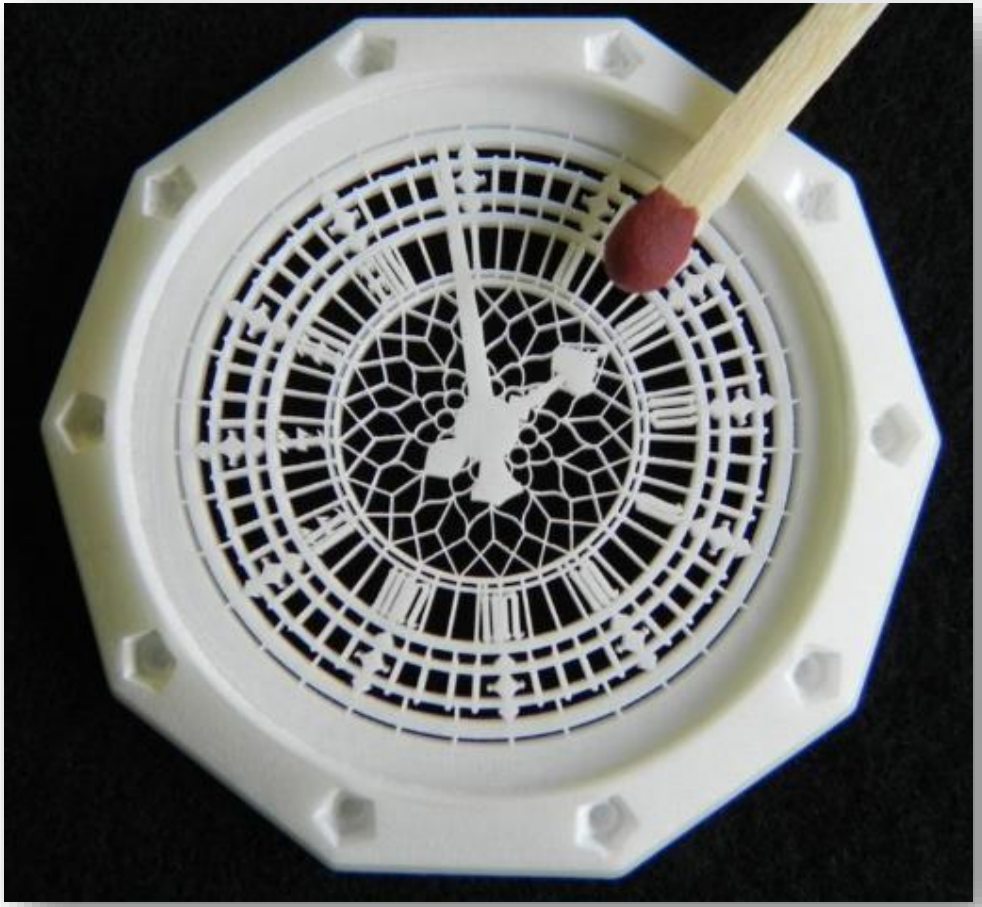




5-axis Machining



5-axis Machining



Material : Zirconia
Machining Time : 1h

Minimum width < 100 µm

5-axis Machining

Machine design & building : **OPTEC (Belgium)**

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

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)

+ Possibility to shift from one tool to another one and back …

OPTEC laser micromachining systems

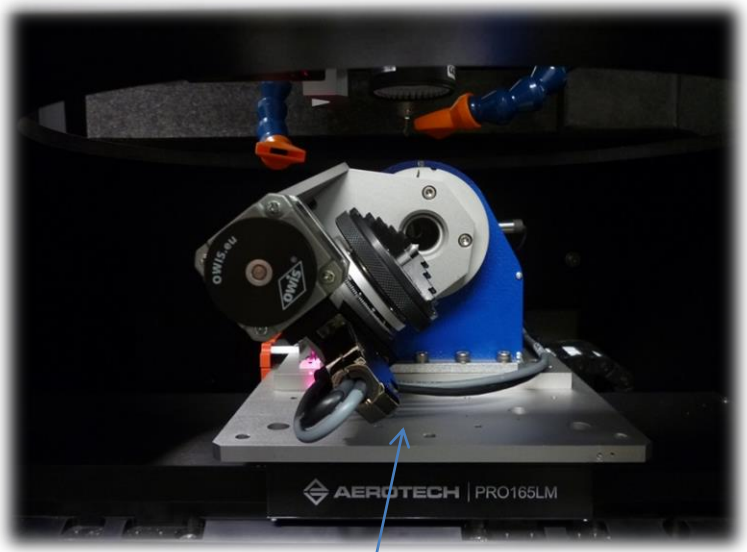
Hybrid Machining

Laser scanner

Milling tool

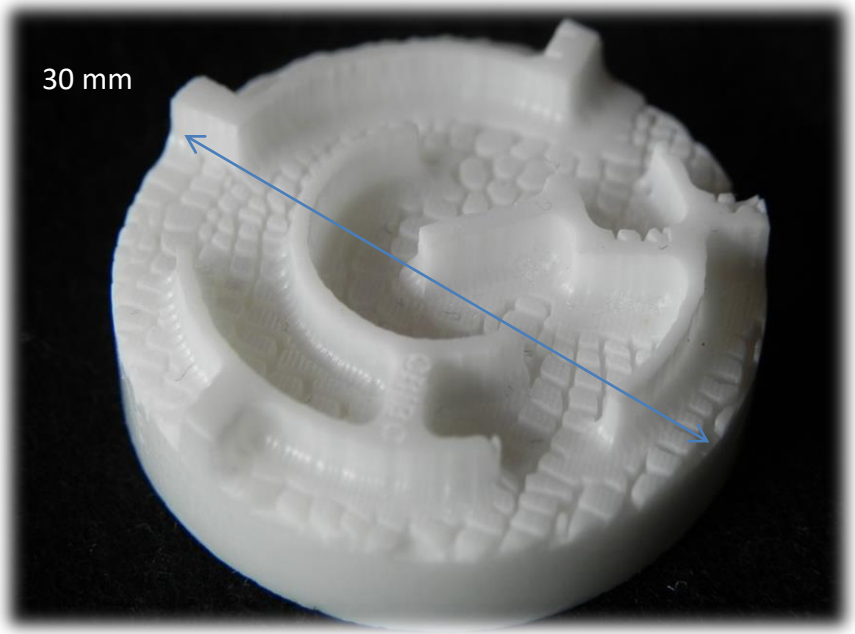
Microscope

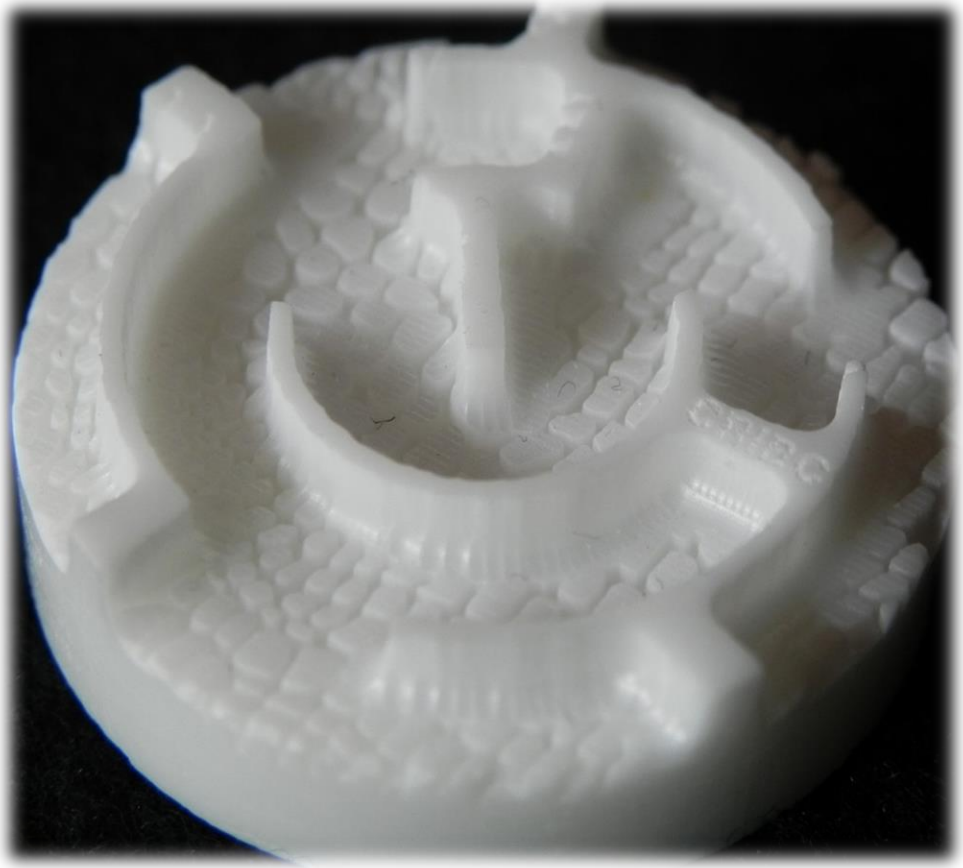
Galvo head (ns & fs lasers)



2 rotary axis + xyz cartesian axis

Hybrid Machining



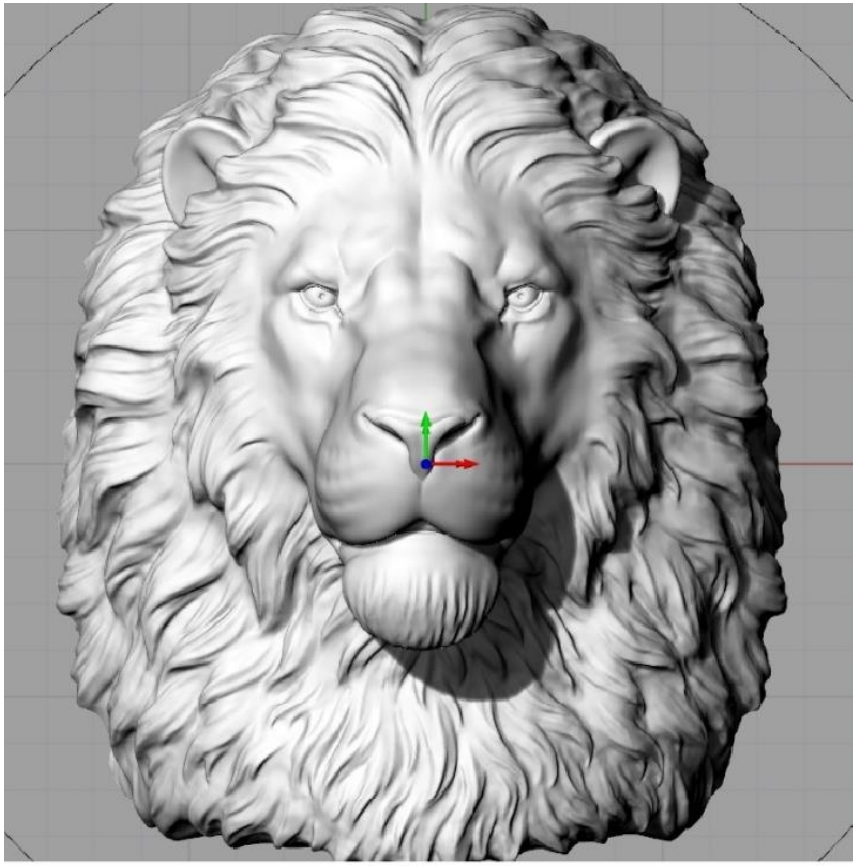


Step 1
Tool milling of the maze

Step 2
Laser milling of the skin

Global machining time : approx. 30 min

g

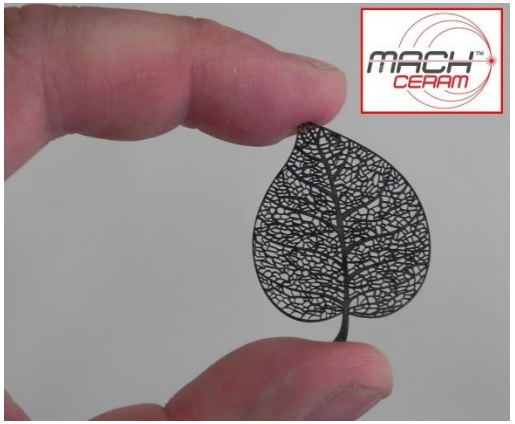


Global milling time (with hybridization) : approx. 15 min

Milling time (without hybridization) : approx. 25 heures (with a 50 µm tool)

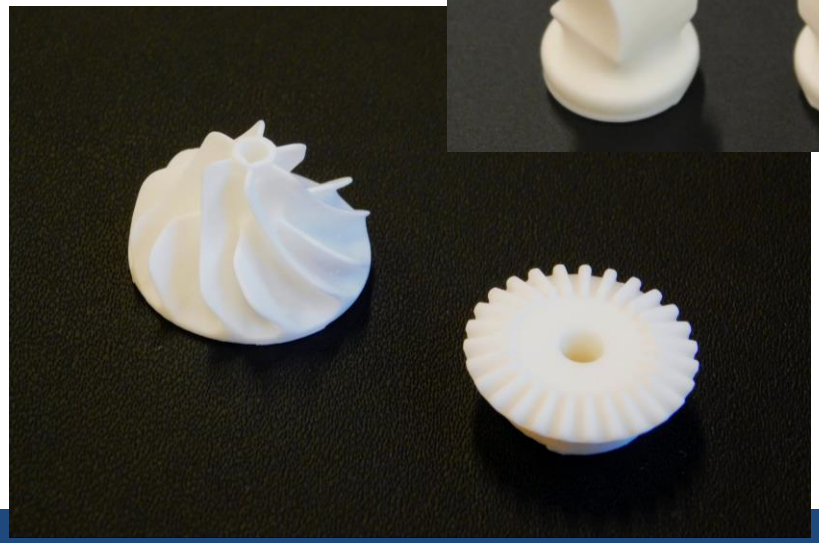
Interreg France-Wallonie-Vlaanderen
UNION EUROPÉENNE EUROPESE UNIE
TECH2FAB

Hybrid Machining



OPTEC
laser micromachining systems

Stereolithography - SLA



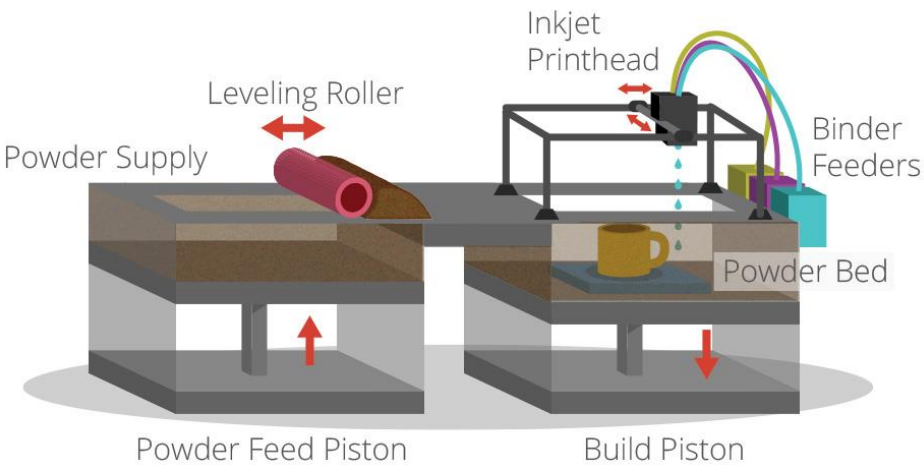
Admaflex 130

Brand : Admatec

Volume : 128x80x200 mm^3

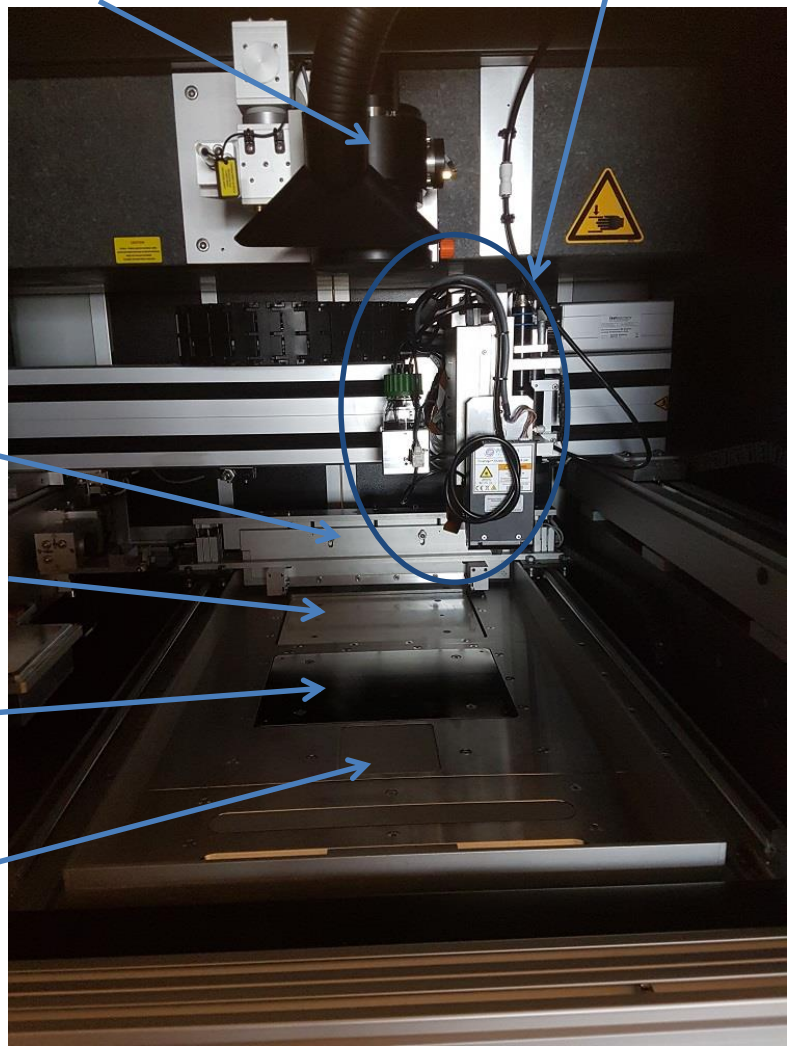
Materials : Alumina, Zirconia, ATZ, Fused Silica, Hydroxyapatite

Hybrid Binder Jet



Laser Head
(Selective sintering, machining)

Printing Head



Roller

Powder Tank
(20 cm x 29 cm)

Large Manufacturing Zone
(20 cm x 29 cm)

Small Manufacturing Zone
(10 cm x 10 cm)

Hainolase®

Merci pour votre attention

Dorian Deschuyteneer

Belgian Ceramic Research Centre

Interreg France-Wallonie-Vlaanderen
TECH2FAB

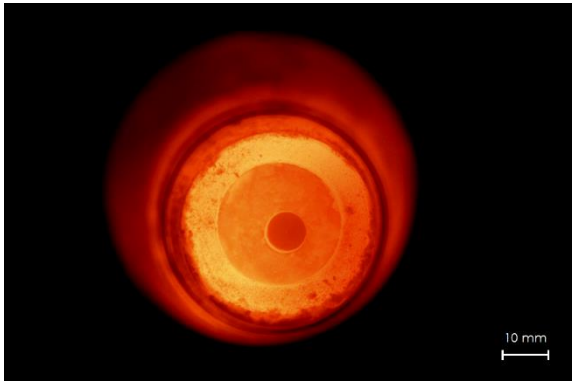
Frittage / chauffage par micro-ondes

Anthony THUAULT, Hugo CURTO
Laboratoire des Matériaux Céramiques et Procédés Associés (LMCPA) – Maubeuge
Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis (UVHC)

AVEC LE SOUTIEN DU FONDS EUROPÉEN DE DÉVELOPPEMENT RÉGIONAL

Contenu

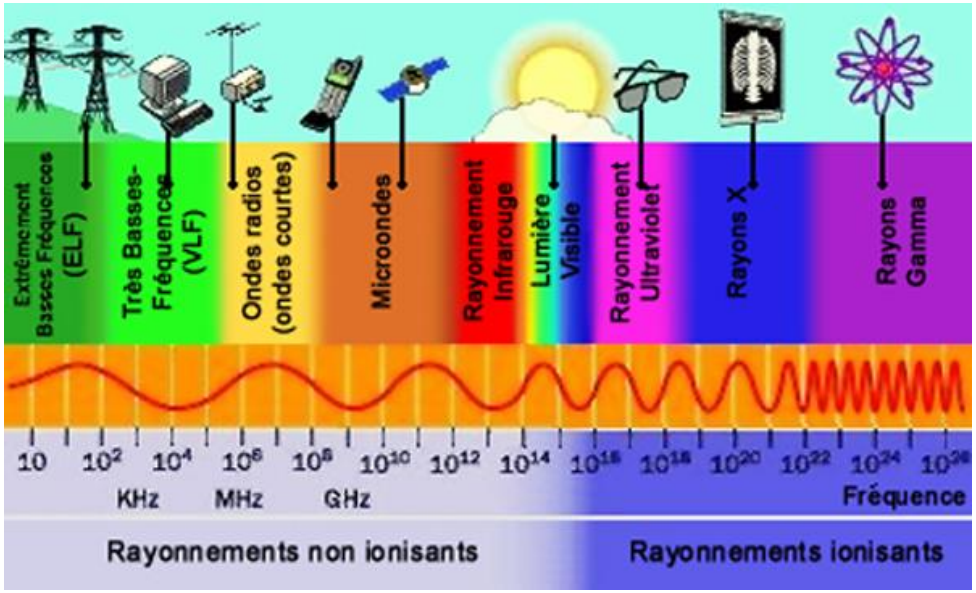
1. Principe du chauffage micro-ondes
2. Dispositif micro-ondes
3. Exemple d'application au laboratoire
4. Vers d'autres tailles d'échantillons



Principe du chauffage par micro-ondes

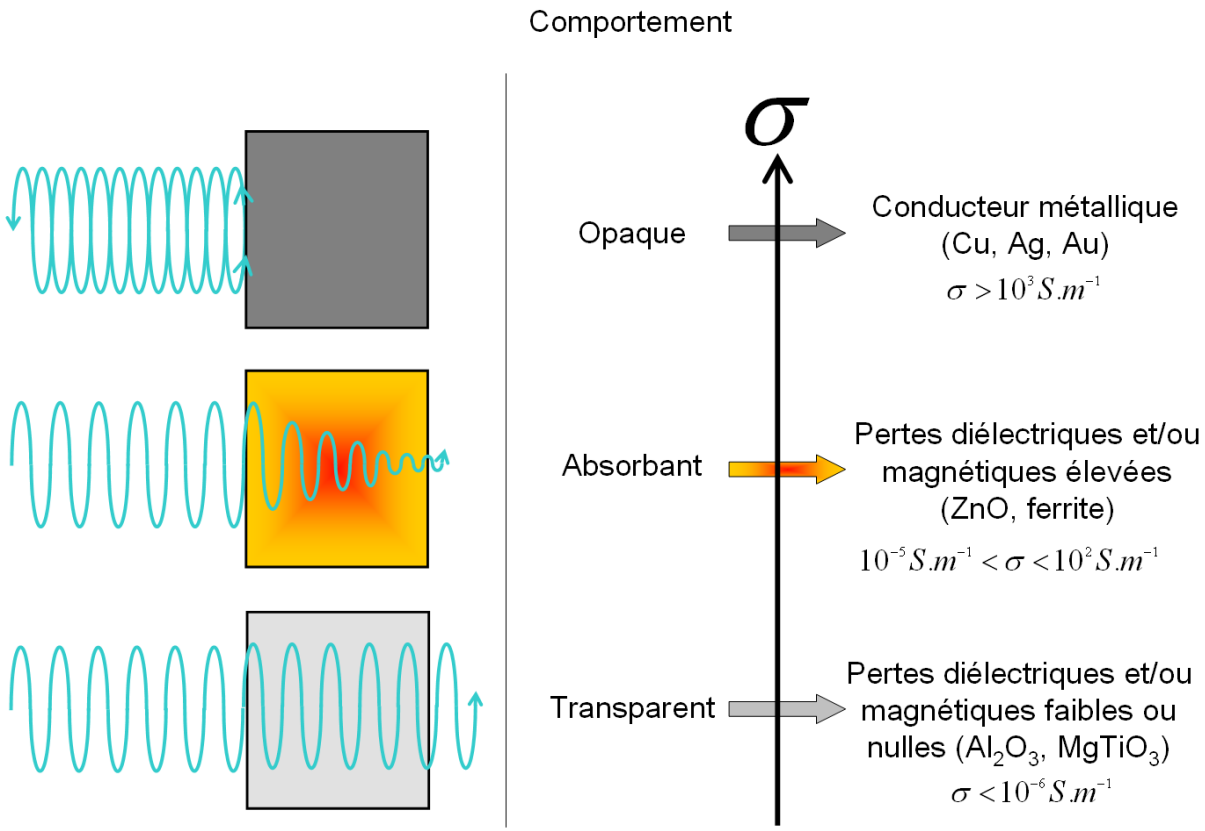
- Le rayonnement micro-ondes
  - Rayonnement électromagnétique caractérisé par une longueur d'onde et une fréquence

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



Principe du chauffage par micro-ondes

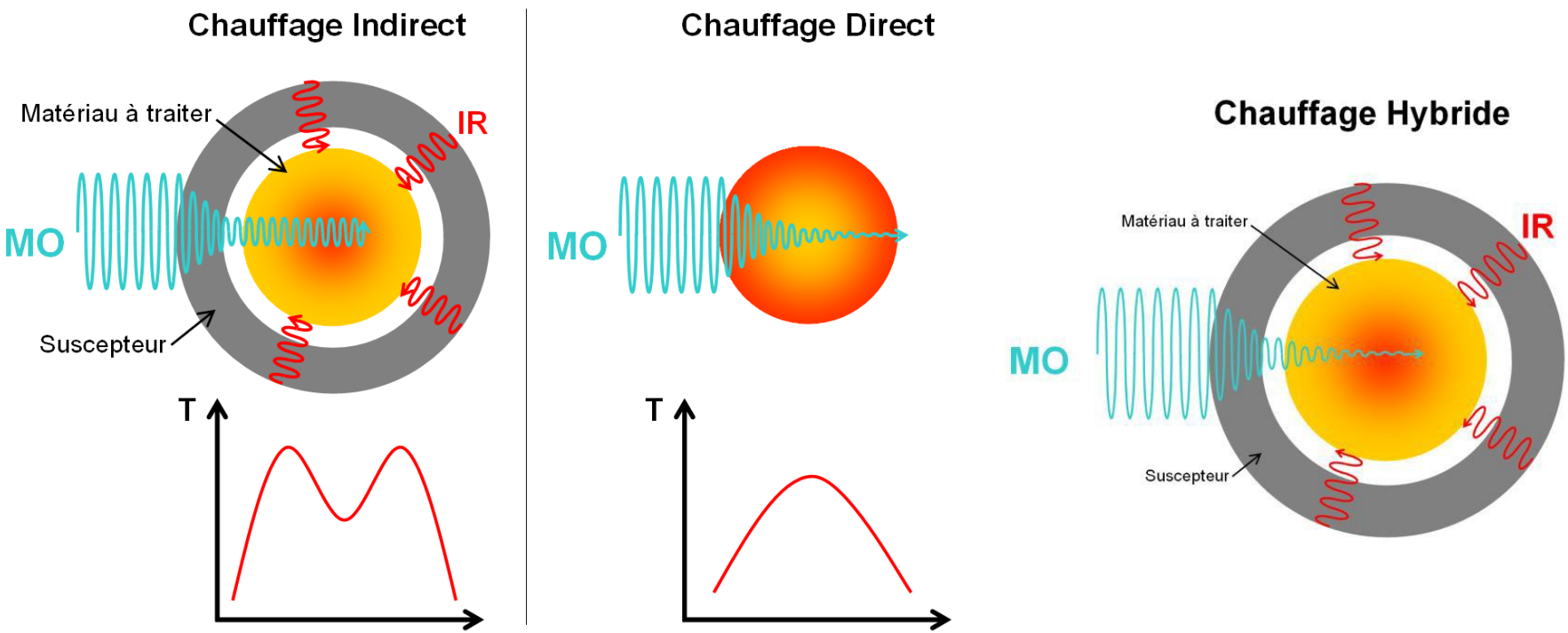
- Interaction micro-ondes / matière



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

Principe du chauffage par micro-ondes

- Interaction micro-ondes / matière



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

Frittage MO

Matériaux compatibles et applications

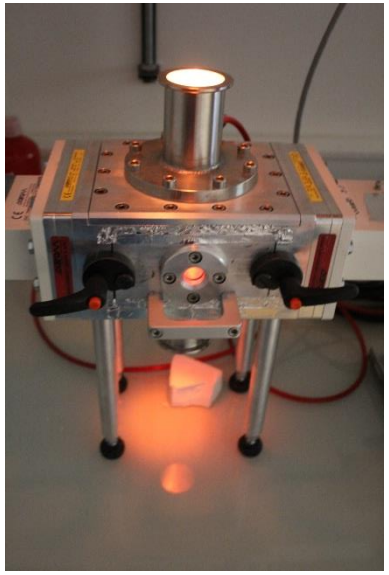
- **Métaux**
  - Frittage
  - Brasage
  - Traitements de surface par diffusion

- **Céramiques**
  - Déliantage
  - Frittage

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

Contenu

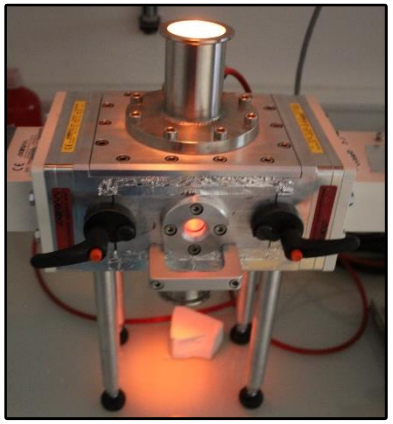
1. Principe du chauffage micro-ondes
2. Dispositif micro-ondes
3. Exemple d'application
4. Vers d'autres tailles d'échantillons



Frittage MO

Dispositif micro-ondes

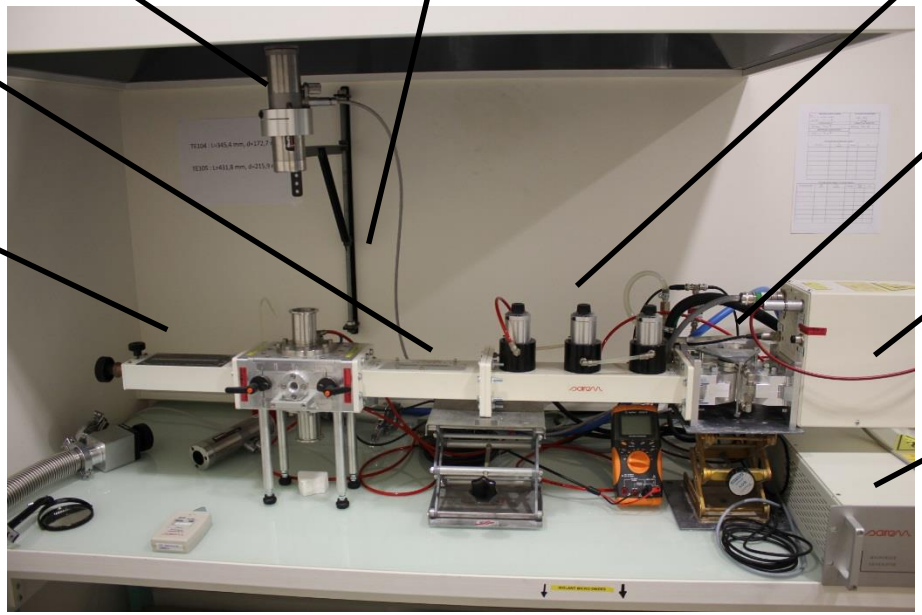
- Équipement Sairem (Lyon, France)
  - Générateur 2 kW, 2,45 GHz
  - Cavité monomode résonante



Pyromètre

Iris de couplage

Piston coupe-circuit



Adaptateur d'impédance

Circulateur

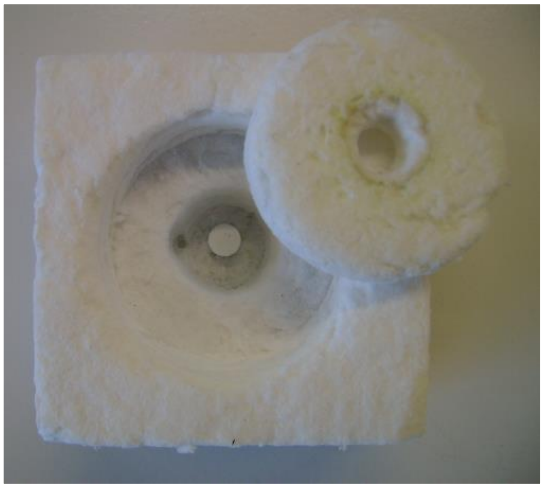
Magnétron

Générateur

Frittage MO

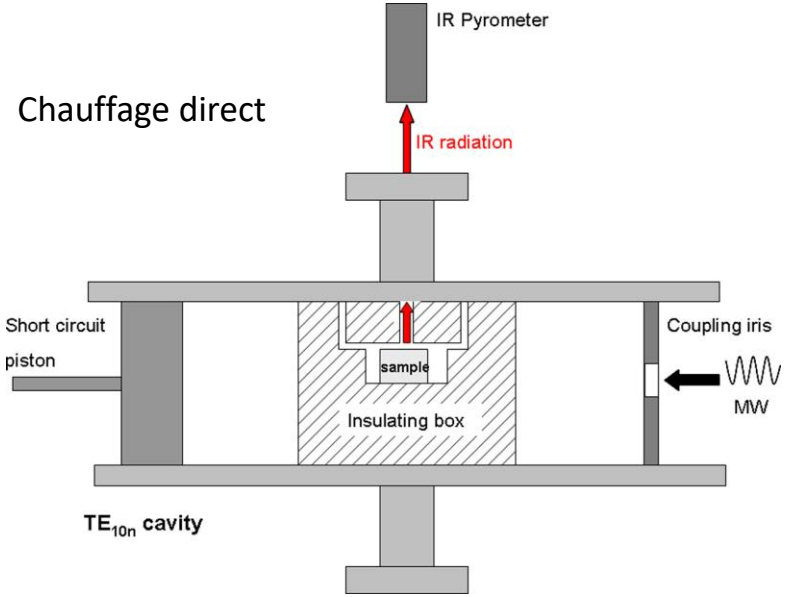
Dispositif micro-ondes

- Equipement Sairem
  - Chauffage direct / hybride

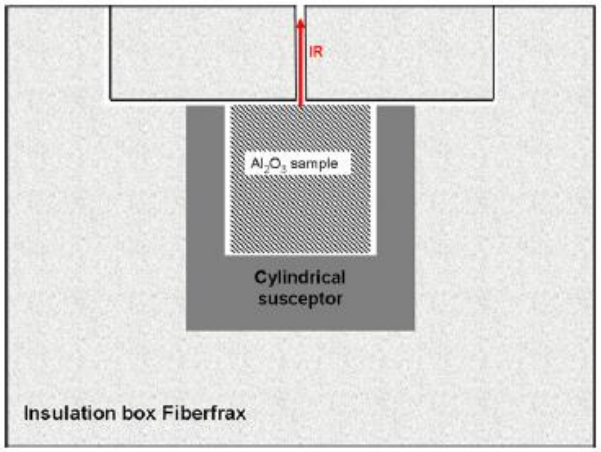


Dimensions maximales des pièces :
30 mm de diamètre, 12 mm de hauteur

Chauffage direct



Chauffage hybride



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

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

Contenu

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

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

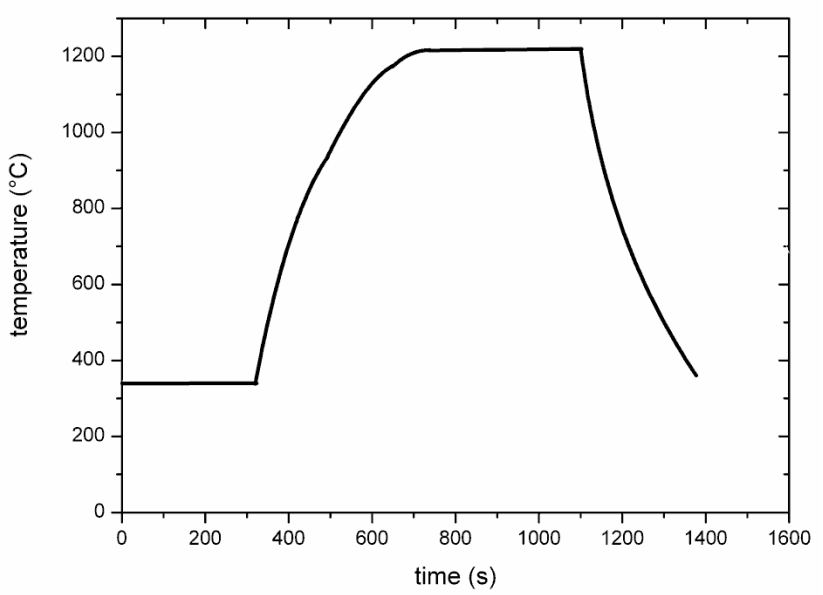
Couplage possible avec les techniques de fabrication additive

- Obtention de substituts osseux personnalisés en quelques heures

Frittage MO

Paramètres du cycle thermique

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



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

- Cycles thermiques très courts : 20 à 30 minutes

Frittage MO

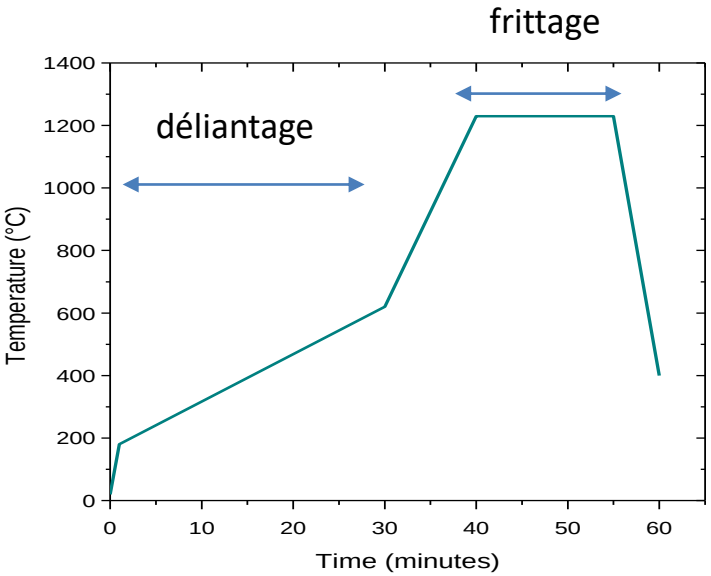
Comparaison des propriétés micro-ondes / conventionnel

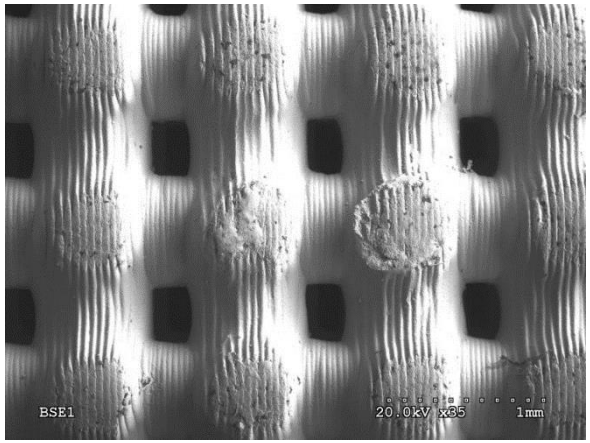
Propriété	Conventionnel	Micro-ondes
Densité relative (%)	97,3	99,6
Taille de grain (µm)	2,6	1,0
Module d'élasticité (GPa)	122	143
Dureté (GPa)	6,1	9,6
Contrainte à rupture en compression (MPa)	430	531
Ténacité (MPa.m$^{1/2}$)	0,92	1,12
Durée du cycle thermique (h)	~15	~0,5

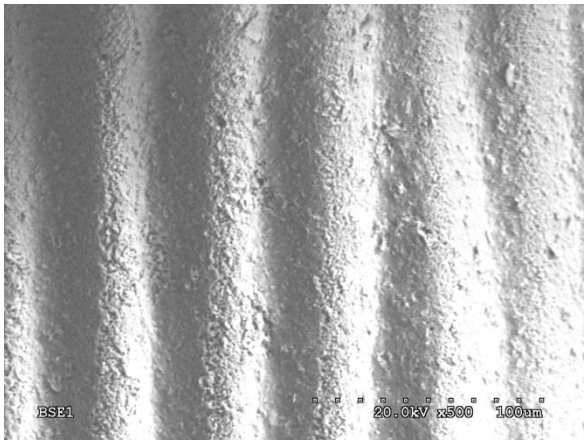
- Après chauffage par micro-ondes, possibilité d'obtenir des pièces aux propriétés au moins égales ou supérieures à celles observées après chauffage conventionnel, en des temps plus courts

Frittage par micro-ondes de pièces de formes complexes

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







- Densité des parois 98,2 %

Contenu

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

Four continu à chauffage micro-ondes
Sairem, France

Frittage MO

Conclusions

- Intérêts
  - Réduction du temps d'élaboration
  - Diminution de l'énergie consommée
  - Amélioration des propriétés mécaniques
  - Possibilité de densifier des pièces de formes complexes
- Limitations
  - Cadence de production (batch)

Vers des procédés continus (300°C)

Sairem Lyon, France

Frittage MO

Merci pour votre attention

anthony.thuault@uphf.fr

Université Polytechnique HAUTS-DE-FRANCE

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

Jean-Christophe HORNEZ

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

Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis

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

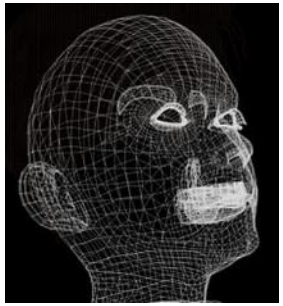
Technique d’impression par SLA

* 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.

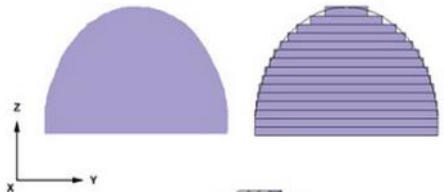
* Le modèle une fois dessiné doit être exporté dans un format standard, le format **STL** (pour STereoLithography). Ce format décrit les modèles sous formes de surfaces triangulaires contigues.

* 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.

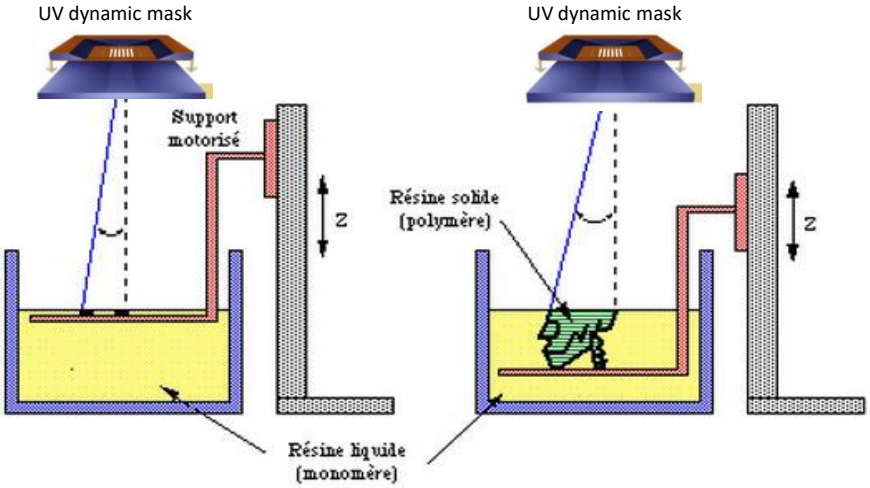
* L'objet est produit.



CAO



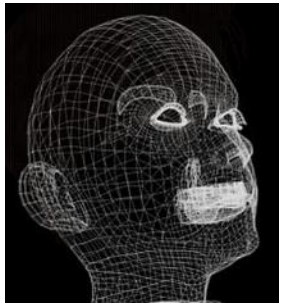
3D slicer



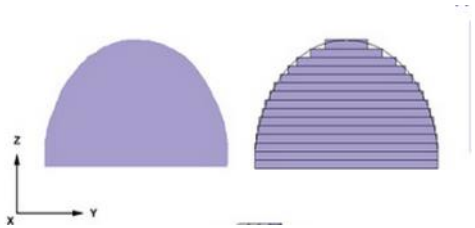
Technique d’impression par SLA

* 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.

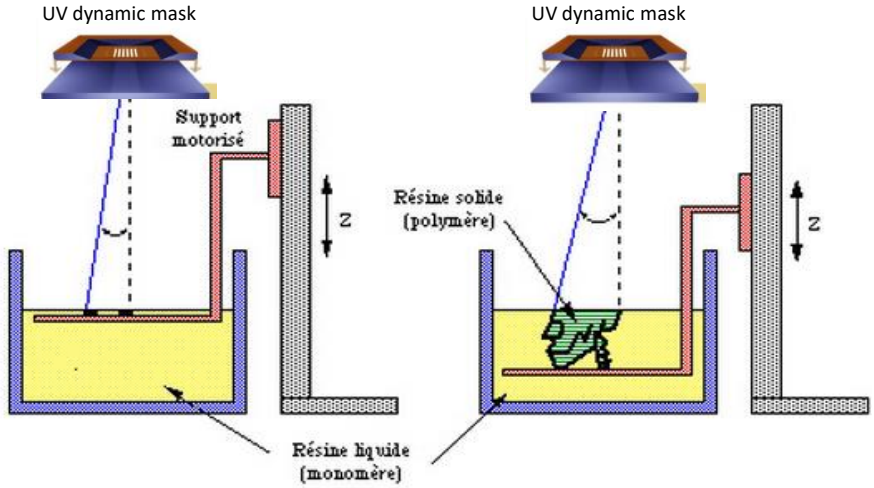
* Dans ce procédé, une plateforme mobile est plongée dans une cuve de résine liquide. Cette plateforme supporte le modèle en cours de fabrication. La plateforme est positionnée à une profondeur H en dessous du niveau de la résine.



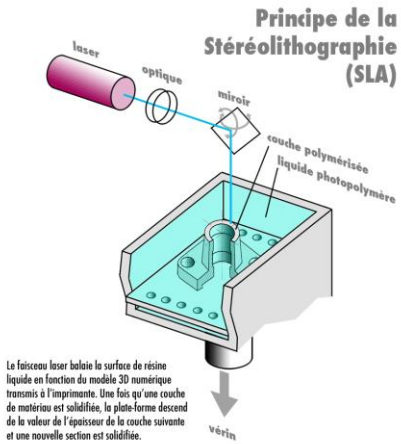
CAO



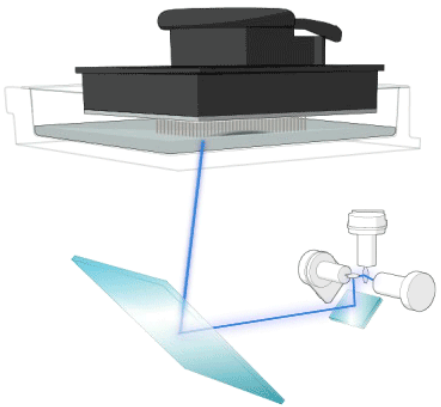
3D slicer



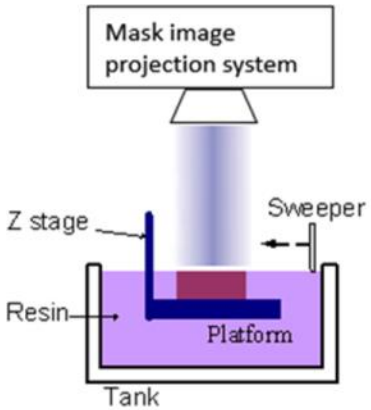
Technique d'impression par SLA



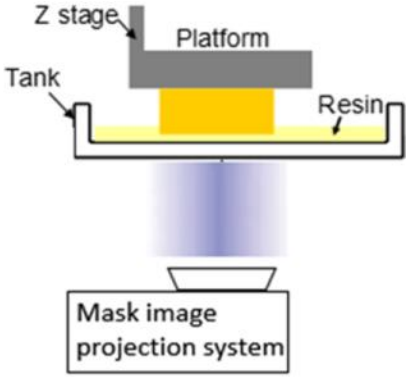
LASER



Masque dynamique



(*a*)



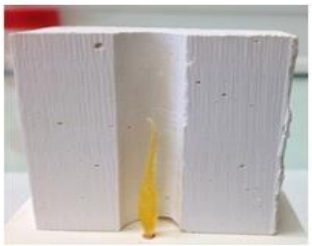
(*b*)

Mise en forme de céramique en utilisant un négatif organique

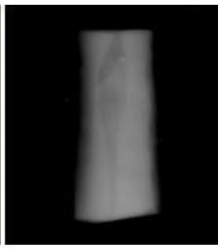
Acquisition → PR (10 µm) → Coulage → Frittage

Données 3D

Moule canalaire résineux

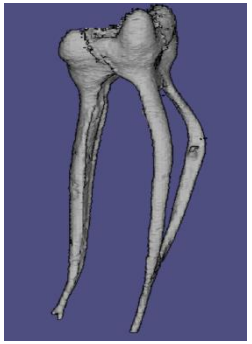


Moule de plâtre



Simulateur canalaire

données µ-CT



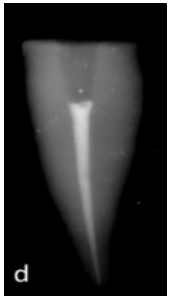
moule canalaire

pré-

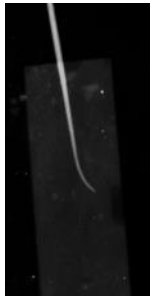
per-

post-

Dent naturelle



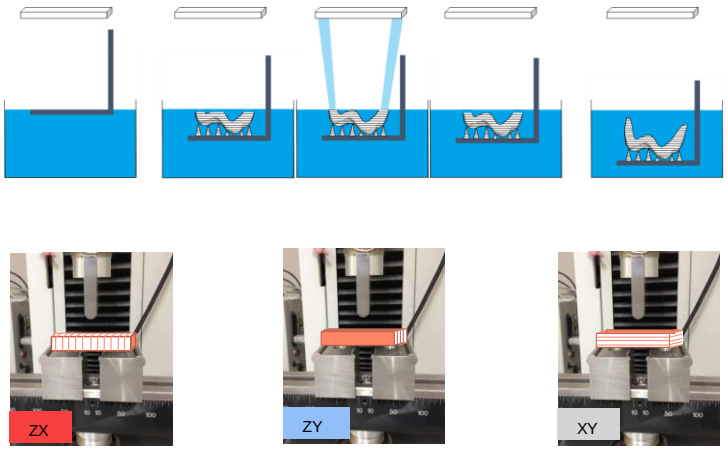
Simulateur résineux

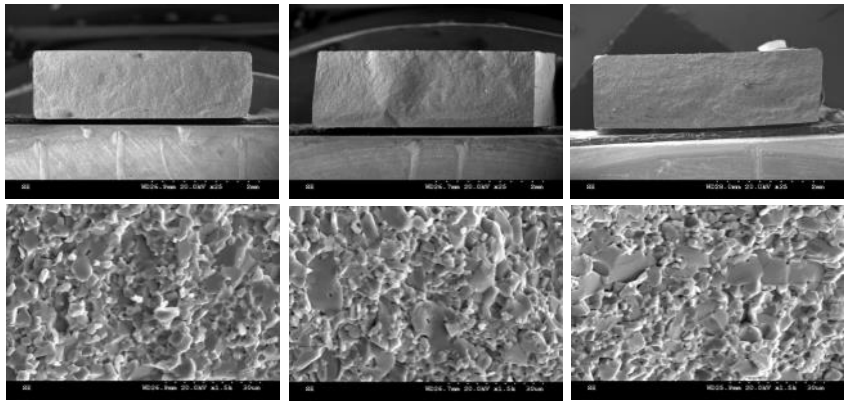


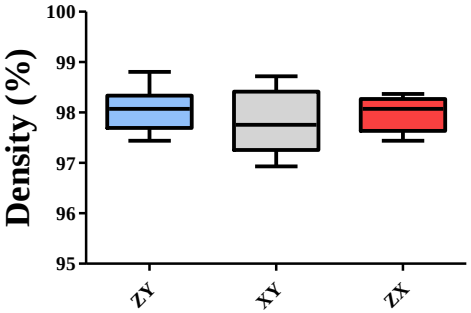
Simulateur reproductible et fidèle à la géométrie initiale
Radio-opacité proche de la dent naturelle

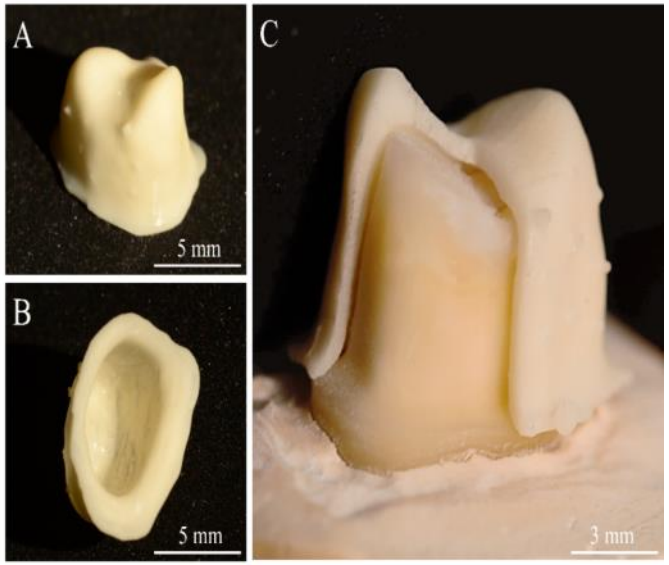
Thèse : Lieven Robberecht, Directeur de thèse : JC Hornez (lmcpa, UVHC) et F. Chai (inserm U1008, chru Lille)
Brevet WO 2016189252 A1 - Simulateur canalaire endodontique artificiel à base d'hydroxyapatite (satt Nord)

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









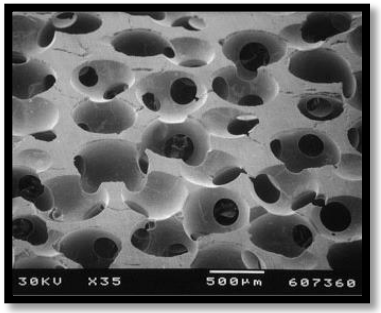
Thèse : Marion Dehurtevent, Directeur de thèse : JC Hornez (lmcpa, UVHC) et P. Béhin (Faculté de Chirurgie Dentaire Lille2)

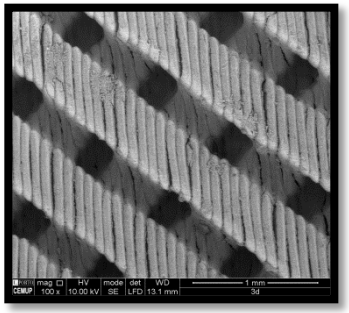
Etude des liens entre une architecture poreuse de TCP et la recolonisation cellulaire

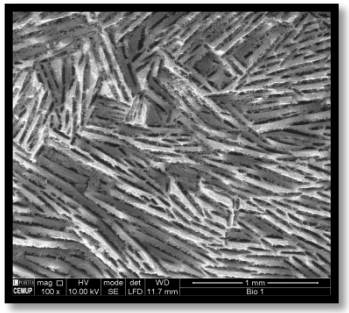
Mise en forme

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

Frittage (1100°C / 3 h)

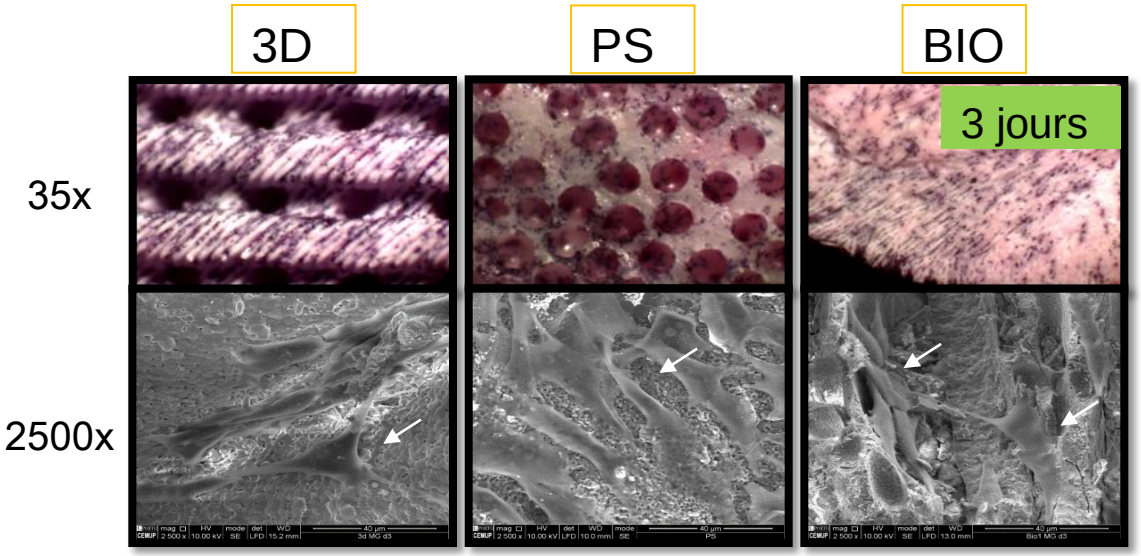






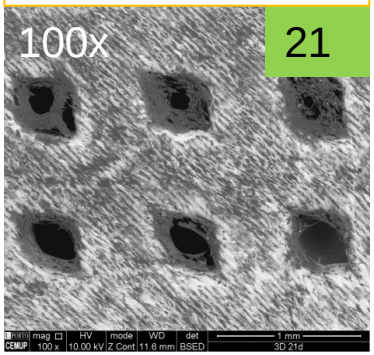
Thèse : Shaan Chamary, Directeur de thèse : JC Hornez (lmcpa, UVHC) et F Monteiro (INEB Université de Porto)

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

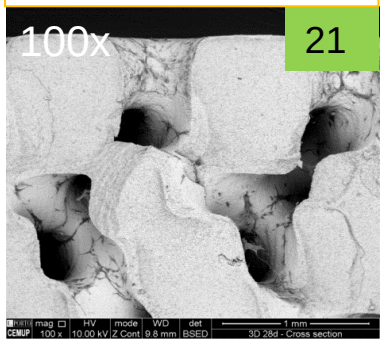


Test préliminaire: MG63

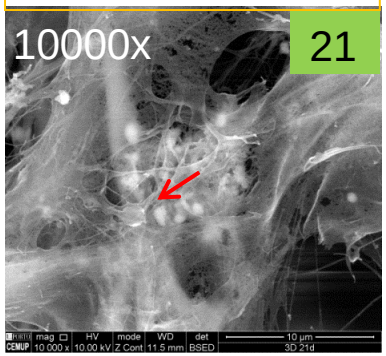
Prolifération



Pénétration

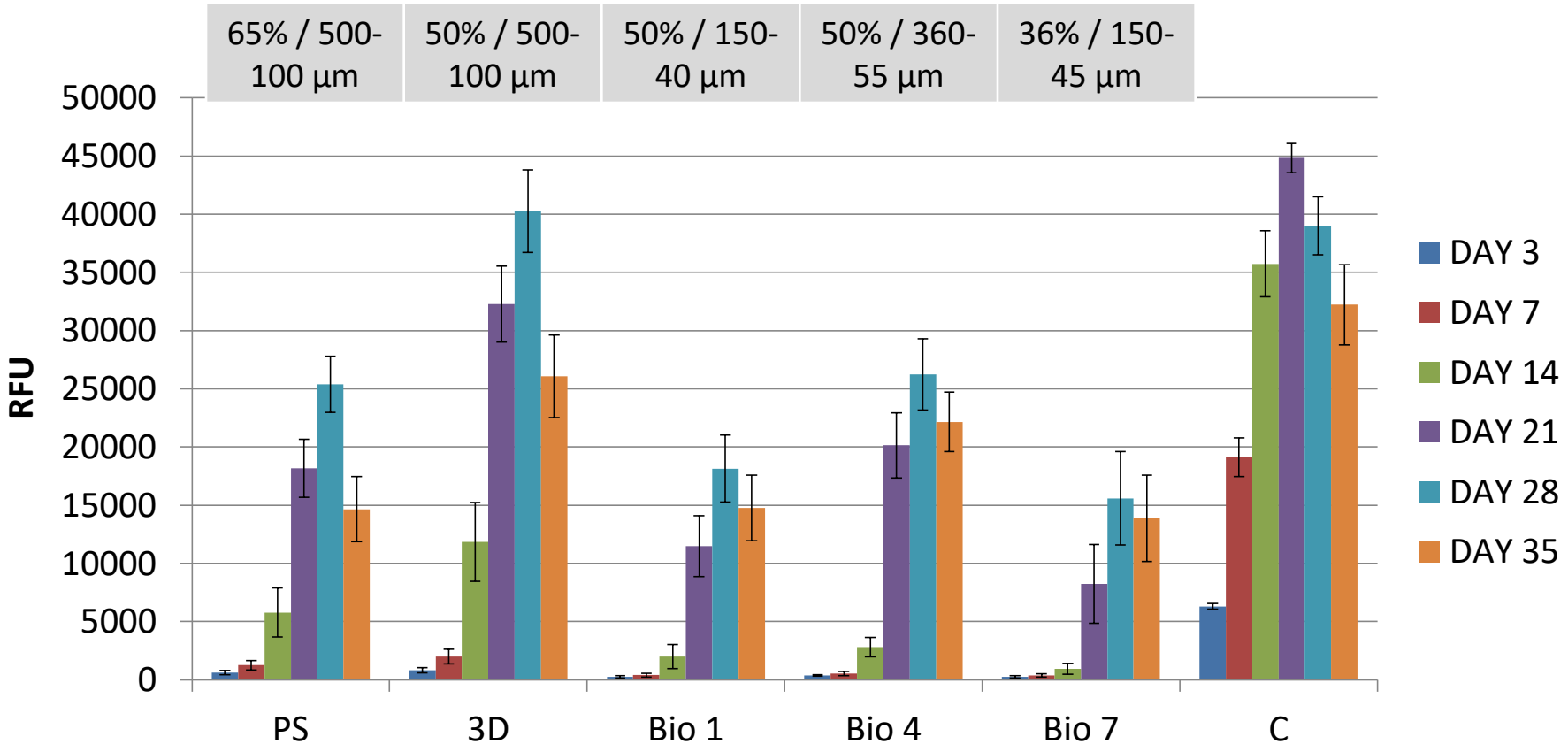


Minéralisation



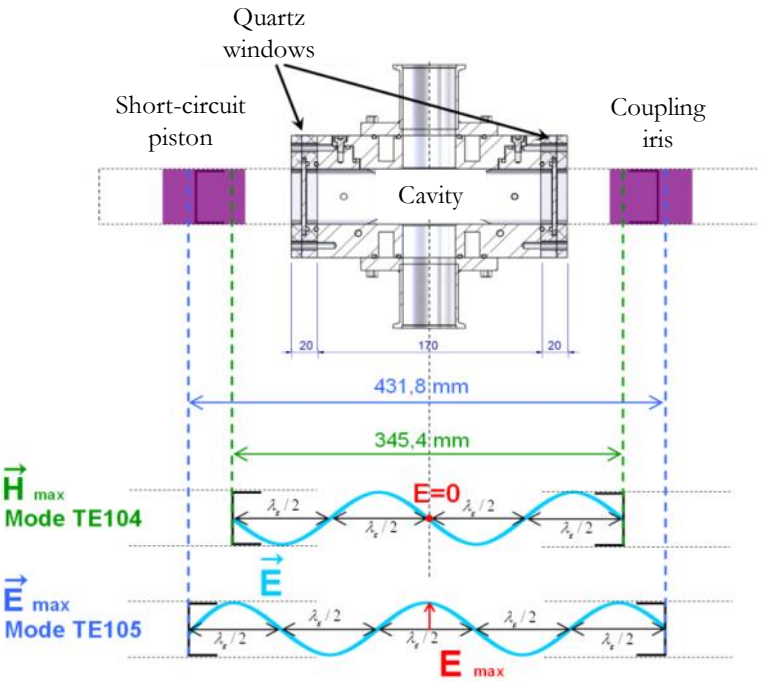
Thèse : Shaan Chamary, Directeur de thèse : JC Hornez (lmcpa, UVHC) et F Monteiro (INEB Université de porto)

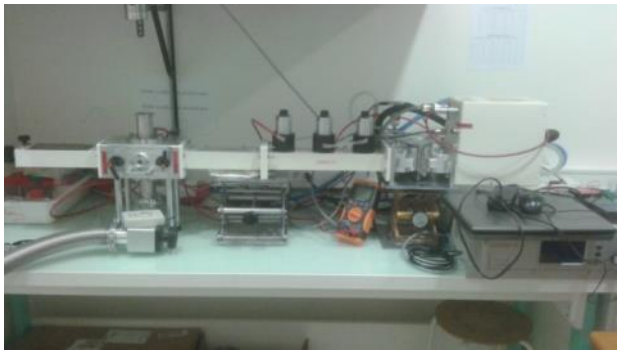
Evaluation de la prolifération cellulaire de Cellules souches mésenchymateuses humaines



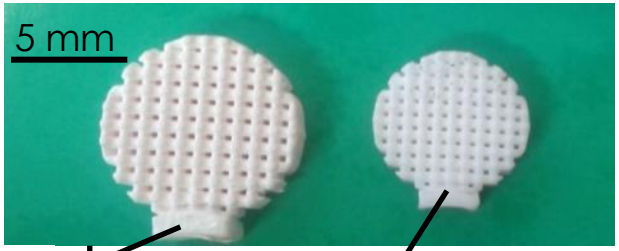
Thèse : Shaan Chamary, Directeur de thèse : JC Hornez (lmcpa, UVHC) et F Monteiro (INEB Université de porto)

Frittage micro-ondes de céramiques





2.45GHz Single mode resonant-cavity



Green body reached by SLA

µw sintered piece

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

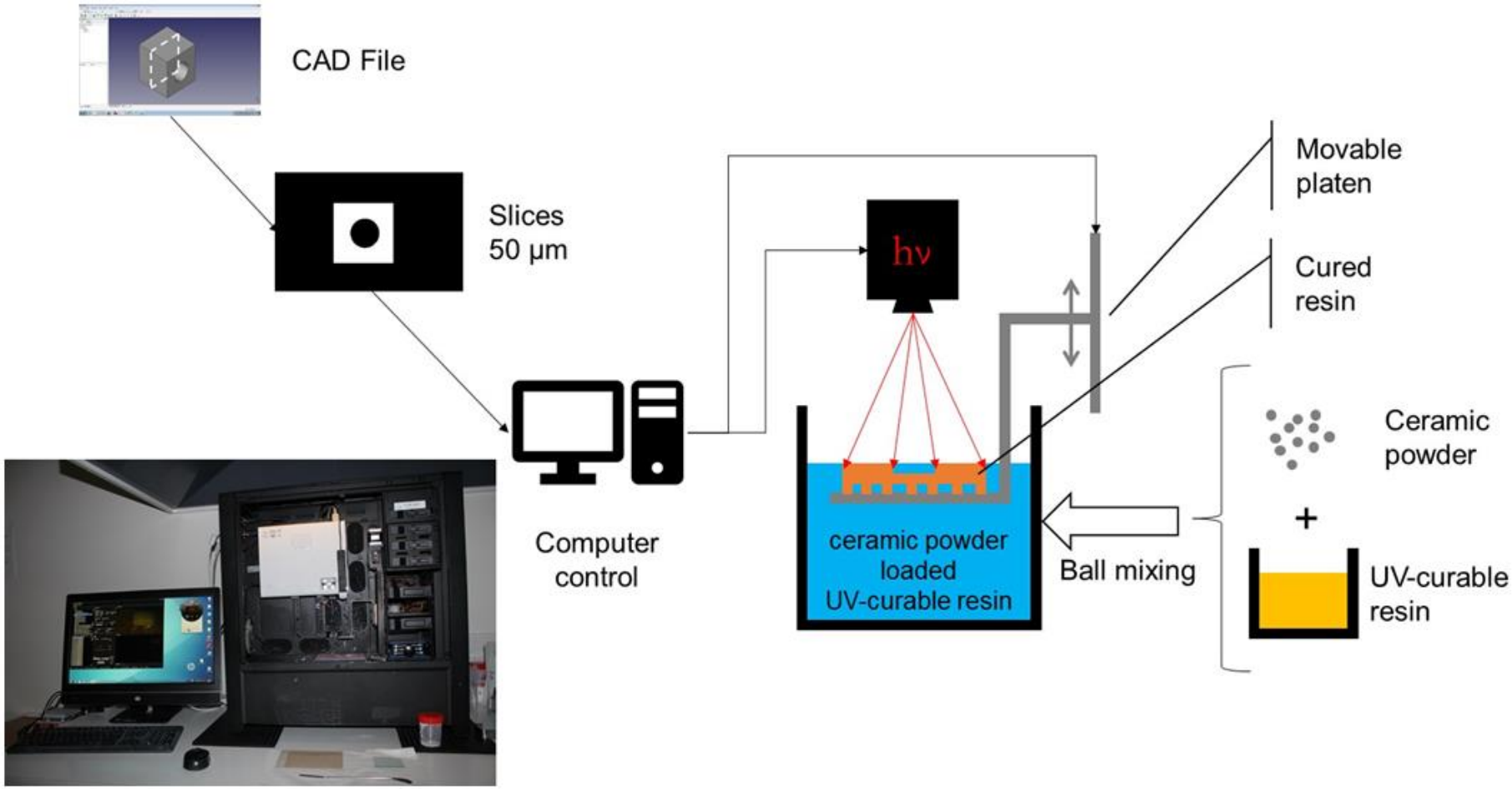
✓ Densité des parois : 98.2%

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

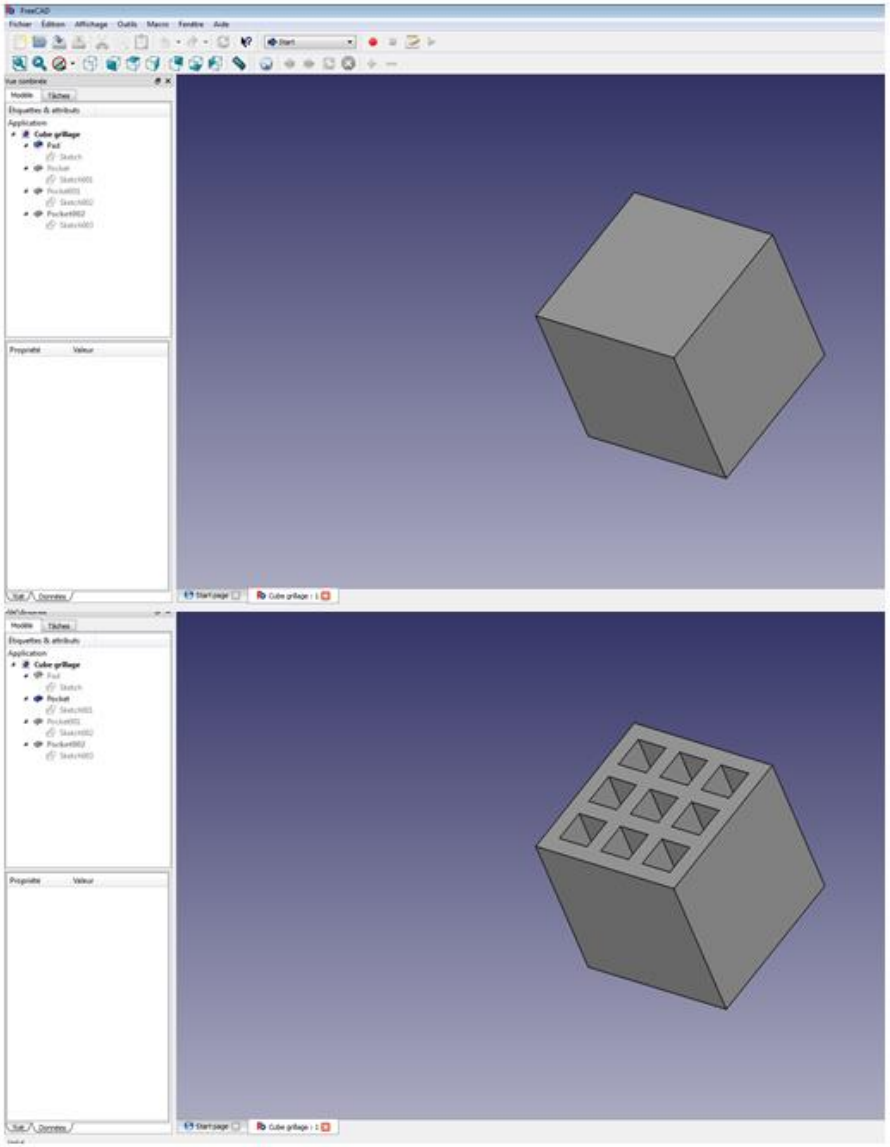
Impression 3D par stéréolithographie (SLA)

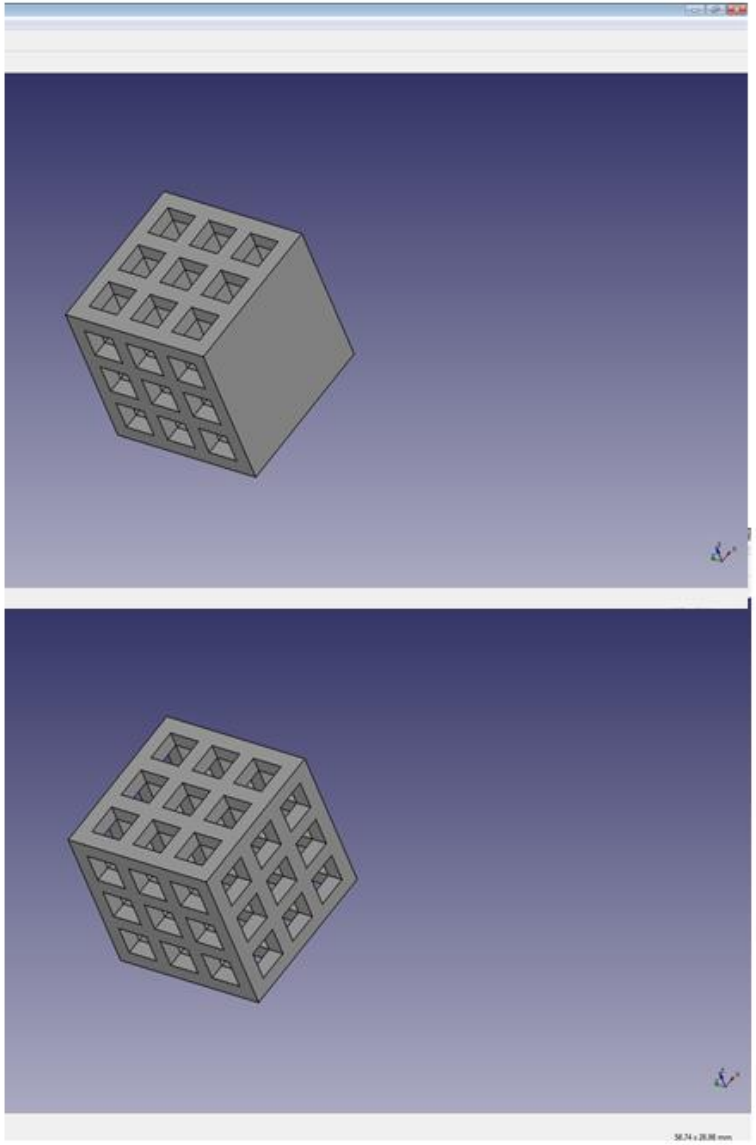
AVEC LE SOUTIEN DU FONDS EUROPÉEN DE DÉVELOPPEMENT RÉGIONAL

Schéma de fonctionnement

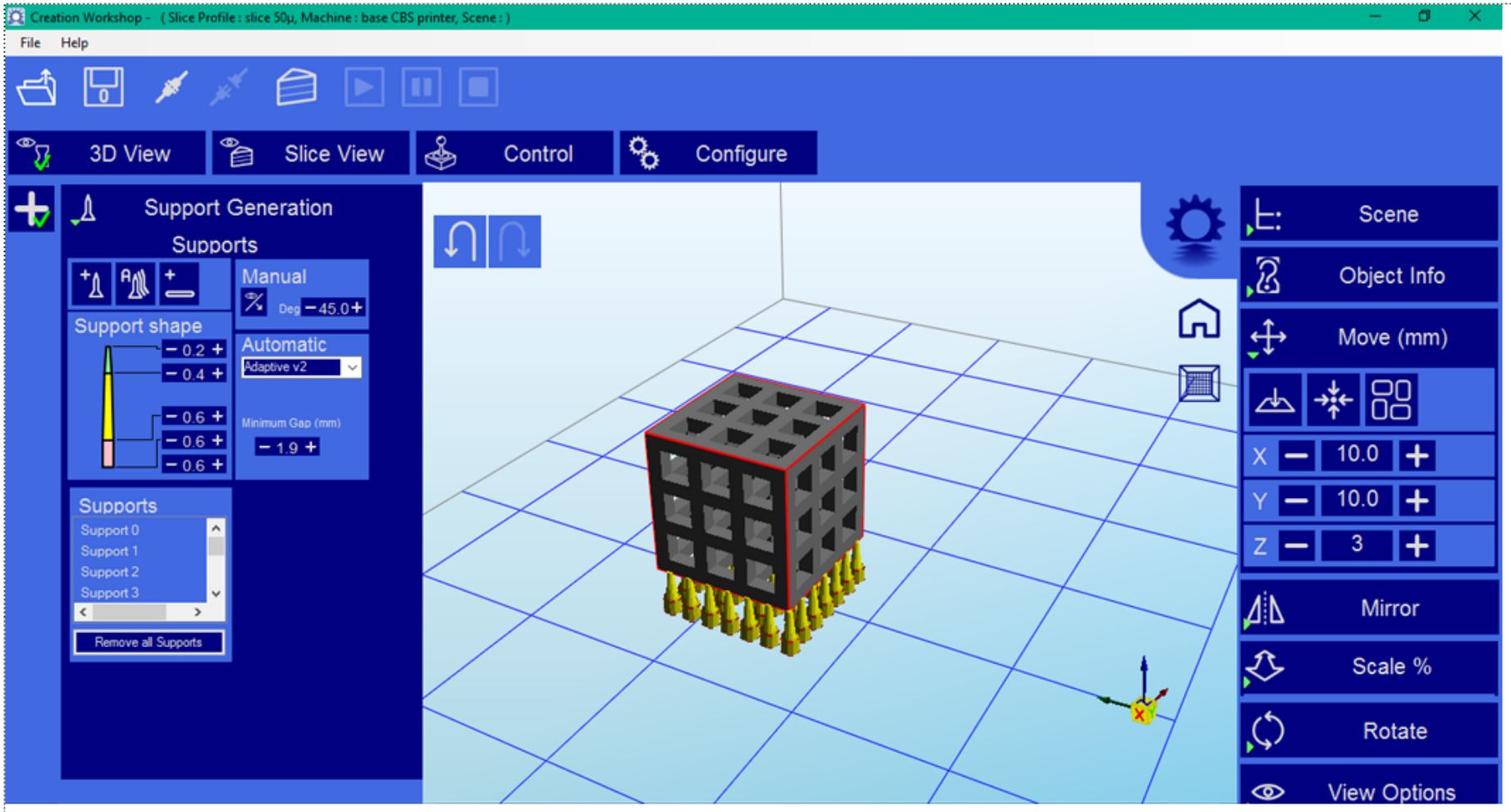


CAO



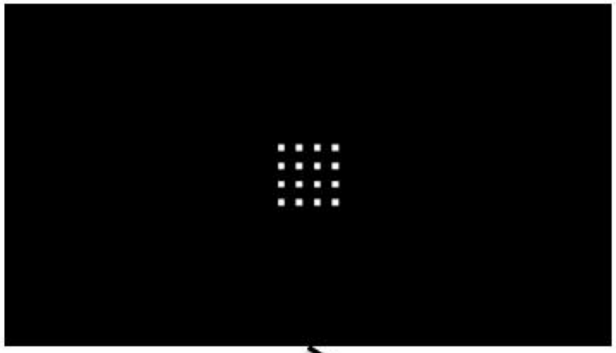


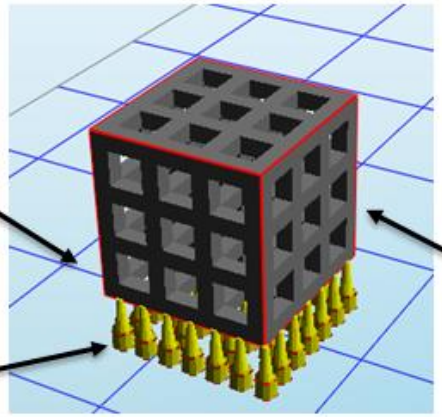
Mise en place des piliers

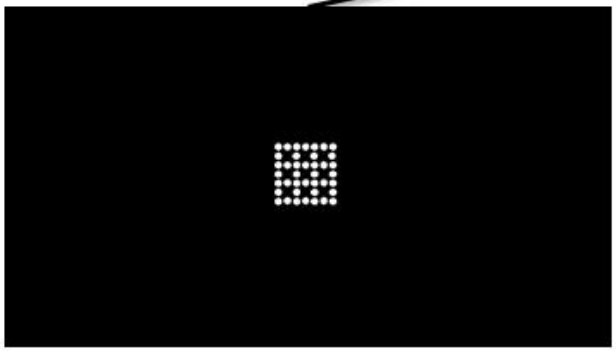


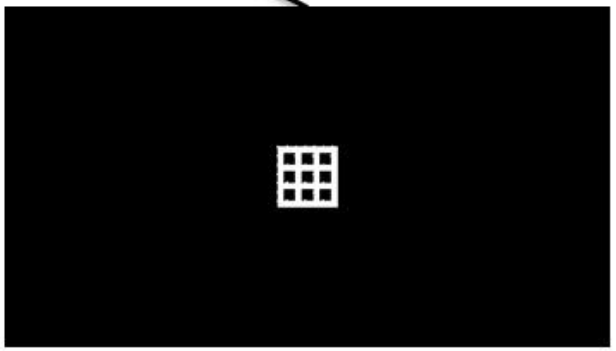
Slicing

Tranches de 50µm d'épaisseur

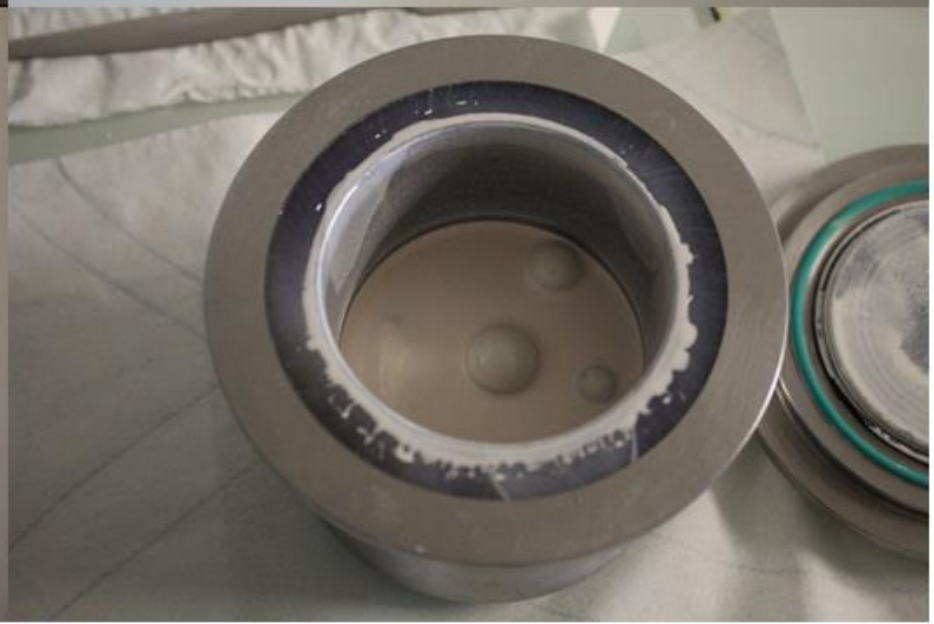




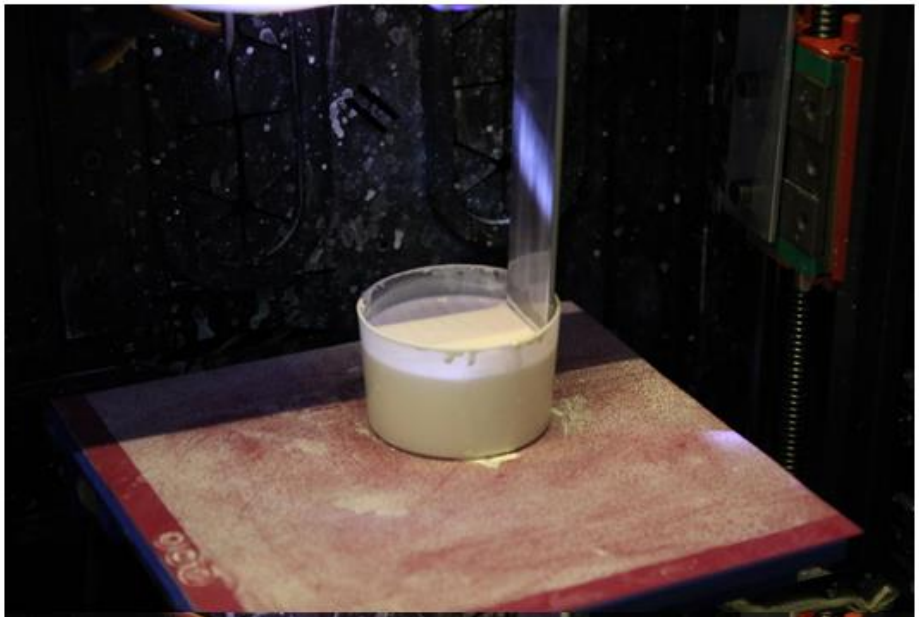


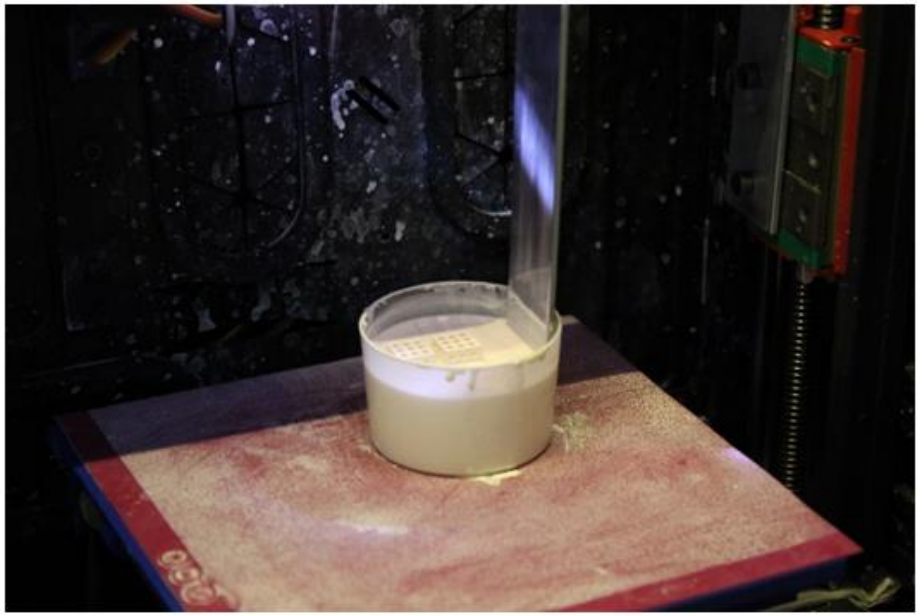


Préparation de la résine



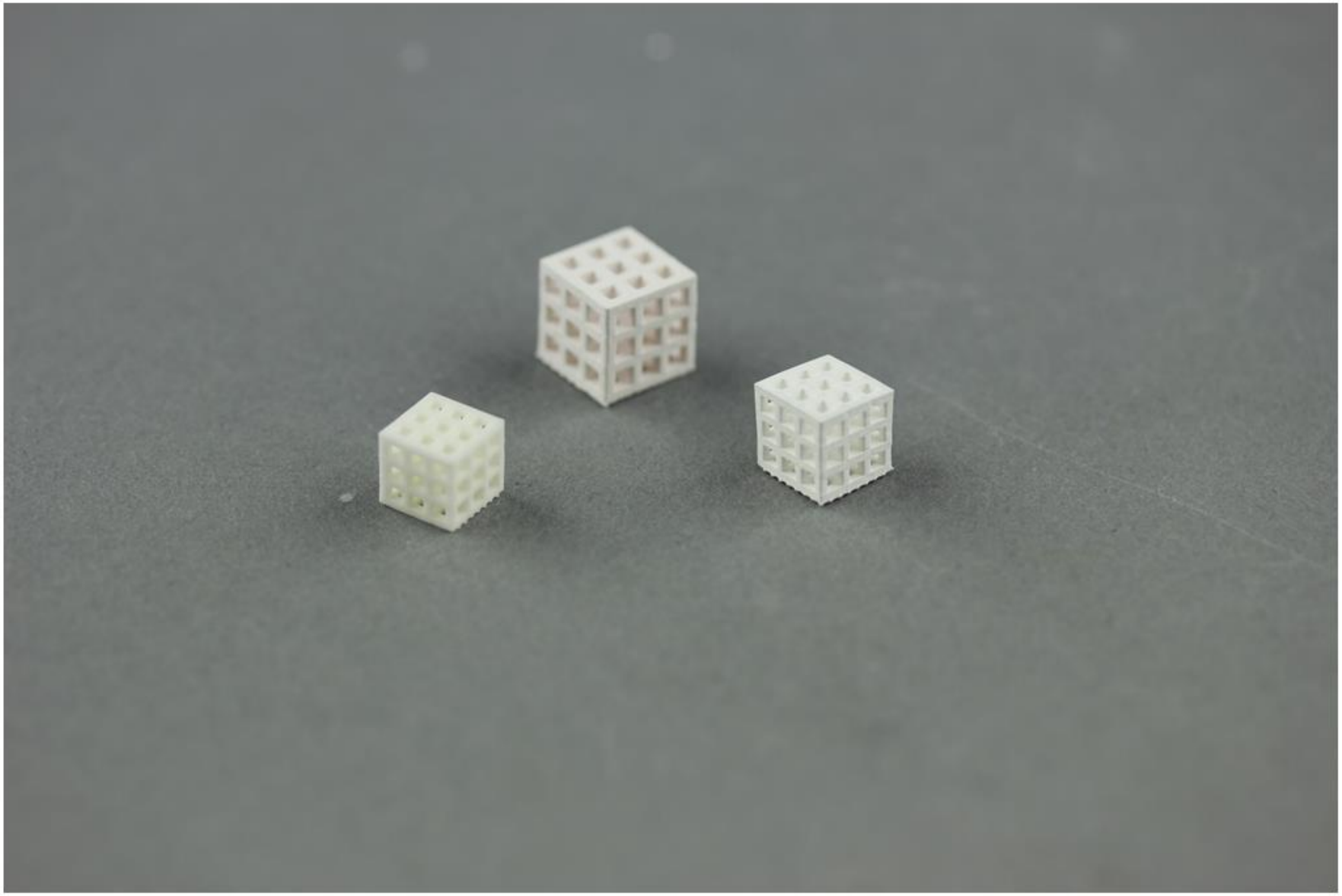
Prélèvement des pièces



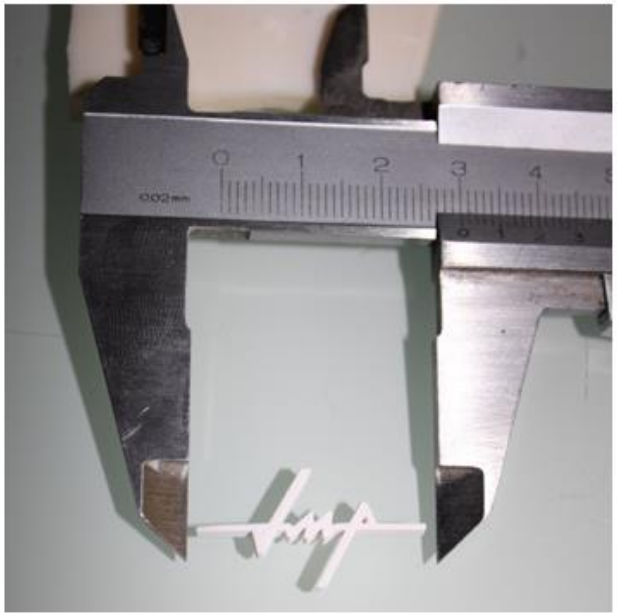


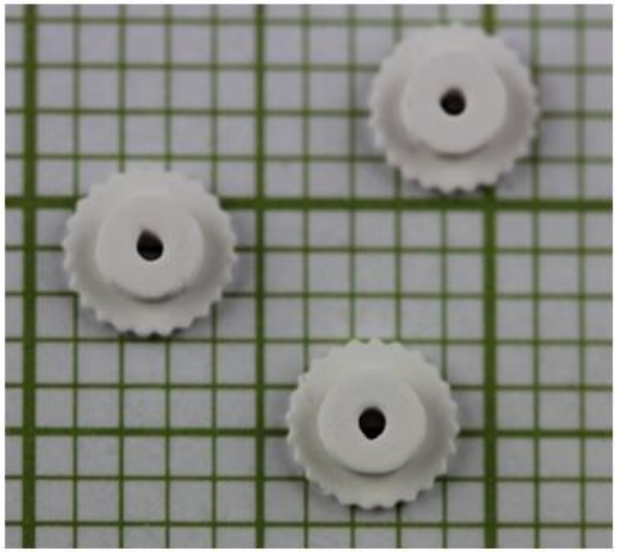
Les pièces sont détachées avec une spatule

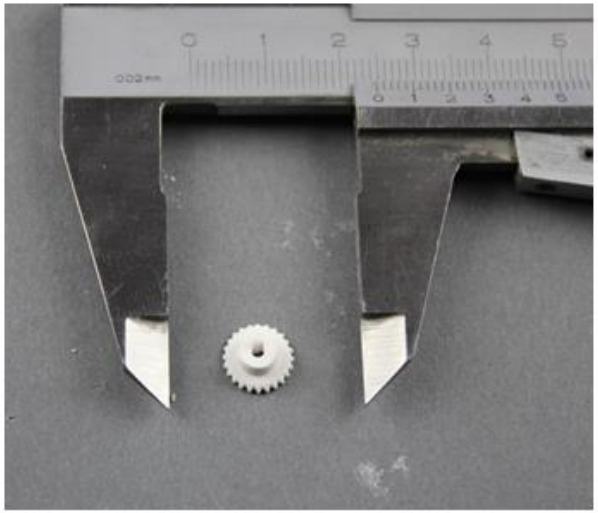
Séchage, déliantage et frittage

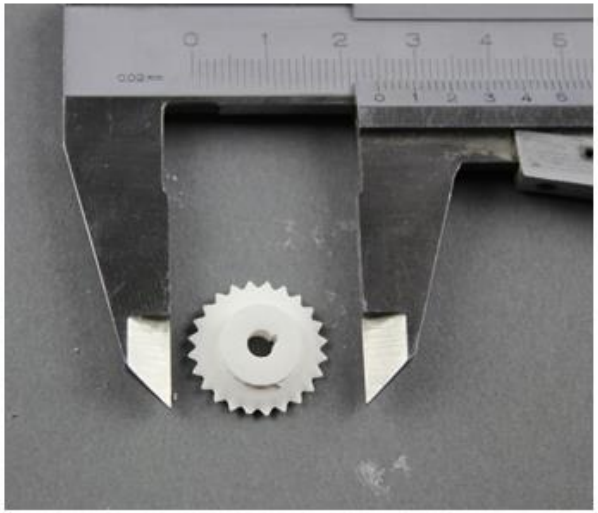


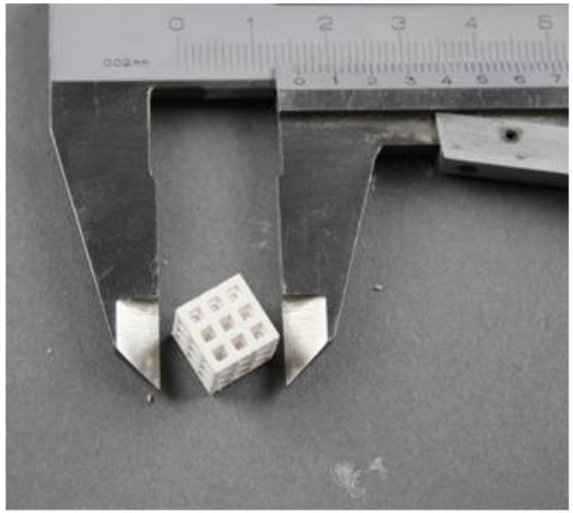
Quelques pièces











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

Interreg France-Wallonie-Vlaanderen
TECH2FAB

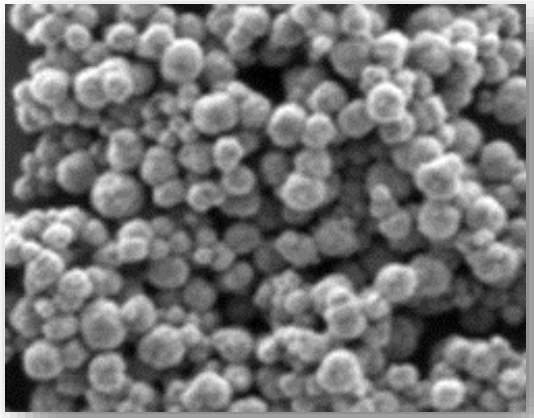
Présentation des technologies de densifications, de consolidations par FRITTAGE (Flash, SPS, …).

G. Bister, JP Erauw, L. Boilet, S. Hocquet - CRIBC

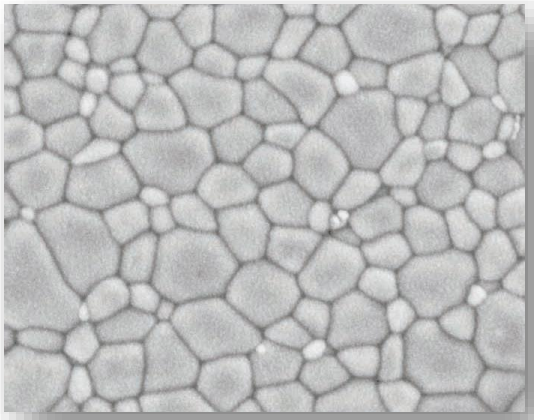
FRITTAGE - Introduction

Traitement thermique à $t < t_{fusion}$

COMPACT PULVERULANT



MATERIAU COHERENT

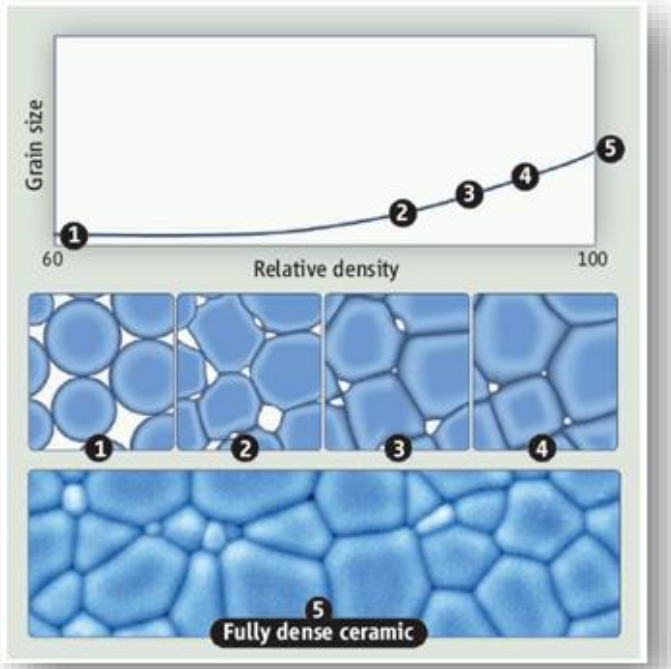


Diminution de la porosité

Maîtriser les retraits

Maîtriser les distorsions

Croissance de grain



G. Messing et al., Science 322 (2008) 383

Matières premières

↓

Mélange /Conditionnement

↓

Mise en forme

↓

Déliantage

↓

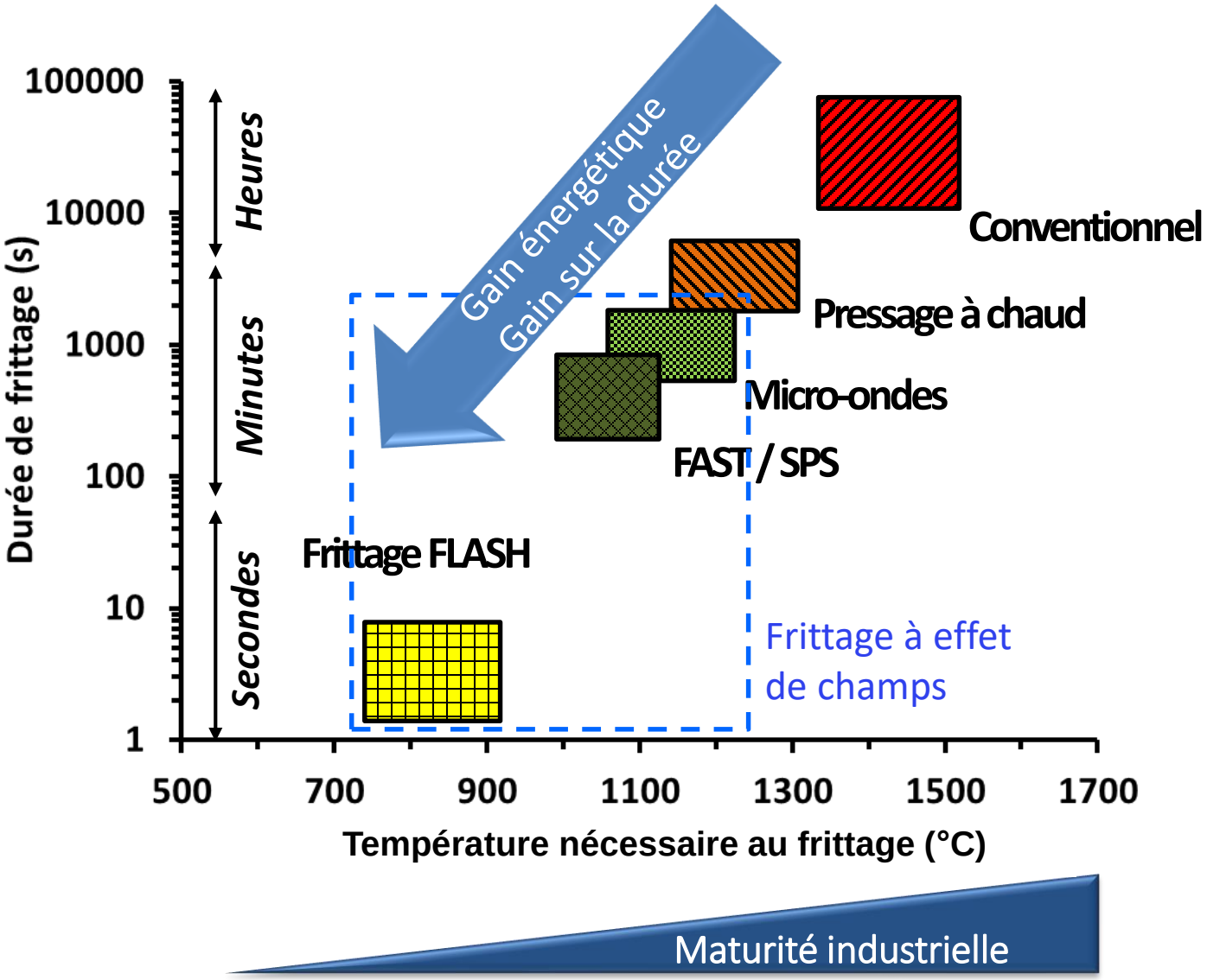
Frittage

↓

Post-traitement

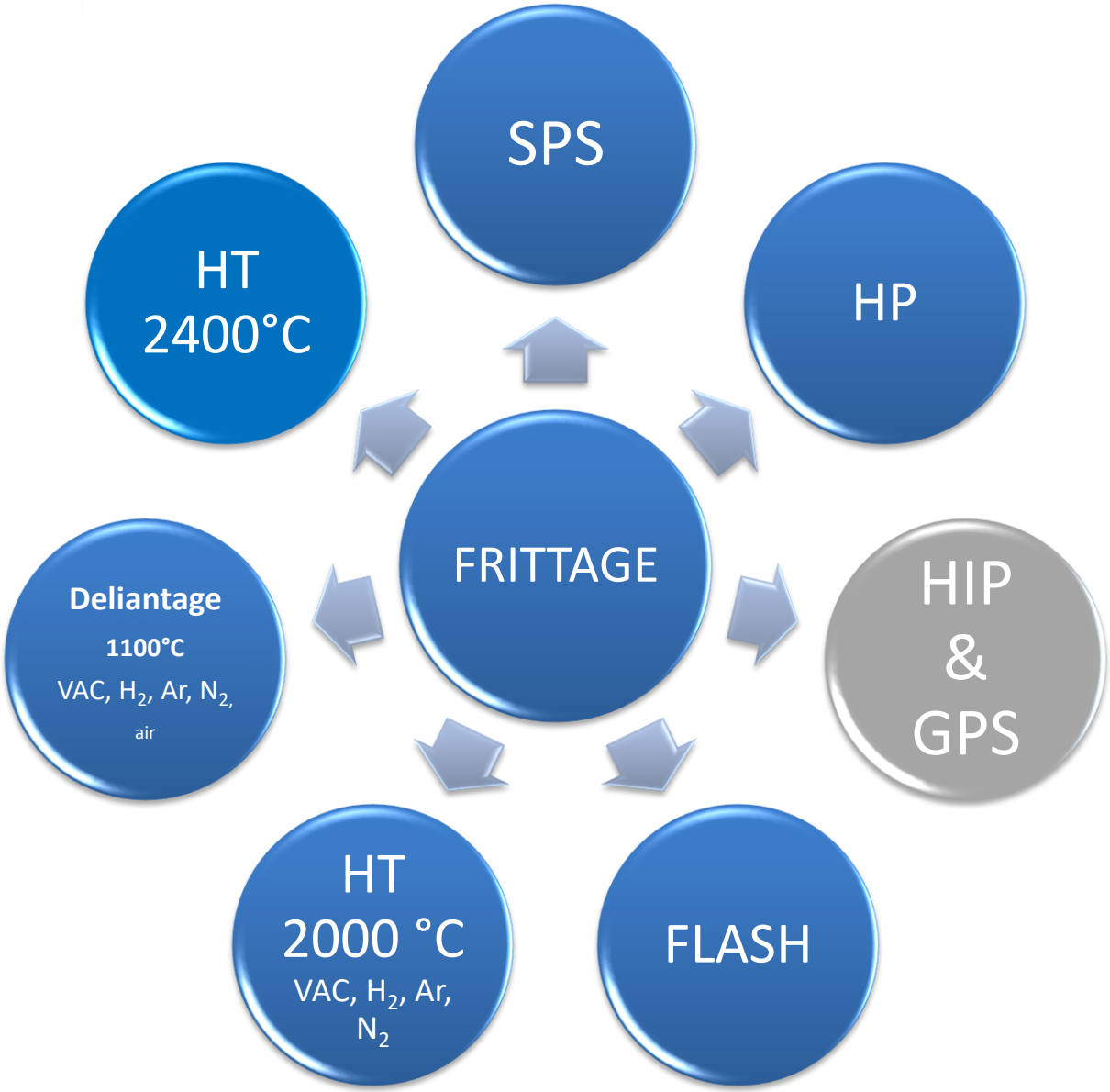
FRITTAGE - Introduction

Les technologies de frittage

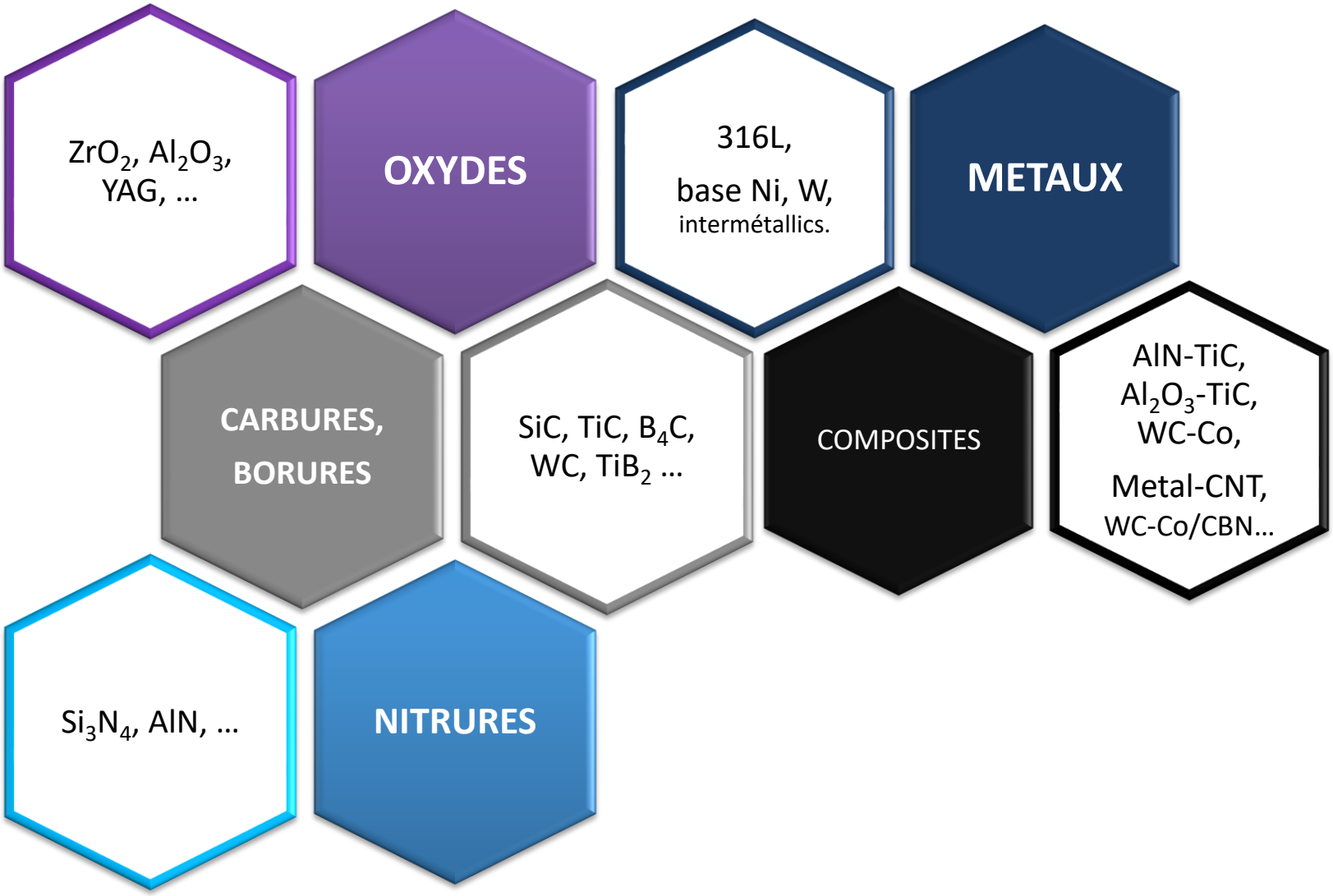


Inspiré de Marco Cologna & Rishi Raj, Univ. of Colorado.

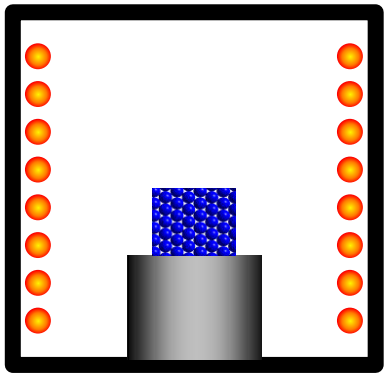
FRITTAGE au BCRC - Plateforme



FRITTAGE au BCRC - Matériaux



Frittage naturel

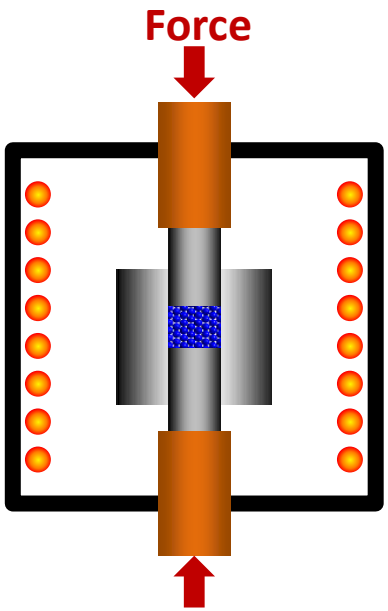


- ☺ Economique
- ☺ Batch ou continu
- ☺ Atmosphère contrôlable
- ☺ Pièces complexes

- ☹ Long (Jours)
- ☹ Porosité possible
- ☹ Peu adapté pour certains matériaux

T_{max} = 2400°C
Max : ~20 °K/min
Air, Ar, N_2, H_2, vide
Vide primaire et secondaire
(< 5.10^{-3} mbar) (< $5,10^{-5}$ mbar)

Frittage assisté mécaniquement

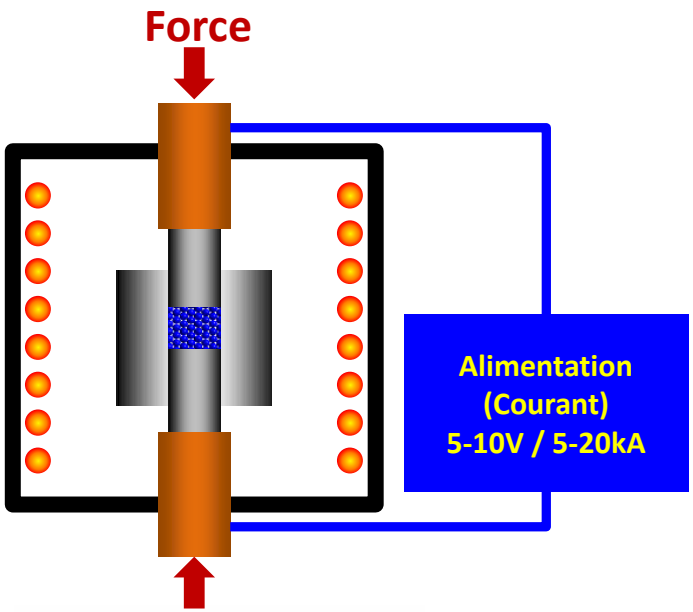


- ☺ Réduction de la durée de cycle ↘ (heures)
- ☺ Diminution des températures ↘
- ☺ Atmosphère contrôlable
- ☺ Elimination (totale) de la porosité
- ☺ Elargissement de la palette de matériaux

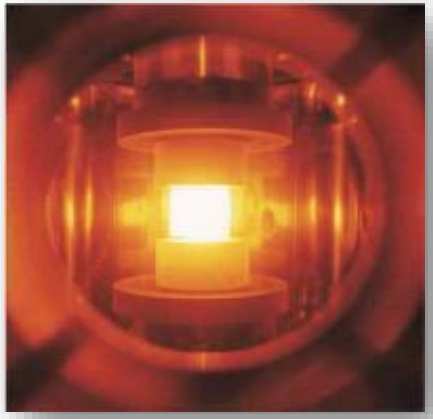
- ☹ Procédé batch
- ☹ Limitations géométriques

T_{max} : 1800°C max
$P_{uniaxiale}$: 50 kN
Jusqu'à 20°C/min
N_2, Ar, vide
Four graphite
ϕ : de 20 à 150 mm

Frittage sous champ - SPS

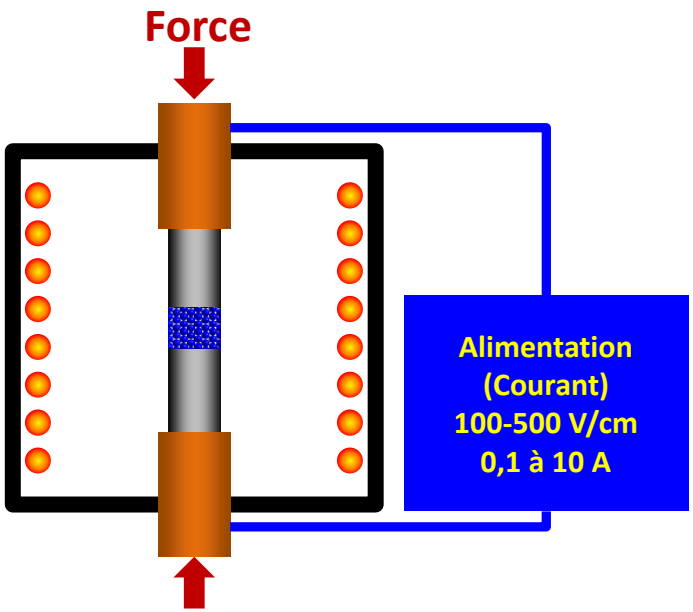


- ☺ Réduction de la durée de cycle ↘↘ (minutes)
- ☺ Diminution des températures ↘↘
- ☺ Atmosphère contrôlée
- ☺ Elargissement de la palette de matériaux
- ☺ Contrôle de la microstructure (nanomatériaux,..)
- ☺ Gain énergétique
- ☹ Procédé batch
- ☹ Limitations géométriques
- ☹ Hétérogénéités visibles (grandes pièces)



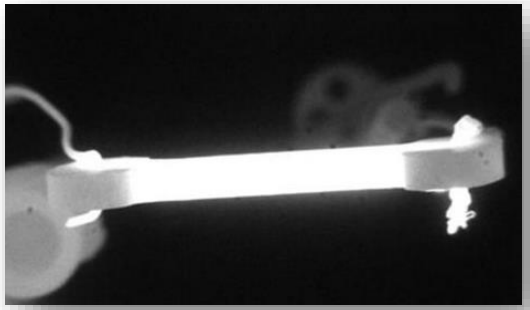
T_{max} : 2200°C max
$P_{uniaxiale}$: 1250kN
Jusqu'à 400°C/min
Ar, N_2, vide primaire
Matrice graphite
ϕ : de 20 à 150 mm

Frittage sous champ - FLASH

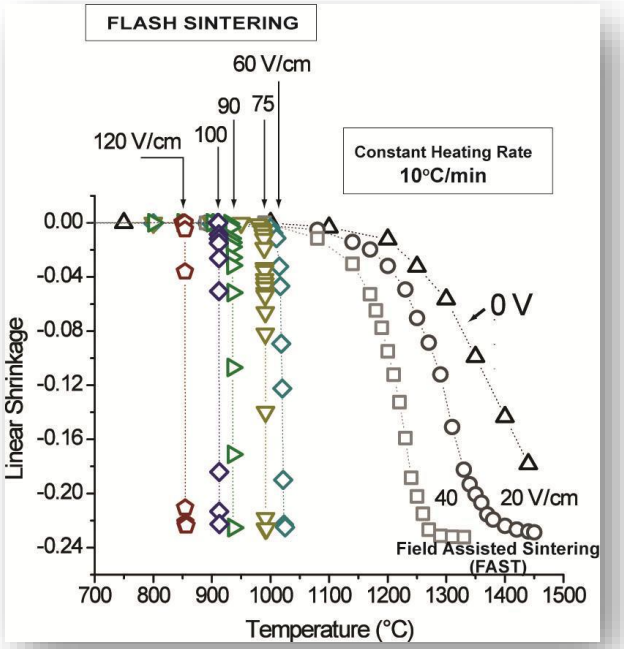


SUJET EXPLORATOIRE

- ☺ Réduction de la durée de cycle ↘↘↘ (secondes)
- ☺ Diminution des températures ↘↘↘
- ☺ Atmosphère contrôlable
- ☺ Gain énergétique
- ☹ Procédé batch … ou pas
- ☹ Limitations géométriques

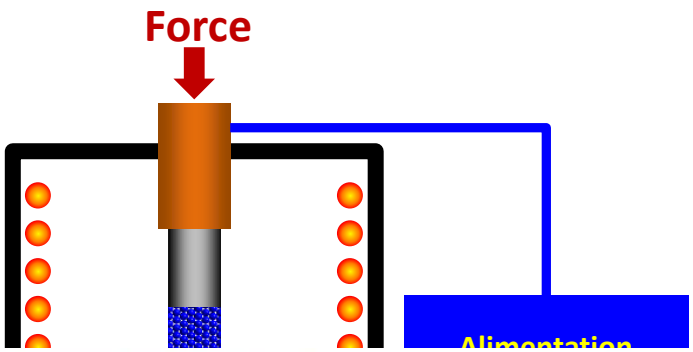


T_{max} : limité par les électrodes
$P_{uniaxiale}$: 1250kN
Jusqu'à 2000°C/min
Atmosphère contrôlable
ϕ : petites dmensions



J. Am. Ceram. Soc., 93 [11] 3556–3559 (2010)

Frittage sous champ - FLASH

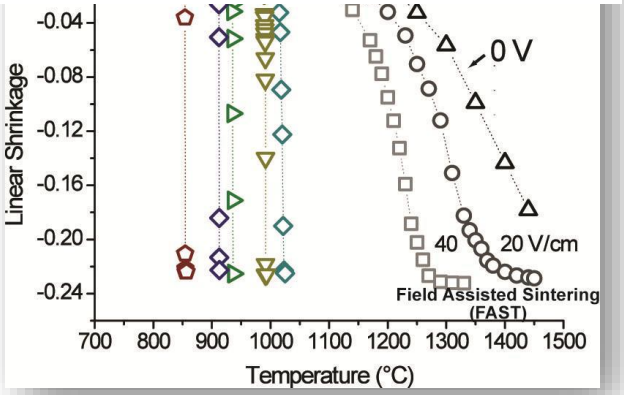


SUJET EXPLORATOIRE

- ☺ Réduction de la durée de cycle ↘↘↘ (secondes)
- ☺ Diminution des températures ↘↘↘
- ☺ Atmosphère contrôlable
- ☺ Gain énergétique

Société Lucideon (UK) → four pilote (tunnel) pour la production de carreaux céramiques

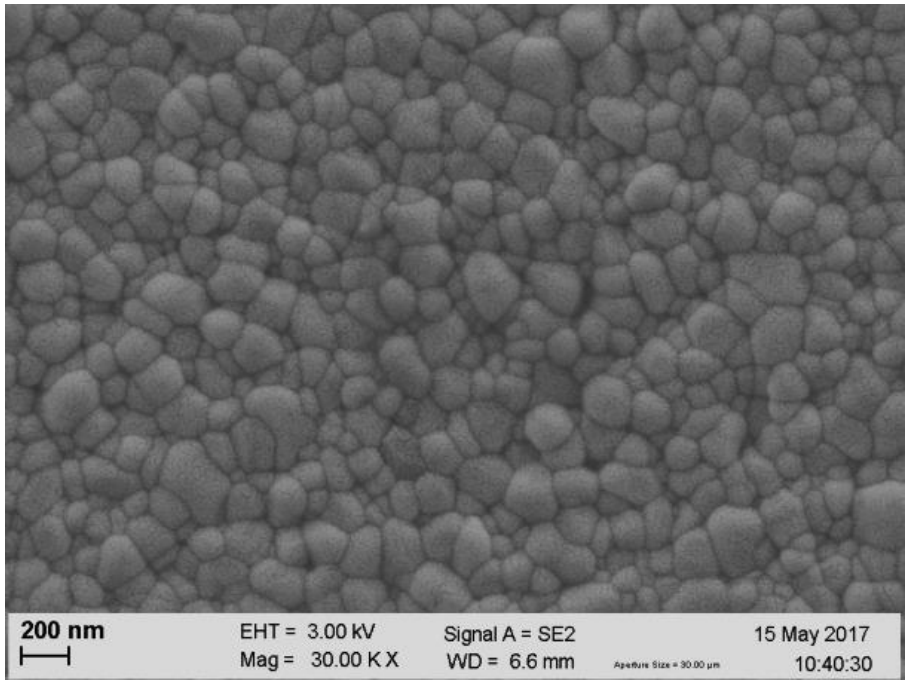
T_{max} : limité par les électrodes
$P_{uniaxiale}$: 1250kN
Jusqu'à 2000°C/min
Atmosphère contrôlable
ϕ : petites dmensions



J. Am. Ceram. Soc., 93 [11] 3556–3559 (2010)

SPS @ BCRC - Illustration

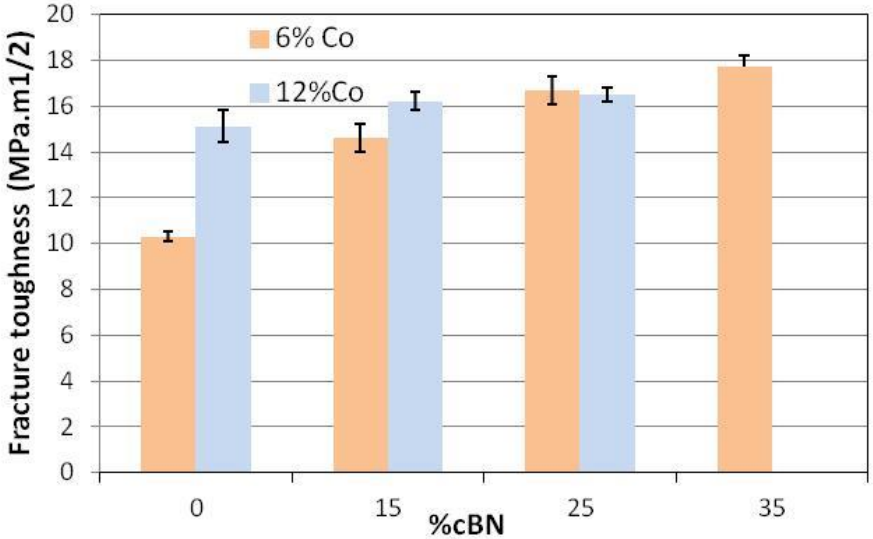
Conservation de la micro(nano)structure



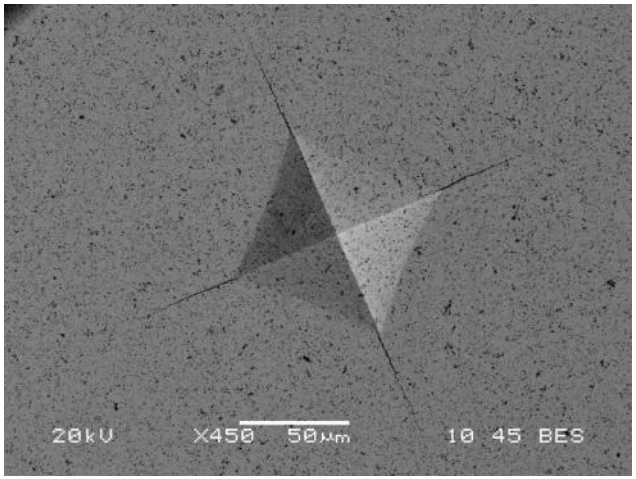
$Y:ZrO_2$

Zircone stabilisée	90 nm D_{50}
$T°_{palier}$	1250°C
Temps de palier	5 min
Vitesse de chauffe	200 °C/min
Charge appliquée	40 MPa
Diamètre d'échantillon	40 mm

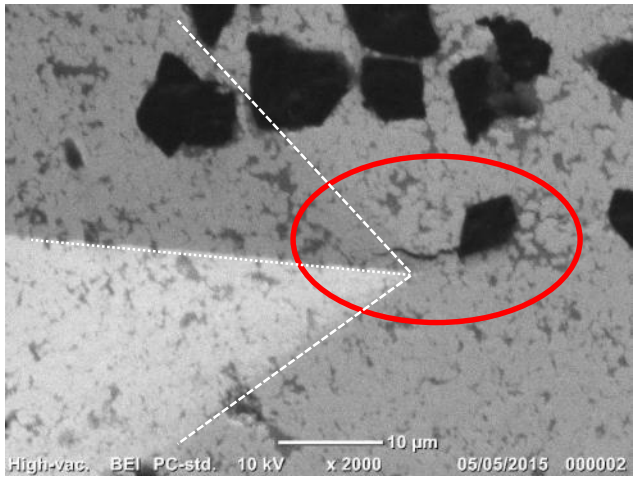
SPS @ BCRC – Thématiques



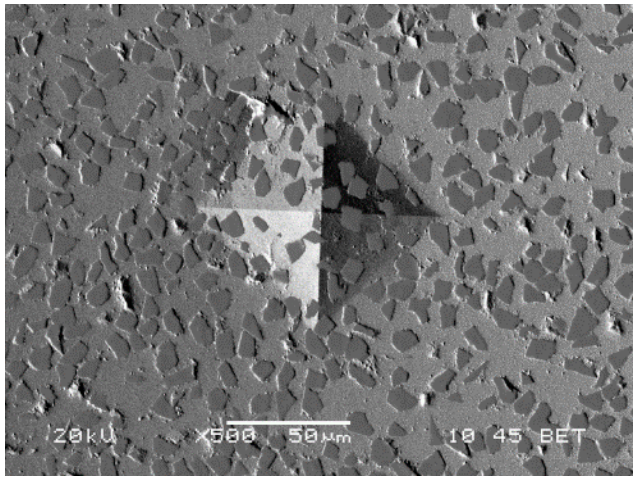
Composite WC-Co-cBN



WC 6-0



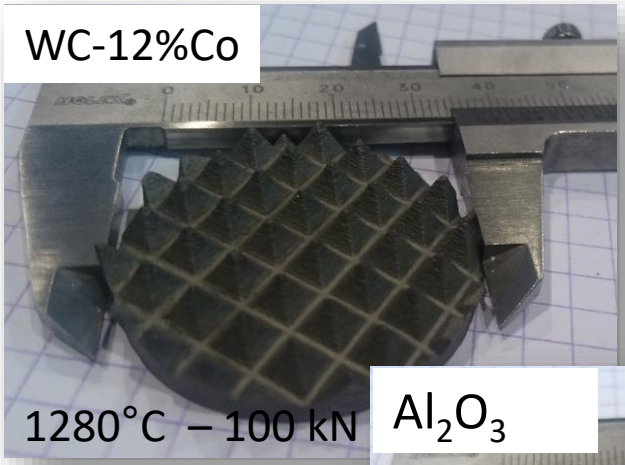
WC 12-15



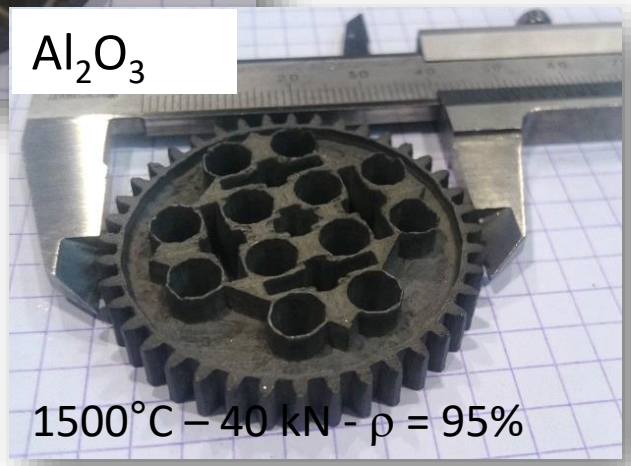
WC 12-35

SPS @ BCRC – Thématiques

Intermétalliques
Cible PVD



Géométries
complexes



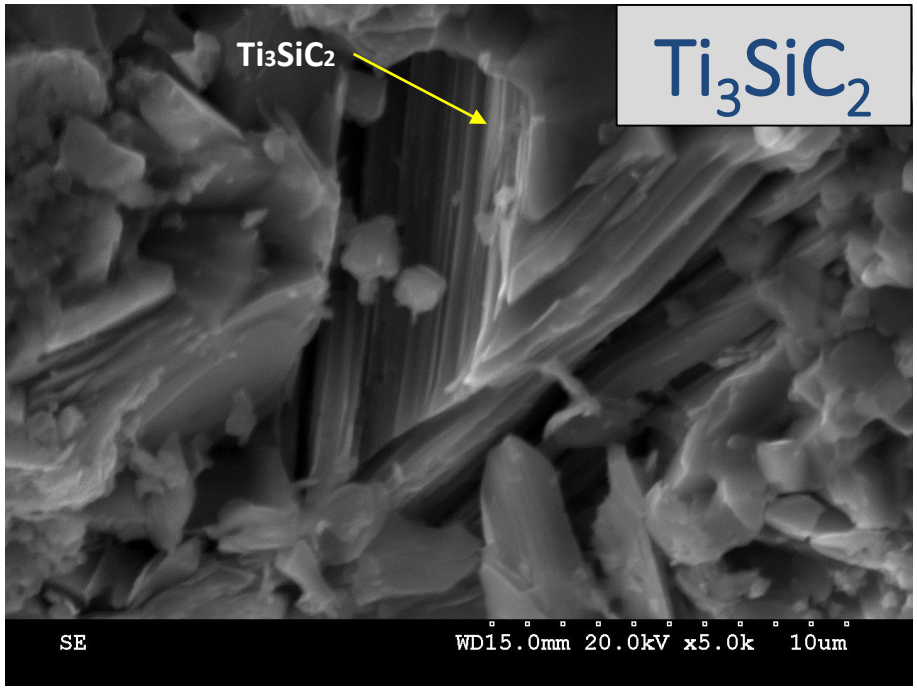
Céramiques
transparentes

SPS @ BCRC – Thématiques

PHASES MAX

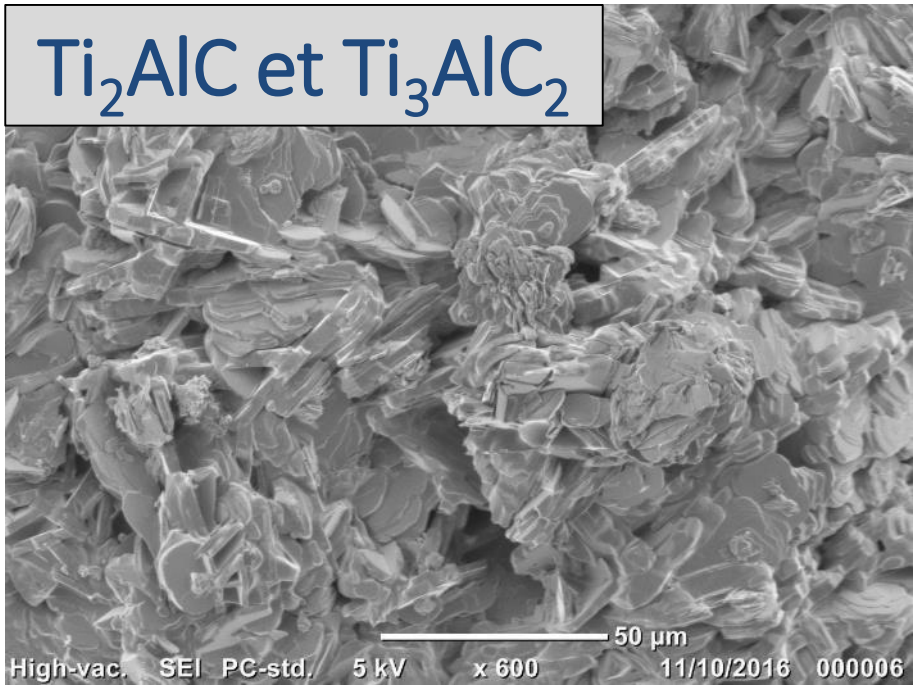
Massif par frittage réactif par SPS

@ 1500°C



Poudre par frittage réactif par SPS

@ 1350°C



Mélange des phases 211 et 312

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